

## RESSALVA

Atendendo solicitação do(a) autor(a), o texto completo desta dissertação será disponibilizado somente a partir de 30/08/2025.



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”  
Campus de Araçatuba

**LORENA SCAION SILVA**

**Comportamento estrutural e mecânico de cerâmicas com matriz resinosa para sistema CAD/CAM, submetidas a polimento mecânico ou selantes de superfície, associados ou não a aplicação de plasma de baixa temperatura, após envelhecimentos**

**LORENA SCAION SILVA**

**Comportamento estrutural e mecânico de cerâmicas com matriz resinosa para sistema CAD/CAM, submetidas a polimento mecânico ou selantes de superfície, associados ou não a aplicação de plasma de baixa temperatura, após envelhecimentos**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Araçatuba da Universidade Estadual Paulista (Unesp), como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de concentração em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Assoc. Aldiéris Alves Pesqueira.

Coorientador: Prof. Dr. Victor Eduardo de Souza Batista.

Catálogo na Publicação (CIP)

Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

S586c Silva, Lorena Scaion.  
Comportamento estrutural e mecânico de cerâmicas com matriz resinosa para sistema CAD/CAM, submetidas a polimento mecânico ou selantes de superfície, associados ou não a aplicação de plasma de baixa temperatura, após envelhecimentos / Lorena Scaion Silva. - Araçatuba, 2023  
81 f. : il. ; tab.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia, Araçatuba  
Orientador: Prof. Aldiérís Alves Pesqueira  
Coorientador: Prof. Victor Eduardo de Souza Batista

1. Cerâmica 2. Plasma 3. Desenho assistido por computador I. T.

Black D3  
CDD 617.6

Claudio Hideo Matsumoto CRB-8/5550

# *DEDICATÓRIA*

**A Deus,**

Dedico meu mestrado primeiramente a Deus, pois esse sonho só se tornou possível porque o senhor colocou esse desejo no meu coração, e me deu forças para que fosse possível realizá-lo. Todas as vezes em que surgiram dúvidas sobre a minha trajetória, me voltei para a fé e para o versículo que marcou a minha vida: “ Peça a Deus que abençoe os seus planos e eles darão certo” Provérbios 16:3-4. Obrigada meu Deus, por tudo e por tanto.

**A minha família,**

**Aos meus pais Francisca de Paula Scaion Silva e Antônio José da Silva, a minha sobrinha Mayna Scaion Borges e meus irmãos Melina Scaion, Allana Scaion e Allan Scaion,** dedico a vocês o mais alto grau da minha formação acadêmica, e por serem a melhor família do mundo. Sei de todo esforço e todo sacrifício que fizeram para conseguirmos juntos essa conquista. Obrigada por todo suporte e incentivo, eu amo vocês.

**A todos os meus familiares e amigos,**

também dedico a vocês, que sempre torceram por mim.

*AGRADECIMENTOS  
ESPECIAIS*

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

### **Ao meu orientador,**

**Prof. Assoc. Aldiéris Alves Pesqueira**, por quem tenho profunda admiração e respeito. Como professor e orientador é um exemplo de dedicação e comprometimento com a pesquisa e docência. Agradeço a oportunidade de integrar a sua equipe durante esses anos, por confiar em mim e em meu trabalho. Obrigada por toda orientação e por se fazer presente durante esta jornada acadêmica.

### **Ao meu co-orientador,**

**Victor Eduardo De Souza Batista**, meu mentor e mestre, como profissional e pessoa, obrigada por me guiar nessa trajetória acadêmica, por todo incentivo e conselhos, desde a graduação, tenho muito carinho, respeito e admiração por você.

### **Aos amigos de trabalho**

**Kevin Henrique Cruz**, você se tornou alguém muito especial, esteve comigo em todas as fases, me deu todo apoio e suporte enquanto estive longe de casa, e foi fundamental na execução deste trabalho e na conclusão do meu mestrado. Muito obrigada por cada momento dentro e fora do departamento.

**Victor Bento**, além de um grande amigo foi um parceiro dentro e fora do departamento, os seus conselhos, as sua palavra amiga e sua companhia foram fundamentais para que eu permanecesse firme nesta jornada. Obrigada por todos os ensinamentos e por estar ao meu lado quando mais precisei, aprendi muito com você meu amigo, você é uma inspiração de foco e determinação, obrigada por tudo que fez por mim, nunca me esquecerei de você.

**Victor Alves Nascimento**, sempre atencioso e solícito, você foi um grande amigo e parceiro de trabalho. Muito obrigada por toda ajuda na execução desse trabalho, por todos os momentos de descontração no departamento e fora dele, conversas, risadas, lamentações e perrengues. Meu carinho e admiração por você.



**Amanda Dias Castanheiro**, da iniciação científica para a vida, agradeço sua pela amizade, pelas conversas e por todos os momentos que compartilhamos dentro e fora do departamento, você é uma pessoa especial para mim.

**Cleber Del Rei**, obrigada pelos conselhos, ajudas, conversas e momentos de diversão, lembrarei com muito carinho de todos os karaôkes. Bora cuidar!

**João Pedro Justino de Oliveira Limírio**, obrigada por toda ajuda na execução deste trabalho, sempre atencioso e solícito, a sua dedicação e organização são admiráveis e fonte de inspiração, tenho certeza que será um excelente docente.

**Márcio Campaner**, que me recepcionou e me integrou à equipe do Professor Aldiéris, muito obrigada pela convivência e ensinamento. Sucesso na sua jornada.

**Juliana Lujan Brunetto**, muito obrigada pelos momentos de convivência e descontração no departamento. Te desejo sucesso e felicidades.

**Aos alunos de iniciação científica**, Lorena Louise, Beatriz Marques, Marcos Gomes, Thiago Fontolan e Gabriel Sampaio, obrigada pela convivência e ajuda no desenvolvimento dos trabalhos.

**A minha amiga Stephany**, que acompanhou toda esse jornada, sempre me deu apoio, incentivo e motivação. Que seu futuro seja brilhante e repleto de conquistas, futura doutora.

**À Banca Examinadora**

**Profa. Dra. Maria Cristina Rosifini Alves Rezende**, a qual tenho muita admiração como pessoa e profissional. Muito Obrigado por aceitar fazer parte da minha banca, com certeza você irá engrandecer nosso trabalho.

**Profa. Dra. Jéssica Marcela de Luna Gomes**, a qual tive a oportunidade de conhecer durante o meu primeiro ano de mestrado e que tenho grande admiração, me auxiliou e ensinou a realizar os primeiros experimentos, aprendi muito com você. Seu comprometimento com a ciência é admirável, além de ser uma pessoa íntegra, inteligente e competente. Obrigada por aceitar fazer parte da minha banca.

# *AGRADECIMENTOS*

## AGRADECIMENTOS

**Aos meus familiares,**

que me ensinaram coisas fundamentais, que nenhuma academia pode ensinar: fé em Deus, honestidade, ética e empatia. Amo muito vocês.

**Aos professores do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese,** que me acolheram e me ensinam sempre o máximo, com maestria e perfeição. Todos são exemplos de profissionais que almejo ser um dia. Em especial, quero agradecer o convívio e sempre fraterno ganho de conhecimentos do **Prof. Assoc. Fellippo Ramos Verri, Profa. Dra. Karina Helga Túrcio, Profa. Assoc. Daniela Micheline, Profa. Dra. Aimée Guiotti, Prof. Assoc. Paulo Henrique dos Santos, Prof. Titular. Wirley Assunção, Prof. Dr. Paulo Renato Zuim, Profa. Dra. Débora Barros Barbosa, Prof. Titular Marcelo Coelho Goiato e o Prof. Titular Eduardo Pizza Pellizzer.**

Agradeço as funcionárias do Setor técnico de Pós-Graduação: **Valéria, Cristiane, Lilian e Camila,** que não medem esforços para ajudar no nosso dia a dia acadêmico.

A todos os técnicos (**Carlão, Jander e Eduardinho**) e funcionários (**Marco e Dalete**) do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, com quem convivi ao longo destes anos e que fizeram a nossa universidade se tornar um ambiente familiar e agradável para trabalhar, estudar e confraternizar.

Ao diretor da Faculdade de Odontologia de Araçatuba, UNESP, o **Prof. Titular Glauco Issamu Miyahara** e vice-diretor **Prof. Titular Alberto Carlos Botazzo Delbem** pela oportunidade e honra de realizar este curso de Mestrado.

À coordenação do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP, na pessoa do **Prof. Titular Wirley Gonçalves Assunção** e vice- coordenação **Profa. Associada Roberta Okamoto** pelo suporte no desenvolvimento desse trabalho.

**À Fundação de Amparo E Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP e Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES pelo financiamento e apoio designado ao projeto de pesquisa através da concessão de bolsa de Mestrado (Processo nº 2021/07251- 5, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP)).**

**À Fundação de Amparo Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP pelo financiamento e apoio designado ao projeto de pesquisa através da concessão de Auxílio Regular (Processo nº 2021/08529-7).**

*EPÍGRAFE*

*“Sonhar, viver e todo dia agradecer”.*

*Aliados*

*RESUMO*

Silva LS. Comportamento estrutural e mecânico de cerâmicas com matriz resinosa para sistema CAD/CAM, submetidas a polimento mecânico ou selante de superfície, associados ou não a aplicação de plasma de baixa temperatura, após envelhecimentos [dissertação]. Araçatuba: Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista; 2023.

## RESUMO GERAL

O trabalho foi dividido em dois capítulos, utilizado os mesmos tipos de cerâmicas, tratamentos de superfícies e variáveis de resposta, no entanto, diferentes tipos de envelhecimentos *in vitro* (termociclagem ou desafio erosivo). As cerâmicas vítreas apresentam baixa tenacidade à fratura, baixa resistência flexural, são friáveis, passíveis de trincas e fraturas. Com intuito de superar essas limitações foram desenvolvidas as cerâmicas com matriz resinosa, compostas por matriz resinosa (polímero) preenchida com compostos inorgânicos refratários (partículas de cerâmica). Para essas cerâmicas vêm sendo utilizados o tratamento de superfície com os kits de polimento mecânico para consultório (*chairside polishing*) ou aplicação de selantes de superfície. Recentemente, o tratamento de superfície pela deposição de filmes por vapor químico melhorado por plasma (PECVD - *plasma enhanced chemical vapor deposition*) assistido por bombardeamento iônico tem sido estudado como alternativa para evitar o processo de degradação das resinas odontológicas. Entretanto, não há um consenso na literatura sobre o comportamento físico-mecânico das cerâmicas híbridas quando utilizados em reabilitações a longo prazo. Diante disso, o objetivo deste estudo foi avaliar as características estruturais e mecânicas de três cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM, sendo uma resina nanocerâmica (Cerasmart - GC), uma cerâmica infiltrada por polímero (VITA Enamic - VITA) e outra cerâmica de zircônia e sílica em uma matriz interpenetrante de resina (SHOFU HC – Shofu Dental), após diferentes protocolos de polimento (polimento mecânico Ceramisté (Shofu) ou selante de superfícies fotopolimerizável (Palaseal - kulzer)) associados ou não a deposição de filme por PECVD), após diferentes procedimentos de envelhecimento *in vitro* (termociclagem (TC) ou desafio erosivo (DE)). Foram confeccionados 232 espécimes de cada cerâmica, divididos em grupos de acordo com o tratamento de superfície e envelhecimentos que foram submetidos. Os polimentos realizados foram: 1) polimento mecânico (PM) - realizado o com kit Ceramisté (SHOFU, Kyoto, Japan); 2) selante fotopolimerizável Palaseal (SP) - foi aplicada uma fina camada de selante Palaseal (Heraeus Kulzer); 3) polimento mecânico (PM) + deposição de filme por PECVD (PM+ PECVD) – após PM, as superfícies



dos espécimes desse grupo foram tratadas pela deposição de filmes de PECVD e 4) selante fotopolimerizável Palaseal (SP) + deposição de filme por PECVD (SP+ PECVD). No capítulo 1 os espécimes foram submetidos a envelhecimento a 30.000 ciclos de termociclagem, variando a temperatura entre 5 e 55°C por 30 segundos. No capítulo 2 os espécimes foram envelhecidos por desafio erosivo (DE), por imersão em HCl 5% (pH = 2.0) durante 273 horas. As variáveis de resposta foram: análises estruturais (rugosidade superficial (Ra) e energia livre de superfície e análises mecânicas (microdureza vickers (HV), resistência à flexão ( $\rho$ ) e módulo de elasticidade (ME)). Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística ANOVA (3 fatores) e teste pairwise foi utilizado para comparação múltipla entre os grupos, com nível de significância de 5%. No capítulo 1, o polimento com Palaseal (com ou sem PECVD) apresentou os menores valores de Ra, independentemente do tipo de cerâmica. Houve redução significativa da energia livre de superfície após o tratamento com PECVD em ambos os polimentos (Ceramisté ou Palaseal), independentemente do tipo de cerâmica, não havendo diferença entre eles ( $P > 0.05$ ). O selante reduziu significativamente a Microdureza em todas as cerâmicas que receberam selante em comparação ao polimento com Ceramisté ( $P < 0.05$ ). A cerâmica Shofu apresentou os maiores valores de Resistência à flexão, independente do tratamento de superfície. A Termociclagem influenciou negativamente as propriedades estruturais das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM. No capítulo 2 o uso do Palaseal e PECVD apresentaram, significativamente, os menores valores de Rugosidade e Energia de superfície ( $p < 0.05$ ). O PECVD aumentou significativamente, a Dureza antes do envelhecimento ( $p < 0.05$ ), enquanto o uso do Palaseal apresentou os menores valores. O tipo de tratamento não influenciou na Resistência à flexão, sendo dependente do material. Palaseal e PECVD reduziram o módulo de elasticidade. O Desafio erosivo influenciou negativamente as propriedades estruturais das cerâmicas, no entanto, não afetou a Resistência mecânica.

Conclui-se que a aplicação da PECVD foi benéfica na Rugosidade, Energia de superfície e Microdureza das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM. A Termociclagem e o Desafio erosivo influenciaram negativamente as propriedades estruturais das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM.

**Palavras-chave:** Cerâmica. Plasma não térmico. Tratamento da superfície. CAD/CAM.

Silva LS. Structural and mechanical behavior of ceramics with resin matrix for CAD/CAM system, submitted to mechanical polishing or surface sealant, associated or not to the application of low temperature plasma, after aging [dissertation]. Araçatuba: School of Dentistry, Universidade Estadual Paulista; 2022.

## **GENERAL ABSTRACT**

The work was divided into two chapters, using the same types of ceramics, surface treatments and response variables, however, different types of in vitro aging (thermocycling or erosive challenge). Glass ceramics have low fracture toughness, low flexural strength, are friable, prone to cracking and fractures. In order to overcome these limitations, ceramics with a resinous matrix were developed, composed of a resinous matrix (polymer) filled with refractory inorganic compounds (ceramic particles). For these ceramics, surface treatment has been used with mechanical polishing kits for the office (chairside polishing) or the application of surface sealants. Recently, surface treatment by plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD) assisted by ion bombardment has been studied as an alternative to avoid the degradation process of dental resins. However, there is no consensus in the literature on the physical-mechanical behavior of hybrid ceramics when used in long-term rehabilitation. Therefore, the objective of this study was to evaluate the structural and mechanical characteristics of three ceramics with a resinous matrix for CAD/CAM, being a nanoceramic resin (Cerasmart - GC), a ceramic infiltrated by polymer (VITA Enamic - VITA) and another ceramic zirconia and silica in an interpenetrating resin matrix (SHOFU HC – Shofu Dental), after different polishing protocols (Ceramisté mechanical polishing (Shofu) or light-cured surface sealant (Palaseal - kulzer)) associated or not with PECVD film deposition), after different in vitro aging procedures (thermocycling (TC) or erosive challenge (DE)). 232 specimens of each ceramic were made, divided into groups according to the surface treatment and aging they underwent. The polishing procedures carried out were: 1) mechanical polishing (PM) - carried out with a Ceramisté kit (SHOFU, Kyoto, Japan); 2) Palaseal light-curing sealant (SP) - a thin layer of Palaseal sealant (Heraeus Kulzer) was applied; 3) mechanical polishing (PM) + film deposition by PECVD (PM+ PECVD) – after PM, the surfaces of the specimens in this group were treated by deposition of PECVD films and 4) Palaseal light-cured sealant (SP) + film deposition by PECVD (SP+ PECVD). In chapter 1, the specimens were subjected to aging through 30,000 thermocycling cycles, varying the temperature between 5 and 55°C for 30 seconds. In chapter

2, the specimens were aged by erosive challenge (DE), by immersion in 5% HCl (pH = 2.0) for 273 hours. The response variables were: structural analyzes (surface roughness (Ra) and surface free energy and mechanical analyzes (Vickers microhardness (HV), flexural strength ( $\sigma$ ) and modulus of elasticity (ME)). The data obtained were subjected to statistical analysis ANOVA (3 factors) and pairwise test was used for multiple comparison between groups, with a significance level of 5%. In chapter 1, polishing with Palaseal (with or without PECVD) presented the lowest Ra values, regardless of the type of ceramic. There was a significant reduction in surface free energy after treatment with PECVD in both polishes (Ceramisté or Palaseal), regardless of the type of ceramic, with no difference between them ( $P > 0.05$ ). The sealant significantly reduced Microhardness in all ceramics that received sealant compared to polishing with Ceramisté ( $P < 0.05$ ). Shofu ceramics presented the highest flexural strength values, regardless of surface treatment. Thermocycling negatively influenced the structural properties of resin-based ceramics for CAD/CAM. In chapter 2, the use of Palaseal and PECVD significantly presented the lowest Roughness and Surface Energy values ( $p < 0.05$ ). PECVD significantly increased Hardness before aging ( $p < 0.05$ ), while the use of Palaseal presented the lowest values. The type of treatment did not influence flexural strength, being dependent on the material. Palaseal and PECVD reduced the elastic modulus. The erosive challenge negatively influenced the structural properties of the ceramics, however, it did not affect the mechanical resistance.

It is concluded that the application of PECVD was beneficial in the Roughness, Surface Energy and Microhardness of resin matrix ceramics for CAD/CAM. Thermocycling and erosive challenge negatively influenced the structural properties of resin matrix ceramics for CAD/CAM.

**Keywords:** Ceramics. Non-thermal plasma. Surface treatment. CAD/CAM.

## LISTA DE TABELAS

### *CAPÍTULO 1*

|                                                                                                                                                                                                      |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabela 1 Nome comercial, composição e fabricante das cerâmicas que foram utilizadas                                                                                                                  | 32 |
| Tabela 2 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas - para rugosidade superficial considerando a termociclagem como fator período                                                                      | 36 |
| Tabela 3 Média $\pm$ SD valores de rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ ) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período de TC               | 37 |
| Tabela 4 Valores médios $\pm$ SD de rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ ) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o período de termociclagem, independente do tratamento de superfície   | 37 |
| Tabela 5 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para energia livre de superfície considerando a termociclagem como o fator período                                                                 | 38 |
| Tabela 6 Média $\pm$ SD valores de energia livre de superfície para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período de termociclagem                 | 39 |
| Tabela 7 Valores médios $\pm$ DP da energia livre de superfície para os períodos avaliados (inicial e TC) de acordo com o tratamento de superfície, independente dos grupos                          | 39 |
| Tabela 8 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para microdureza considerando a termociclagem como fator período                                                                                   | 40 |
| Tabela 9 Média $\pm$ SD valores de microdureza ( $\mu\text{m}$ ) para cada material cerâmico, tratamento de superfície e período de avaliação (inicial e TC)                                         | 41 |
| Tabela 10 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para resistência à flexão considerando a termociclagem como fator período                                                                         | 42 |
| Tabela 11 Média $\pm$ SD valores de resistência à flexão (MPa) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com os períodos avaliados (inicial e TC), independente do tratamento de superfície       | 42 |
| Tabela 12 Média $\pm$ SD valores de resistência à flexão (MPa) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período de TC                            | 43 |
| Tabela 13 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para o módulo de elasticidade considerando a termociclagem como fator período                                                                     | 44 |
| Tabela 14 Média $\pm$ SD valores de módulo de elasticidade (MPa) para os períodos avaliados (inicial vs TC) de acordo com o tratamento de superfície, independente dos grupos de materiais cerâmicos | 45 |

## ***CAPÍTULO 2***

|                                                                                                                                                                                                   |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabela 1 Nome comercial, composição e fabricante das cerâmicas que serão utilizadas                                                                                                               | 57 |
| Tabela 2 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para rugosidade superficial considerando desafio erosivo como fator período                                                                     | 62 |
| Tabela 3 Valores médios $\pm$ SD de rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ ) para grupos de tratamento de superfície de acordo com o período de desafio erosivo, independente do material         | 63 |
| Tabela 4 Média $\pm$ SD valores de rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ ) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período do DE            | 63 |
| Tabela 5 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para energia livre de superfície considerando o desafio erosivo como o fator período                                                            | 64 |
| Tabela 6 Média $\pm$ SD valores de energia livre de superfície para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período de DE                         | 64 |
| Tabela 7 Média $\pm$ SD valores de energia livre de superfície para os períodos avaliados (inicial e DE) de acordo com o tratamento de superfície, independente dos grupos de materiais cerâmicos | 65 |
| Tabela 8 ANOVA three-way de medidas repetidas para microdureza considerando o desafio erosivo como o fator período                                                                                | 66 |
| Tabela 9 Média $\pm$ SD valores de microdureza ( $\mu\text{m}$ ) para cada material cerâmico, tratamento de superfície e período de avaliação [inicial e DE]                                      | 67 |
| Tabela 10 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para resistência à flexão considerando desafio erosivo como fator período                                                                      | 68 |
| Tabela 11 Média $\pm$ SD valores de resistência à flexão (MPa) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período de desafio erosivo            | 68 |
| Tabela 12 ANOVA de three-way para o módulo de elasticidade considerando o desafio erosivo como fator período                                                                                      | 69 |
| Tabela 13 Média $\pm$ SD valores de módulo de elasticidade (MPa) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período de DE                       | 70 |

## **LISTA DE FIGURAS**

### ***CAPÍTULO 1***

Figura 1 – Delineamento experimental contendo material, tratamentos de superfícies, envelhecimentos, distribuição, número dos espécimes, respostas e tempos das análises que foram realizados 31

### ***CAPÍTULO 2***

Figura 1 – Delineamento experimental contendo material, tratamentos de superfícies, envelhecimentos, distribuição, número dos espécimes, respostas e tempos das análises que foram realizados 57

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

|         |                                                      |
|---------|------------------------------------------------------|
| CAD/CAM | Computer aided- design/ Computer aided manufacturing |
| DRGE    | Doença do Refluxo Gastroesofágico                    |
| HMDSO   | Hexametildissiloxano                                 |
| PECVD   | Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition            |
| PM      | Polimento Mecânico                                   |
| SP      | Palaseal                                             |

## SUMÁRIO

|                                                                                                                                                                                                                                                              |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1 INTRODUÇÃO GERAL                                                                                                                                                                                                                                           | 23 |
| 2 CAPÍTULO 1 – Efeito da termociclagem no comportamento estrutural e mecânico de cerâmicas com matriz resinosa para sistema CAD/CAM, submetidas a polimento mecânico ou selantes de superfície, associados ou não a aplicação de plasma de baixa temperatura | 27 |
| 2.1 Resumo                                                                                                                                                                                                                                                   | 27 |
| 2.2. Abstract                                                                                                                                                                                                                                                | 28 |
| 2.3 Introdução                                                                                                                                                                                                                                               | 29 |
| 2.4 Material e Método                                                                                                                                                                                                                                        | 31 |
| 2.4.1 Delineamento                                                                                                                                                                                                                                           | 31 |
| 2.4.2 Formação dos grupos                                                                                                                                                                                                                                    | 31 |
| 2.4.3 Fabricação dos espécimes                                                                                                                                                                                                                               | 32 |
| 2.4.4 Acabamento e tratamento de superfície                                                                                                                                                                                                                  | 32 |
| 2.4.5 Termociclagem                                                                                                                                                                                                                                          | 34 |
| 2.4.6 Variáveis de resposta                                                                                                                                                                                                                                  | 34 |
| 2.4.7 Análise estatística                                                                                                                                                                                                                                    | 35 |
| 2.5 Resultados                                                                                                                                                                                                                                               | 36 |
| 2.5.1 Rugosidade                                                                                                                                                                                                                                             | 36 |
| 2.5.2 Energia de superfície                                                                                                                                                                                                                                  | 38 |
| 2.5.3 Microdureza                                                                                                                                                                                                                                            | 39 |
| 2.5.4 Resistência à flexão                                                                                                                                                                                                                                   | 41 |
| 2.5.5 Módulo de elasticidade                                                                                                                                                                                                                                 | 43 |
| 2.6 Discussão                                                                                                                                                                                                                                                | 45 |
| 2.7 Conclusão                                                                                                                                                                                                                                                | 48 |
| 3 CAPÍTULO 2 – Impacto do desafio erosivo em cerâmicas com matriz resinosa para sistema CAD/CAM, submetidas a polimento mecânico ou selantes de superfície, associados ou não a aplicação de plasma de baixa temperatura: análise estrutural e mecânico      | 53 |
| 3.1 Resumo                                                                                                                                                                                                                                                   | 53 |
| 3.2. Abstract                                                                                                                                                                                                                                                | 54 |
| 3.3 Introdução                                                                                                                                                                                                                                               | 55 |
| 3.4 Material e Método                                                                                                                                                                                                                                        | 57 |
| 3.4.1 Delineamento                                                                                                                                                                                                                                           | 57 |
| 3.4.2 Formação dos grupos                                                                                                                                                                                                                                    | 57 |



|                                             |    |
|---------------------------------------------|----|
| 3.4.3 Fabricação dos espécimes              | 58 |
| 3.4.4 Acabamento e tratamento de superfície | 58 |
| 3.4.5 Desafio Erosivo                       | 59 |
| 3.4.6 Variáveis de resposta                 | 60 |
| 3.4.7 Análise estatística                   | 61 |
| 3.5 Resultados                              | 61 |
| 3.5.1 Rugosidade                            | 61 |
| 3.5.2 Energia de superfície                 | 63 |
| 3.5.3 Microdureza                           | 65 |
| 3.5.4 Resistência à flexão                  | 67 |
| 3.5.5 Módulo de elasticidade                | 69 |
| 3.6 Discussão                               | 70 |
| 3.7 Conclusão                               | 72 |
| ANEXOS                                      | 76 |

## 1 INTRODUÇÃO GERAL\*

A utilização da tecnologia CAD/CAM (*computer aided-design/computer aided manufacturing*) na Odontologia, tem ganhado grande destaque e proporcionado melhorias significativas no processo de fabricação de restaurações indiretas, permitindo a produção de restaurações monolíticas em uma única sessão clínica. A automatização da elaboração das coroas protéticas, tornou o processo mais simples, rápido, menos oneroso, além de assegurar coroas com adaptação precisa e durável<sup>1-4</sup>. Atualmente, diferentes tipos de materiais restauradores estão disponíveis para esta tecnologia, dentre esses destacam-se as cerâmicas com matriz vítrea (feldspática, sintéticas (leucita, dissilicato de lítio e fluorapatita))<sup>2,3</sup>. Essas apresentam boas propriedades mecânicas, biológicas e estéticas, com grande aceitação entre os pacientes e cirurgões-dentistas<sup>1-8</sup>. Entretanto, apresentam baixa tenacidade à fratura, baixa resistência flexural, são friáveis, passíveis de trincas e fraturas<sup>1-3,5,8</sup>. Ainda, são de difícil reparo e em algumas situações, podem causar desgastes no dente antagonista<sup>3,8</sup>.

Com intuito de superar essas limitações foram desenvolvidos novos materiais, classificados como cerâmicas com matriz resinosa, sendo materiais híbridos com matriz orgânica (polímero) preenchida predominantemente de compostos inorgânicos refratários (partículas de cerâmica), podendo conter vidros, cerâmicas, porcelanas e vitrocerâmica<sup>2,9-16</sup>. São divididas em três subgrupos de acordo com a sua composição<sup>2</sup>: 1) resina nanocerâmica - formada pela combinação de resina composta e cerâmica, essa possui cerca de 71%-80% de seu peso de partículas inorgânica nanométricas de cerâmica (zircônia e sílica) ligadas a uma matriz orgânica de resina (UDMA, BisGMA, BisMEEP, DMA)<sup>2,4</sup>; 2) cerâmica infiltrada por polímero (PICN - polymer infiltrated ceramic network) - composto por duas redes interligadas: uma cerâmica feldspática porosa (86% em peso e 75% em volume) reforçada com polímero (14% em peso e 25% em volume) à base de dimetacrilatos (UDMA e TEGDMA 2,9 e 3) cerâmica de zircônia e sílica em uma matriz interpenetrante de resina - é uma cerâmica composta por 61% de sílica em pó e silicato de zircônio e uma matriz de resina composta (UDMA, TEGDMA)<sup>2</sup>. Esses materiais híbridos foram desenvolvidos para associar as características vantajosas das cerâmicas (biocompatibilidade, alta estética, resistência ao desgaste e estabilidade de cor) com as dos polímeros (facilidade de polimento, viscoelasticidade, melhores propriedades de flexão e baixa abrasividade/menor desgaste do dente antagonista)<sup>2,10-14</sup>. Ainda, estes materiais apresentam propriedades físicas mais próximas

---

\* Lista das referências citadas Anexo A

aos dentes naturais quando comparado com cerâmicas tradicionais, por incorporar as propriedades de deformação elástica dos polímeros, que possuem módulo de elasticidade similar ao da dentina (quanto maior a deformação do material, melhor a absorção das tensões) e, assim, aumentam sua resistência quando as forças de mastigação são aplicadas sobre a coroa protética<sup>9,10</sup>. Além disso, são mais fáceis de fresar, ajustar, reparar e eliminam a fase de cristalização<sup>2,10</sup>. Entretanto, não há um consenso na literatura qual desses materiais híbridos apresenta melhor comportamento físico-mecânico quando aplicado às reabilitações em longo prazo.

Para confecção de coroas protéticas pelo sistema CAD/CAM, estes materiais passam por um processo de fresagem com brocas diamantadas e posteriormente, acabamento (seguindo recomendações do fabricante). A fresagem causa ranhuras na superfície do material, deixando-a áspera e rugosa e, fazendo obrigatório pós-fresagem a aplicação de glaze ou polimento mecânico para obtenção de uma superfície lisa e brilhante<sup>5-7</sup>. O adequado acabamento e polimento das restaurações cerâmicas têm influência em suas propriedades mecânicas e ópticas, pois superfícies ásperas/rugosas estão diretamente relacionadas com maior risco de acúmulo de biofilme, doença periodontal, cárie secundária e pigmentação<sup>1,4-7,11,12,15,17-19</sup>. Em relação as propriedades mecânicas, superfícies rugosas reduzem a resistência mecânica dos materiais restauradores (ocasiona a criação e propagação de microfissuras) aumentando a risco de fratura ou lascamento<sup>19</sup>.

O acabamento superficial das cerâmicas, geralmente é realizado por glazeamento<sup>20</sup>, entretanto, devido a grande proporção de matriz de resina presente nesses materiais híbridos, esses não podem ser submetidos ao processo de queima do glaze em alta temperatura<sup>6,11,12,18</sup>. Portanto, estes materiais são polidos mecanicamente com borrachas manuais, usando ou não pastas de polimento<sup>6,18</sup>; ou pela aplicação de selantes (glaze fotopolimerizável)<sup>11,18,21</sup>. Esses selantes são materiais feitos de resinas fluídas com pouca ou nenhuma carga, os quais oferecem preenchimento de irregularidades (microfissuras e microdefeitos), promovem melhor vedação marginal e, conseqüentemente, reduzem as microinfiltrações<sup>11,13,22</sup>.

Os selantes de superfície também estão sendo usados para preservar ou melhorar as propriedades mecânicas e estéticas dos materiais restauradores<sup>22</sup>. Assim, a aplicação dos selantes de superfície após a etapa de polimento foi recomendada para aumentar a longevidade das restaurações<sup>22,23</sup>. No entanto, informações sobre a eficácia de selantes de superfície quando usado em cerâmicas com matriz resinosa ainda são escassas<sup>11</sup>. Além disso, a eficácia dos selantes em melhorar a qualidade das superfícies dos materiais restauradores a longo prazo ainda é controversa, uma vez que foram relatos problemas, como a formação de camada não

uniforme, apresentando descolamento do material, criando assim textura rugosa<sup>23</sup>. Ainda, as variações de temperatura podem levar a formações de microfissuras e a remoção de partículas de superfície não aderidas dos selantes<sup>13</sup>.

Recentemente, a utilização de tratamento de superfície pela deposição de filmes por vapor químico melhorado por plasma (PECVD - *plasma enhanced chemical vapor deposition*) assistido por bombardeamento iônico vem se consagrando em diversas áreas da Odontologia<sup>14,24-27</sup>. Inclusive como alternativa para evitar o processo inevitável de degradação das resinas odontológicas, pois conseguem produzir filmes finos com diversos graus de hidrofilicidade<sup>26</sup>, além da produzir o vedamento de imperfeições superficiais como por exemplo, poros e trincas. Esse tratamento consiste na utilização de monômero de hexametildissiloxano (HMDSO) e de gases de argônio (Ar) e metano (CH<sub>4</sub>). Essa tecnologia também apresenta uma temperatura relativamente baixa, sendo adequada para uma modificação química da superfície sem causar danos ou alterações na estrutura do material tratado<sup>25</sup>. O Hexametildisiloxano (HMDSO) é comumente utilizado para essas situações, pois é de baixo custo e fácil aplicação<sup>27</sup>. O HMDSO é um monômero que produz finos filmes de organossilício (85% de hexametildisiloxano e 15% de argônio (30 min) com potencial de alta hidrofobicidade e com boa aderência em resinas acrílicas após sua deposição de baixa intensidade<sup>26</sup>. Em nosso estudo prévio<sup>26</sup> foi verificado que esse tratamento é capaz de blindar a degradação provocada pela saliva artificial e preservar a dureza Knoop (KHN) de dois tipos de resinas (acrílica e composta) testadas após imersão (7, 15 e 30 dias em saliva artificial a 37°C). Ainda, foi observado uma diminuição na energia de superfície após o tratamento com PECVD em superfícies de resinas acrílicas e resinas compostas, esse resultado foi atribuído aos finos filmes de PECVD, que reduziram as forças eletrostáticas, preservaram a integridade da superfície de ambas as resinas e diminuíram sua degradação.

Acreditamos que os mesmos produzirão efeitos similares sobre a superfície das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM, devido a semelhança da composição destes com a resina composta. Contudo, apesar de resultados promissores obtidos com PECVD, poucos estudos na área odontológica foram realizados com este tipo de tratamento e, até o presente momento, não existe nenhum estudo que avalia a influência da deposição de filmes HMDSO sobre a degradação das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM.

Apesar das excelentes propriedades mecânicas e estéticas das cerâmicas atuais, estas estão sujeitas a degradação de suas propriedades quando expostas na cavidade oral ao longo do tempo. Vários fatores podem afetar as cerâmicas tais como, umidade, variação da temperatura, força mastigatória, hábitos parafuncionais dieta (principalmente a ingestão de bebidas corantes

ou pH ácido), agentes higiênicos e hábitos como tabagismo<sup>1,8,15,28,29</sup>. A termociclagem (TC) é um método *in vitro* para simulação do envelhecimento fisiológico dos materiais no meio bucal, amplamente utilizado onde os espécimes são submetidos a diversos ciclos de imersão em água com alta e baixa temperatura<sup>24</sup>.

Atualmente, as causas e os efeitos da erosão ácida provocada pelo ácido gástrico sobre as restaurações cerâmicas se tornaram um tema de grande interesse na Odontologia mundial<sup>1,19,30-32</sup>. O ácido gástrico é composto principalmente de ácido clorídrico (HCl), tem um pH extremamente baixo ( $\leq 2.0$ ), capacidade erosiva significativamente maior do que os ácidos da dieta e, portanto, apresenta nível de destruição mais grave<sup>19,31</sup>. Tanto a doença do refluxo gastroesofágico (DRGE), quanto os transtornos alimentares, como anorexia e bulimia nervosa, causam acúmulo de ácido gástrico na cavidade oral por períodos variáveis de tempo, levando a efeitos destrutivos na dentição<sup>30</sup>. A reabilitação protética nesses casos pode ser bastante desafiadora, já que, os materiais restauradores cerâmicos também sofrem erosão pela exposição ao ácido clorídrico, causando a lixiviação íons alcalinos<sup>31</sup> e dissolução da matriz cristalina e resinosa<sup>32</sup>, o que pode aumentar a rugosidade da superfície e, conseqüentemente, causar todos os problemas citados anteriormente.

## ANEXOS

### ANEXO A – REFÊNCIAS DA INTRODUÇÃO GERAL

1. Cruz MEM, Simões R, Martins SB, Trindade FZ, Dovigo LN, Fonseca RG. Influence of simulated gastric juice on surface characteristics of CAD-CAM monolithic materials. *J Prosthet Dent*. 2020;123(3):483-90.
2. Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NRFA, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont*. 2015;28(3):227–35.
3. Yin R, Jang YS, Lee MH, Bae TS. Comparative evaluation of mechanical properties and wear ability of five CAD/CAM dental blocks. *Materials*. 2019;12(14):2252.
4. Stamenković DD, Tango RN, Todorović A, Karasan D, Sailer I, Paravina RD. Staining and aging-dependent changes in color of CAD-CAM materials. *J Prosthet Dent*. 2021;126(5):672-8.
5. Alao AR, Stoll R, Zhang Y, Yin L. Influence of CAD/CAM milling, sintering and surface treatments on the fatigue behavior of lithium disilicate glass ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2021;113:10413.
6. Kurt M, Bankoğlu Güngör M, Karakoca Nemli S, Turhan Bal B. Effects of glazing methods on the optical and surface properties of silicate ceramics. *J Prosthodont Res*. 2020;64(2):202-209.
7. Kanat-Ertürk B. Color stability of CAD/CAM ceramics prepared with different surface finishing procedures. *J Prosthodont*. 2020;29(2):166-172.
8. Al-Thobity AM, Gad MM, Farooq I, Alshahrani AS, Al-Dulaijan YA. Acid Effects on the physical properties of different CAD/CAM ceramic materials: an in vitro analysis. *J Prosthodont*. 2021;30(2):135-141.
9. El Zhawi H, Kaizer MR, Chughtai A, Moraes RR, Zhang Y. Polymer infiltrated ceramic network structures for resistance to fatigue fracture and wear. *Dent Mater*. 2016;32(11):1352-1361.

10. Tabata LF, de Lima Silva TA, de Paula Silveira AC, Ribeiro APD. Marginal and internal fit of CAD-CAM composite resin and ceramic crowns before and after internal adjustment. *J Prosthet Dent.* 2020;123(3):500-5.
11. Çakmak G, Subaşı MG, Yilmaz B. Effect of thermocycling on the surface properties of resin- matrix CAD-CAM ceramics after different surface treatments. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2021;117:104401.
12. Tribst JPM, Dal Piva AMO, Werner A, Anami LC, Bottino MA, Kleverlaan CJ. Durability of staining and glazing on a hybrid ceramics after the three-body wear. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020;109:103856.
13. Dede DÖ, Şahin O, Koroglu A, Yilmaz B. Effect of sealant agents on the color stability and surface roughness of nanohybrid composite resins. *J Prosthet Dent.* 2016;116(1):119-128.
14. Castro EF, Azevedo VLB, Nima G, Andrade OS, Dias CTDS, Giannini M. Adhesion, mechanical properties, and microstructure of resin-matrix CAD-CAM ceramics. *J Adhes Dent.* 2020;22(4):421-431.
15. Acar O, Yilmaz B, Altintas SH, Chandrasekaran I, Johnston WM. Color stainability of CAD/CAM and nanocomposite resin materials. *J Prosthet Dent.* 2016;115(1):71-75.
16. Nishitani Shibusaki PA, Cavalli V, Oliveira MC, Barbosa JP, Gomes Boriollo MF, Marcondes Martins LR. Influence of surface treatment on the physical properties and biofilm formation of zirconia-reinforced lithium silicate ceramics: in vitro trial. *Int J Prosthodont.* 2021 Mar 3. doi: 10.11607/ijp.7192.
17. Dal Piva A, Contreras L, Ribeiro FC, Anami LC, Camargo S, Jorge A, Bottino MA. Monolithic ceramics: effect of finishing techniques on surface properties, bacterial adhesion and cell viability. *Oper Dent.* 2018;43(3):315-325.
18. Tekçe N, Pala K, Tuncer S, Demirci M. The effect of surface sealant application and accelerated aging on posterior restorative surfaces: An SEM and AFM study. *Dent Mater J.* 2017;36(2):182-189.
19. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Shahramian K, Hupa L, Donovan TE, Vallittu P, Närhi TO. Impact of gastric acidic challenge on surface topography and optical properties of monolithic zirconia. *Dent Mater.* 2015;31(12):1445-1452.

20. Kilinc H, Turgut S. Optical behaviors of esthetic CAD-CAM restorations after different surface finishing and polishing procedures and UV aging: An in vitro study. *J Prosthet Dent.* 2018;120(1):107-113.
21. AlBin-Ameer MA, Alsrheed MY, Aldukhi IA, Matin A, Khan SQ, Abualsaud R, Gad MM. Effect of protective coating on surface properties and candida albicans adhesion to denture base materials. *J Prosthodont.* 2020;29(1):80-86.
22. Gurbuz O, Cilingir A, Dikmen B, Ozsoy A, Mert Eren M. Effect of surface sealant on the surface roughness of different composites and evaluation of their microhardness. *Eur Oral Res.* 2020;54(1):1-8.
23. Koroğlu A, Şahin O, Dede DÖ, Deniz ŞT, Karacan Sever N, Özkan S. Efficacy of denture cleaners on the surface roughness and Candida albicans adherence of sealant agent coupled denture base materials. *Dent Mater J.* 2016;35(5):810-816.
24. Bitencourt SB, Piacenza LT, Souza JPDV, da Silva EVF, Rangel EC, Barão VAR, Goiato MC, Dos Santos DM. The effect of different plasma treatments on the surface properties and bond strength between lithium disilicate and resin cement. *J Adhes Dent.* 2020; 22(5):531-538.
25. Adımcı P, İbiş F, Ercan UK, Bagis B. Evaluation of effects of non-thermal plasma treatment on surface properties of CAD/CAM materials. *Journal of Adhesion Science and Technology.* 2019;33:35-49.
26. Santos D, Vechiato-Filho A, Pesqueira A, Guiotti A, Rangel E, da Cruz N, Goiato M. Effect of nonthermal plasma treatment on the surface of dental resins immersed in artificial saliva. *Journal of Polymer Engineering.* 2016;36(8): 785-793.
27. Vechiato Filho AJ, dos Santos DM, Goiato MC, de Medeiros RA, Moreno A, Bonatto Lda R, Rangel EC. Surface characterization of lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. *J Prosthet Dent.* 2014;112(5):1156-1163.
28. Koçak EF, Ekren O, Johnston WM, Uçar Y. Analysis of color differences in stained contemporary esthetic dental materials. *J Prosthet Dent.* 2021;126(3):438-45.
29. Quek SHQ, Yap AUJ, Rosa V, Tan KBC, Teoh KH. Effect of staining beverages on color and translucency of CAD/CAM composites. *J Esthet Restor Dent.* 2018;30(2):9-17.



30. Kulkarni A, Rothrock J, Thompson J. Impact of gastric acid induced surface changes on mechanical behavior and optical characteristics of dental ceramics. *J Prosthodont.* 2020;29(3):207-218.
31. Alnasser M, Finkelman M, Papathanasiou A, Suzuki M, Ghaffari R, Ali A. Effect of acidic pH on surface roughness of esthetic dental materials. *J Prosthet Dent.* 2019;122(6):567.e1-8.
32. Harryparsad A, Dullabh H, Sykes L, Herbst D. The effects of hydrochloric acid on all-ceramic restorative materials: an in-vitro study. *SADJ.* 2014;69(3):106-111.