



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. Aldiéris 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 n° 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 n° 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 envelhecimento 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 (ρ) 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 (σ) 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 (μm) 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 (μm) 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 (μm) 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 (μm) 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 (μm) 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 (μm) 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 durável¹⁻⁴. 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))^{2,3}. Essas apresentam boas propriedades mecânicas, biológicas e estéticas, com grande aceitação entre os pacientes e cirurgiões-dentistas¹⁻⁸. Entretanto, apresentam baixa tenacidade à fratura, baixa resistência flexural, são friáveis, passíveis de trincas e fraturas^{1-3,5,8}. Ainda, são de difícil reparo e em algumas situações, podem causar desgastes no dente antagonista^{3,8}.

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^{2,9-16}. São divididas em três subgrupos de acordo com a sua composição²: 1) resina nanocerâmica - formada pela combinação de resina composta e cerâmica, essa possui cerca de 71%-80% de seu peso de partículas inorgânicas nanométricas de cerâmica (zircônia e sílica) ligadas a uma matriz orgânica de resina (UDMA, BisGMA, BisMEEP, DMA)^{2,4}; 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)². 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)^{2,10-14}. 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^{9,10}. Além disso, são mais fáceis de fresar, ajustar, reparar e eliminam a fase de cristalização^{2,10}. 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 brilhante⁵⁻⁷. 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^{1,4-7,11,12,15,17-19}. 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 lascamento¹⁹.

O acabamento superficial das cerâmicas, geralmente é realizado por glazeamento²⁰, 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^{6,11,12,18}. Portanto, estes materiais são polidos mecanicamente com borrachas manuais, usando ou não pastas de polimento^{6,18}; ou pela aplicação de selantes (glaze fotopolimerizável)^{11,18,21}. 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^{11,13,22}.

Os selantes de superfície também estão sendo usados para preservar ou melhorar as propriedades mecânicas e estéticas dos materiais restauradores²². Assim, a aplicação dos selantes de superfície após a etapa de polimento foi recomendada para aumentar a longevidade das restaurações^{22,23}. No entanto, informações sobre a eficácia de selantes de superfície quando usado em cerâmicas com matriz resinosa ainda são escassas¹¹. 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 rugosa²³. Ainda, as variações de temperatura podem levar a formações de microfissuras e a remoção de partículas de superfície não aderidas dos selantes¹³.

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^{14,24-27}. Inclusive como alternativa para evitar o processo inevitável de degradação das resinas odontológicas, pois conseguem produzir filmes finos com diversos graus de hidrofiliabilidade²⁶, além de 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 (CH₄). 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 tratado²⁵. O Hexametildissiloxano (HMDSO) é comumente utilizado para essas situações, pois é de baixo custo e fácil aplicação²⁷. O HMDSO é um monômero que produz finos filmes de organossilício (85% de hexametildissiloxano e 15% de argônio (30 min) com potencial de alta hidrofobicidade e com boa aderência em resinas acrílicas após sua deposição de baixa intensidade²⁶. Em nosso estudo prévio²⁶ 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^{1,8,15,28,29}. 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 temperatura²⁴.

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^{1,19,30-32}. O ácido gástrico é composto principalmente de ácido clorídrico (HCl), tem um pH extremamente baixo (≤ 2.0), capacidade erosiva significativamente maior do que os ácidos da dieta e, portanto, apresenta nível de destruição mais grave^{19,31}. 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 dentição³⁰. 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 alcalinos³¹ e dissolução da matriz cristalina e resinosa³², o que pode aumentar a rugosidade da superfície e, conseqüentemente, causar todos os problemas citados anteriormente.

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[†]

2.1 Resumo

Objetivo: Avaliar as características estruturais e mecânicas de 03 cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM, após diferentes protocolos de polimento (polimento mecânico ou selante de superfícies fotopolimerizável, associados ou não a deposição de filme por PECVD (*plasma-enhanced chemical vapor deposition*) após termociclagem.

Métodos: Foram confeccionados 116 espécimes de cada cerâmica, divididos em grupos de acordo com o protocolos de polimento realizado em: 1) polimento mecânico (PM) - realizado 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 foram tratadas pela deposição de filmes de PECVD e 4) selante fotopolimerizável Palaseal (SP) + deposição de filme por PECVD (SP+ PECVD). Os espécimes foram submetidos a 30.000 ciclos de termociclagem, variando a temperatura entre 5 e 55°C por 30 segundos. As variáveis de resposta foram: análises estruturais (rugosidade superficial (Ra), energia livre de superfície, e análises mecânicas (microdureza vickers (HV), resistência à flexão (ρ) e módulo de elasticidade (ME)). Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística ANOVA (3 fatores) e o teste pairwise foi utilizado para comparação múltipla entre os grupos, com nível de significância de 5%.

Resultados: 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 PECDV em ambos os polimentos (ceramisté ou palaseal), independentemente do tipo de cerâmica, não havendo diferença entre eles ($P > 0.05$). O selante

[†] Este capítulo está apresentado em formato de artigo e de acordo com as normas do periódico “Dental Materials” – Qualis A1 – Fator de Impacto: 5.304 – <https://www.elsevier.com/journals/dental-materials/0109-5641/guide-for-authors>

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.

Conclusão: A aplicação de filme por vapor químico melhorado por plasma foi benéfica na rugosidade, energia de superfície, microdureza, resistência à flexão das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM.

Palavras-chaves: Cerâmica; Plasma não térmico; Tratamento da superfície; CAD/CAM.

2.2 Abstract

Objective: To evaluate the structural and mechanical characteristics of 03 resin matrix ceramics for CAD/CAM, after different polishing protocols (mechanical polishing or light-cured surface sealant, associated or not with film deposition by PECVD (plasma-enhanced chemical vapor deposition) after thermocycling.

Methods: 116 specimens of each ceramic were made, divided into groups according to the polishing protocols performed in: 1) mechanical polishing (PM) - performed with 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) + PECVD film deposition (PM+ PECVD) - after PM, specimen surfaces were treated by PECVD film deposition and 4) Palaseal light curing sealant (SP) + PECVD film deposition (SP+ PECVD). The specimens were subjected to 30,000 thermocycling cycles, varying the temperature between 5 and 55°C for 30 seconds. The response variables were: structural analyzes (surface roughness (Ra), surface free energy, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS) and atomic force microscopy (MFA)) and mechanical analyzes (Vickers microhardness (HV), flexural strength (ρ) and modulus of elasticity (ME)). The data obtained were submitted to ANOVA (3-way) statistical analysis and the pairwise test was used for multiple comparison between groups, with a significance level of 5%.

Results: Polishing with palaseal (with or without PECVD) showed the lowest Ra values, regardless of the type of ceramic. There was a significant reduction in surface free energy after treatment with PECDV in both polishes (ceramisté or palaseal), regardless of the type of

ceramic, with no difference between them ($P>0.05$). Sealant significantly reduced microhardness on all ceramics that received sealant compared to ceramisté polishing ($P<0.05$). Shofu ceramics showed the highest flexural strength values, regardless of the surface treatment. Thermocycling negatively influenced the structural properties of resin matrix ceramics for CAD/CAM.

Conclusion: Application of plasma-enhanced chemical vapor film was beneficial in roughness, surface energy, microhardness, flexural strength of resin matrix ceramics for CAD/CAM.

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

2.3 Introdução

As cerâmicas odontológicas têm sido utilizada como uma das principais opção de tratamento em reabilitações orais, devido suas excelentes propriedades que se assemelham à estrutura dentária, além de serem os materiais restauradores com melhores propriedades físicas, ópticas e mecânicas¹⁻³. A introdução da tecnologia de desenho auxiliado por computador/fabricação auxiliada por computador (CAD/CAM) na odontologia, facilitou a fabricação das peças cerâmicas, possibilitando a confecção em sessão única com excelente precisão e menor custo^{4,5}. Os diferentes tipos de cerâmicas fabricadas pelo CAD/CAM, são classificadas conforme sua composição em: Vítreas (feldspática, leucita, dissilicato de lítio, e fluorapatita); Policristalinas (alumina e zircônia); e híbridas (nano cerâmica, infiltrada por polímero e resinas infiltrada por zircônia)^{1,4,5}.

As cerâmicas híbridas surgiram com o intuito de suprir as deficiências nas vítreas e policristalinas, sendo altamente estéticas e resistentes, apresentando uma matriz resinosa (polímero) preenchida com compostos inorgânicos refratários (partículas de cerâmica)^{4,6}. Devido sua composição, o tratamento de superfície químico com glaze, utilizado nas outras cerâmicas, não apresenta ser adequado para as cerâmicas híbridas, pois a queima do glaze é realizada em forno com alta temperatura^{7,8}. Diante disso, para essas cerâmicas vêm sendo utilizados o tratamento de superfície com os kits de polimento para consultório (*chairside polishing*), que consiste numa sequência de polimento, com o uso de pontas de borracha diamantadas, as quais realizam os ajustes oclusais com um desgaste mínimo, além disso, proporcionam polimento final satisfatório da restauração^{8,9}. Mais recentemente, a aplicação dos

selantes de superfície após a etapa de polimento vem sendo recomendada para aumentar a longevidade das restaurações^{10,11}. No entanto, informações sobre a eficácia de selantes de superfície quando usado em cerâmicas com matriz resinosa ainda são escassas¹².

Outro tratamento de superfície atual e promissor é a deposição de filmes por vapor químico melhorado por plasma (PECVD - *plasma enhanced chemical vapor deposition*) assistido por bombardeamento iônico que vem sendo utilizado em diversas áreas da odontologia¹³⁻¹⁷. O plasma é um tipo de gás que foi parcial ou totalmente ionizado com um número aproximadamente igual de partículas carregadas positivamente e negativamente que bombardeiam a superfície alvo e transferem energia para ela, gerando grupos funcionais e ativando a superfície produzindo filmes finos com diversos graus de hidrofobicidade¹⁶. O Hexametildisiloxano (HMDSO) é comumente utilizado para essas situações, pois é de baixo custo e fácil aplicação, além de reduzir as forças eletrostáticas da superfície e, conseqüentemente, diminuir a degradação, influenciando diretamente na longevidade da cerâmica^{16,17}.

O sucesso e a longevidade das cerâmicas odontológicas são determinados por suas propriedades físicas, principalmente quanto ao comportamento estrutural químico e propriedades mecânicas¹⁶⁻¹⁸. A rugosidade é uma das propriedades críticas da peça protética, sendo que superfície porosas aumentam os riscos de acúmulo de biofilme, doença periodontal, cárie secundária e pigmentação^{1,4-7,11,12,15,17-19}. Ainda, reduzem a resistência mecânica dos materiais restauradores (ocasiona a criação e propagação de microfissuras) aumentando o risco de fratura ou lascamento^{6,19}. A energia de superfície e a hidrofobicidade são indicadores da capacidade da saliva e de outros líquidos de se espalharem facilmente, refletindo a capacidade de permitir ou prevenir a aderência de fluidos e microrganismos, e se alterados propiciam uma forte adesão bacteriana, dificultando a higienização pelo paciente²⁰. A dureza do material determina sua resistência ao desgaste e ranhuras²¹, sendo que cerâmicas muito rígidas proporcionam maior desgaste abrasivo nos dentes/restaurações antagonistas^{6,19}. As cerâmicas devem apresentar alta resistência à flexão e alto módulo de elasticidade, pois durante a mastigação são submetidas a repetidas forças de flexão que induzem tensões internas, e conseqüentemente, ao longo do tempo causam falha por fadiga^{22,23}.

Diante disso, o objetivo desse estudo *in vitro* foi avaliar as características estruturais (rugosidade, energia de superfície e microdureza) e mecânicas (resistência à flexão e módulo de elasticidade) 03 cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM, uma resina nano cerâmica (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 (kit de polimento mecânico Ceramisté (Shofu) ou selante de superfícies fotopolimerizável (Palaseal - kulzer), associados ou não a deposição de filme por PECVD (*plasma-enhanced chemical vapor deposition*), após 30.000 ciclos de termociclagem, variando a temperatura entre 5 e 55°C por 30 segundos. A hipótese nula deste estudo foi de que não haverá alteração nas propriedades avaliadas, independente da cerâmica, tratamento de superfície e termociclagem.

2.4 Material e Método

2.4.1 Delineamento

O delineamento experimental do estudo encontra-se demonstrado na Figura 1.

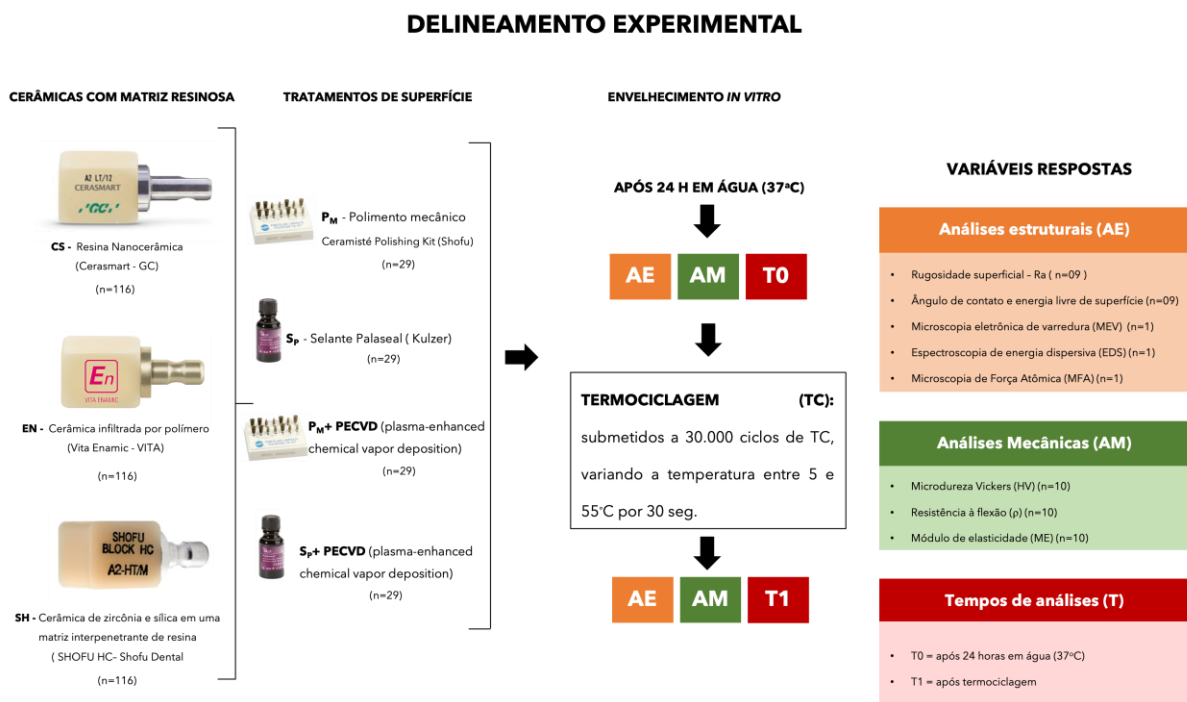


Fig.1. Delineamento experimental contendo material, tratamentos de superfícies, termociclagem, distribuição, número dos espécimes, respostas e tempos das análises a serem realizados.

2.4.2 Formação dos grupos

As cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM que foram utilizadas estão descritas na Tabela 1. No total foram confeccionados 708 espécimes, sendo 236 espécimes para cada

cerâmica testada. Esses foram divididos em grupos de acordo com os tratamentos de superfície, envelhecimentos e análises realizadas, conforme o delineamento experimental (Figura 1).

Tabela 1 Nome comercial, composição e fabricante das cerâmicas que serão utilizadas.

Cerâmicas	Composição	Fabricante
CS - Resina nanocerâmica (Cerasmart)	71% de nanopartículas de sílica e bário unida a 29% de matriz resinosa (BisMEPP, UDMA, DMA)	GC, Dental Products
VE - Cerâmica infiltrada por polímero (VITA Enamic)	Peso é de 86 % em peso da cerâmica (SiO ₂ ; Al ₂ O ₃ ; Na ₂ O; K ₂ O; Br ₂ O ₃ ; ZrO ₂ ; Ca) e 14% de polímero UDMA, BisGMA e TEGDMA	VITA Zahnfabrik
SL - Silicato de lítio reforçada por zircônia (SHOFU HC)	61% de sílica em pó e silicato de zircônio e uma matriz de resina composta (UDMA, TEGDMA)	SHOFU

2.4.3 Fabricação dos espécimes

Para cada cerâmica (Tabela 1), os espécimes foram confeccionados nas dimensões específicas para cada análise realizada. Para as análises estruturais foram 116 espécimes quadrados com dimensões de 5x5x1,5 mm. Para análises mecânicas foram 120 espécimes retangulares com dimensões 12x4x3 mm. Todos os espécimes foram seccionados com disco diamantado em baixa rotação (300 rpm), sob irrigação abundante e carga de 300g/f em cortadeira metalográfica (Isomet® 1000, Buehler, Illinois, USA). As dimensões finais foram mensuradas com paquímetro digital (Paquímetro Digital Digimatic, Mitutoyo Sul Americana Ltda, Santo Amaro, SP, Brasil).

2.4.4 Acabamento e tratamento de superfície

Inicialmente, os espécimes foram regularizados com lixas abrasivas de carbureto de silício de 320-Grit (Carbimet Paper Discs; Buehler, IL, EUA), em seguida, foram pré-polidos com lixas abrasivas de carbureto de silício de 600-Grit (Carbimet Paper Discs; Buehler, IL, EUA) em politriz (Arotec Ind. Com., São Paulo, Brasil), sob resfriamento contínuo, para obter superfície plana. Na sequência, os espécimes foram lavados em cuba ultrassônica com água por 10 min e secos por meio de jatos de ar. Em seguida, os espécimes foram divididos de acordo com os tratamentos de superfície realizados em:

2.4.4.1 Polimento mecânico (PM) - Foi realizado o polimento mecânico com kit Ceramisté (SHOFU, Kyoto, Japão) composto por 3 pontas: CERAMISTÉ STANDART para pré-polimento; CERAMISTÉ ULTRA para polimento; CERAMISTÉ ULTRA II para polimento de alto brilho. O polimento foi de 15 segundos em uma direção e 15 segundos à 90 graus da primeira direção utilizada, será utilizado um contra-ângulo de baixa rotação de 8000 rpm.

2.4.4.2 Selante fotopolimerizável Palaseal (SP) - Foi aplicada uma fina camada de selante Palaseal (Heraeus Kulzer) com pincel fino e macio em uma direção única com toque suave, para que apenas uma camada fina fique sobre os espécimes. Depois, foi aguardado o tempo de 20 segundos para o início de uma fotopolimerização com lâmpada de LED (Bluephase N, Ivoclar Vivadent) por 90 segundos a uma curta distância (0-2mm).

2.4.4.3 Polimento mecânico (PM) + deposição de filme por PECVD (PM+ PECVD) – após PM conforme descrito no item 2.4.4.1, as superfícies dos espécimes desse grupo foram tratadas pela deposição de filmes de PECVD (deposição de vapor químico aprimorada por plasma) usando um reator de aço desenvolvido no Laboratório de Plasmas Tecnológicos (LaPTec, Instituto de Ciência e Tecnologia - ICT/UNESP, Sorocaba, Brasil). Inicialmente, foi realizada a limpeza das amostras com gases de argônio durante 10 minutos, previamente à aplicação do PECVD. Essa limpeza foi realizada com pressão total de trabalho de 20 Pa de Ar, com 70W de potência de sinal de radiofrequência de 13.56 MHz aplicado no eletrodo inferior, enquanto o superior permanecerá aterrado. A aplicação do PECVD foi realizada com a mistura de /5% HMDSO e 15% de Ar, com 250 W de potência de sinal de radiofrequência de 13.56 MHz, sendo aplicada no aplicador superior. O eletrodo inferior recebeu pulsos de 500 V negativos por meio de um autotransformador (Variac) durante todo o processo. A pressão total de trabalho foi mantida constante a 9.2 Pa durante os 30 minutos de deposição. Após esse período, o gás de HMDSO foram interrompidos e apenas o argônio mantido no reator durante 8 minutos, mantendo-se todas as condições²⁶⁻²⁷.

2.4.4.4 Selante Palaseal (SP) + deposição de filme por PECVD (SP+ PECVD) – aplicação de selante Palaseal seguida da deposição de plasma conforme sentida anteriormente.

2.4.5 Termociclagem

As amostras foram armazenadas em água destilada em uma estufa (Equipamentos Científicos; Cienlab) a $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ durante 24h, antes dos primeiros testes, sendo este tempo considerado T0. Após as análises iniciais todas as amostras foram submetidas a termociclagem (Modelo MSCT-3, Convel) em água destilada com banhos alternados de 30 segundos à temperatura de $5 \pm 1^{\circ}\text{C}$ e $55 \pm 1^{\circ}\text{C}$ (70s por ciclo; tempo de permanência: 30s; tempo de transferência: 5s) em 30.000 ciclos, representando 3 anos de exposição na cavidade bucal.

2.4.6 Variáveis de resposta

CARACTERÍSTICAS ESTRUTURAIS

2.4.6.1 A rugosidade de superfície (R_a - média aritmética da rugosidade de superfície) foi determinada por meio de um rugosímetro portátil (SJ-310-4, Mitutoyo Sul Americana Ltda, Santo Amaro, SP, Brasil). Foram realizadas três mensurações (centro, direita e esquerda ao centro) em cada espécime. Os seguintes parâmetros foram utilizados: cut-off de 0.25mm a uma velocidade de 0.05mm/s durante 12 segundos. Os valores originais foram em Angström (Å) e transformados para a escala nanométrica (nm).

2.4.6.2 A energia de superfície foi analisada por meio de um goniômetro digital de dispensador automático Drop Shape Analysis System DSA100E (Krüss GmbH, Hamburgo, Alemanha). A hidrofobicidade de cada amostra foi avaliada através da média de cinco medições do ângulo de contato (θ) entre a linha contínua da amostra e a tangente de uma gota d'água destilada de 20 μl aplicada automaticamente pelo goniômetro e calculada pelo software Drop Shape Analysis 1.51 (Krüss GmbH). Para determinar a energia livre de superfície (mJ/m^2), medições adicionais do ângulo de contato foram realizadas com gotículas de diiodometano, sendo então determinada pela medição do ângulo de contato da água e do diiodometano, através do método Owens-Wendt definido no software Drop Shape Analysis 1.51.

2.4.6.3 A microdureza superficial foi avaliada com um microdurômetro (HMV-2T; Shimadzu Corp) equipado com um diamante Vickers (HV). Três marcações foram realizadas em cada amostra com distâncias de 100 µm com uma carga vertical estática de 20N por 20 segundos. Um único operador mediu a maior diagonal de cada marcação, e a média das 3 medições foi definida como o valor de microdureza (HV, Kgf/mm²) da amostra.

CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS

2.4.6.4 A resistência à flexão e o módulo de elasticidade foram testados através de um teste de flexão de 3 pontos em uma máquina de teste universal (EMIC, São José dos Pinhais, SP, Brasil). As amostras foram posicionadas em vigas de suporte circulares com vão de 10 mm de comprimento. Uma célula de carga de 200 kg/F foi utilizada para aplicação de carga constante no centro da amostra a uma velocidade de cruzeta de 5 mm/min até a fratura. O momento da fratura foi designado como o momento em que a carga aplicada caiu a zero. Os dados foram registrados por meio de um programa de software (Tesc; Intermetric Ltd). A resistência à flexão e o módulo de elasticidade foram então calculados a partir das seguintes equações:

(1)

$$\text{Resistência à Flexão (Mpa)} = 3Fl/2bh^2$$

(2)

$$\text{Módulo de elasticidade (Mpa)} = Fl^3/4bh^3d$$

onde F é a carga máxima, l é a distância entre os apoios, b é a largura, h é a altura, e d é a deflexão.

2.4.7 Análise estatística

As médias e desvio padrão das variáveis respostas foram analisados usando uma análise de variância (ANOVA) de 3 fatores com medidas repetidas. Após isso o teste pairwise foi utilizado para comparação múltipla entre os grupos. Todos os testes foram realizados com nível de significância de $p < 0.05$.

2.5 Resultados

2.5.1 Rugosidade

A ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas considerando a termociclagem como fator período (Tabela 2), mostrou que os principais fatores materiais ($F=267.973$; $P<0.0001$), Tratamento ($F=2365.731$; $P<0.0001$), Período ($F=319.558$; $P<0.0001$), e as interações material com tratamento ($F=56.949$; $P<0.0001$) e material com período ($F=6.598$; $P=0.002$), afetaram significativamente a rugosidade superficial.

Tabela 2 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas - para rugosidade superficial considerando a termociclagem como fator período.

Fonte	<i>df</i>	SS	MS	F	<i>P</i>
Material	2	0.065	0.033	267.973	<0.0001*
Tratamento	3	0.861	0.287	2365.731	<0.0001*
Material x tratamento	6	0.041	0.007	56.949	<0.0001*
Entre assuntos	108	0.013	0.000		
Período	1	0.025	0.025	319.558	<0.0001*
período x material	2	0.001	0.001	6.598	0.002*
Período x tratamento	3	0.000	0.000	01.633	0.186
Período x material x tratamento	6	0.001	0.000	1.981	0.075
dentro dos assuntos	108	0.008	0.000		

* $P < 0.05$ indica diferença estatisticamente significativa.

De acordo com os resultados do teste de comparação pairwise, independentemente do período avaliado, a deposição de PECVD reduziu a rugosidade do ceramisté em todos os

materiais ($P < 0.0001$). Por outro lado, o PECVD aumentou a rugosidade do Palaseal na Enamic, e não alterou os valores nos materiais Shofu ($p = 0.126$) e Cerasmart ($p = 0.334$). Em todos os materiais o polimento com palaseal (com ou sem PECVD) apresentaram menores valores de Ra, com diferença significativa com os respectivos grupos polidos com ceramisté ($p > 0.05$) (Tabela 3).

Tabela 3 Média \pm SD valores de rugosidade superficial (μm) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período de TC.

Tratamento de Superfície	Material		
	Enamic	Shofu	Cerasmart
Ceramisté	0.224 ± 0.017^{Aa}	0.190 ± 0.018^{Ab}	0.139 ± 0.014^{Ac}
Ceramisté + PECVD	0.167 ± 0.019^{Ba}	0.158 ± 0.014^{Bb}	0.120 ± 0.011^{Bc}
Palaseal	0.042 ± 0.014^{Db}	0.061 ± 0.017^{Ca}	0.038 ± 0.011^{Cb}
Palaseal + PECVD	0.057 ± 0.015^{Ca}	0.055 ± 0.011^{Ca}	0.042 ± 0.010^{Cb}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

Ao analisar a interação entre material e período de medição (Tabela 4), independente do tratamento de superfície, Cerasmart apresentou os menores valores de rugosidade, seguido de Shofu e Enamic em ambos os períodos (inicial ou TC) ($p < 0.01$). Além disso, o processo de termociclagem alterou estatisticamente a rugosidade da superfície para valores maiores quando comparados à medição inicial para todos os materiais ($p < 0.0001$).

Tabela 4 Valores médios \pm SD de rugosidade superficial (μm) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o período de termociclagem, independente do tratamento de superfície.

Período	Material		
	Enamic	Shofu	Cerasmart
Inicial	0.111 ± 0.077^{Ba}	0.105 ± 0.059^{Bb}	0.077 ± 0.046^{Bc}
TC	0.135 ± 0.078^{Aa}	0.127 ± 0.063^{Ab}	0.092 ± 0.047^{Ac}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

2.5.2 Energia de superfície

A ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas considerando a termociclagem como o fator período (Tabela 5), mostrou que os principais fatores materiais ($F=26.053$; $P<0.0001$), Tratamento ($F=293.449$; $P<0.0001$), Período ($F=131,705$; $P<0.0001$), e as interações do material com tratamento ($F=7.140$; $P<0.0001$) e período com tratamento ($F=13.692$; $P<0.0001$) afetaram significativamente a energia livre de superfície.

Tabela 5 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para energia livre de superfície considerando a termociclagem como o fator período.

Fonte	<i>df</i>	SS	MS	F	<i>P</i>
Material	2	659.000	329.500	26.053	<0.0001*
Tratamento	3	11134.020	3711.340	293.449	<0.0001*
Material x tratamento	6	541.790	90.298	7.140	<0.0001*
Entre assuntos	108	659.000	12.647		
Período	1	1636.993	1636.993	131.705	<0.0001*
período x material	2	58.720	29.360	2.362	0.099
Período x tratamento	3	510.532	170.177	13.692	<0.0001*
Período x material x tratamento	6	44.518	7.42	0.597	0.732
dentro dos assuntos	108	1342.357	12.429		

* $P < 0.05$ indica diferença estatisticamente significativa.

O uso do PECDV tanto no ceramisté quanto com palaseal, independentemente do tipo de cerâmica, apresentou significativamente os menores valores de energia de superfície ($P<0.05$). Quanto aos tipos de tratamentos e cerâmicas, a enamic apresentou, significativamente, os menores valores de energia de superfície no ceramisté+PECDV e palaseal+PECDV, não havendo diferença entre eles ($P>0.05$) (Tabela 6).

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.

Tratamento de Superfície	Material		
	Enamic	Shofu	Cerasmart
Ceramisté	40.305 \pm 5.32 ^{Ab}	42.915 \pm 6.05 ^{Aa}	39.660 \pm 5.20 ^{Ab}
Ceramisté + PECVD	21.380 \pm 2.99 ^{Cc}	25.540 \pm 1.91 ^{Cb}	29.885 \pm 2.01 ^{Ca}
Palaseal	33.890 \pm 5.38 ^{Bb}	36.595 \pm 7.33 ^{Ba}	35.730 \pm 5.81 ^{Bab}
Palaseal + PECVD	21.785 \pm 2.35 ^{Cb}	25.360 \pm 3.20 ^{Ca}	26.975 \pm 4.49 ^{Da}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).
Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

Todas as cerâmicas tiveram um aumento significativo da energia de superfície após a TC ($P < 0.001$) (Tabela 7).

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.

Tratamento de Superfície	Período	
	Inicial	Termociclagem
Ceramisté	38.09 \pm 4.24 ^{Ab}	43.83 \pm 5.41 ^{Aa}
Ceramisté + PECVD	24.19 \pm 4.54 ^{Cb}	27.01 \pm 3.33 ^{Ca}
Palaseal	30.51 \pm 3.35 ^{Bb}	40.3 \pm 4.27 ^{Ba}
Palaseal + PECVD	23.43 \pm 3.84 ^{Cb}	25.98 \pm 3.89 ^{Ca}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).
Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

2.5.3 Microdureza

A ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas considerando a termociclagem como o fator período (Tabela 8), mostrou que os principais fatores materiais ($F=39807.413$; $P < 0.0001$), Tratamento ($F=359.478$; $P < 0.0001$), Período ($F=226.994$; $P < 0.0001$), e sua interação de três vias ($F=35.580$; $P < 0.0001$), afetaram significativamente a microdureza superficial.

Tabela 8 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para microdureza considerando a termociclagem como fator período.

Fonte	<i>df</i>	SS	MS	F	<i>P</i>
Material	2	771032.063	385516.032	39807.413	<0.0001*
Tratamento	3	10444.133	3481.378	359.478	<0.0001*
Material x tratamento	6	10443.267	1740.545	179.724	<0.0001*
Entre assuntos	108	1045.929	9.685		
Período	1	864.843	864.843	226.994	<0.0001*
período x material	2	252.508	126.254	33.138	<0.0001*
Período x tratamento	3	404.132	134.711	35.357	<0.0001*
Período x material x tratamento	6	813.366	135.561	35.580	<0.0001*
dentro dos assuntos	108	411.478	3.810		

* $P < 0.05$ indica diferença estatisticamente significativa.

De acordo com os resultados do teste de comparação pareada todas as cerâmicas tiveram uma diminuição significativa da dureza após a TC ($P < 0.001$), com exceção da cerâmica EN+PM ($P > 0.05$). Ao comparar os diferentes materiais cerâmicos (enamic vs. shofu vs. cerasmart) no mesmo período (inicial ou TC) e mesmo tratamento de superfície, observou-se que o Cerasmart apresentou os menores valores de dureza ($p < 0.0001$), seguido pelo Shofu ($p < 0.0001$) e Enamic ($p < 0.0001$). Quanto aos tipos de tratamento a cerâmica EN+ PM apresentou significativamente os maiores valores, ($P < 0.05$) a HC+PM+PECD, independente do tempo de envelhecimento, enquanto a CS+PM+PECDV apresentou significativamente os maiores valores de dureza no tempo inicial ($P < 0.05$), no entanto após TC o PM+PECVD não teve diferença quando comparado ao PM ($P > 0.05$) (Tabela 9).

Tabela 9 Média \pm SD valores de microdureza (μm) para cada material cerâmico, tratamento de superfície e período de avaliação (inicial e TC).

Tratamento de Superfície	Material					
	Enamic		Shofu		Cerasmart	
	Inicial	TC	Inicial	TC	Inicial	TC
Ceramisté	213.42 \pm 3.15 ^{Aa*}	214.66 \pm 4.03 ^{Aa*}	93.94 \pm 1.59 ^{Aa#}	90.49 \pm 1.22 ^{Ab#}	63.48 \pm 0.77 ^{Ba\$}	59.51 \pm 0.51 ^{Ab\$}
Ceramisté + PECVD	210.88 \pm 2.25 ^{Ba*}	199.73 \pm 1.22 ^{Bb*}	97.95 \pm 1.47 ^{Ba#}	87.25 \pm 0.95 ^{Bb#}	66.15 \pm 0.77 ^{Aa\$}	60.27 \pm 0.85 ^{Ab\$}
Palaseal	174.23 \pm 1.96 ^{Da*}	177.56 \pm 2.90 ^{Db*}	86.70 \pm 1.02 ^{Da#}	81.61 \pm 0.48 ^{Db#}	63.48 \pm 1.45 ^{Ba\$}	56.63 \pm 0.44 ^{Bb\$}
Palaseal + PECVD	182.75 \pm 1.73 ^{Ca*}	180.50 \pm 4.22 ^{Cb*}	88.80 \pm 1.05 ^{Ca#}	83.70 \pm 1.52 ^{Cb#}	60.52 \pm 1.34 ^{Ca\$}	57.66 \pm 0.61 ^{Bb\$}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha para o mesmo material (inicial vs. TC) ($p < 0,05$).

Diferentes símbolos sobrescritos mostram diferenças significativas dentro da mesma linha para o mesmo período (enamic vs. shofu vs. cerasmart) ($p < 0,05$).

2.5.4 Resistência à flexão

A ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas considerando a termociclagem como o fator período (Tabela 10), mostrou que o principal fator material ($F=134.220$; $P=<0.0001$) e as interações do material com o tratamento ($F=3.333$; $P=0.004$), e período com material ($F=5.826$; $P=0.003$) afetou significativamente a resistência à flexão.

Tabela 10 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para resistência à flexão considerando a termociclagem como fator período.

Fonte	df	SS	MS	F	P
Material	2	147516.240	73758.120	134.220	<0.0001*
Tratamento	3	294.016	98.005	0.178	0.911
Material x tratamento	1	1824.969	1824.969	3.321	0.070
Entre assuntos	6	10990.430	1831.738	3.333	0.004*
Período	2	6403.490	3201.745	5.826	0.003*
período x material	3	427.301	142.434	0.259	0.855
Período x tratamento	6	2382.286	397.048	0.723	0.632
Período x material x tratamento dentro dos assuntos	216	118698.994	549.532		

* $P < 0.05$ indica diferença estatisticamente significativa.

A cerâmica Cerasmart foi a única que diminuiu significativamente a resistência à flexão após a TC ($P < 0.05$) (Tabela 11).

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.

Material	Período	
	Inicial	Termociclagem
Enamic	128.97 \pm 14.89 ^{Ca}	129.55 \pm 21.74 ^{Ba}
Shofu	181.70 \pm 22.90 ^{Aa}	184.63 \pm 21.51 ^{Aa}
Cerasmart	142.03 \pm 26.46 ^{Ba}	121.97 \pm 31.99 ^{Bb}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

De acordo com os resultados do teste de comparação pareada a cerâmica shofu apresentou, significativamente, os maiores valores de resistência à flexão, independente do

envelhecimento ($P < 0.05$). A cerâmica Cerasmart não apresentou diferença significativa quanto ao tipo de tratamento de superfície ($P > 0.05$), enquanto a EM+ SP+PECVD apresentou o menor valor e a SH+SP+PECVD os maiores valores (Tabela 12).

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.

Tratamento de Superfície	Material		
	Enamic	Shofu	Cerasmart
Ceramisté	139.61 \pm 14.61 ^{Ab}	171.08 \pm 24.55 ^{Ba}	136.22 \pm 25.87 ^{Ab}
Ceramisté + PECVD	126.88 \pm 28.97 ^{ABb}	183.29 \pm 22.07 ^{ABa}	134.96 \pm 39.15 ^{Ab}
Palaseal	129.31 \pm 7.83 ^{ABb}	183.73 \pm 20.44 ^{ABa}	133.79 \pm 31.39 ^{Ab}
Palaseal + PECVD	121.23 \pm 11.19 ^{Bb}	194.56 \pm 15.40 ^{Aa}	123.01 \pm 25.64 ^{Ab}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

2.5.5 Módulo de elasticidade

A ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas considerando a termociclagem como fator período (Tabela 13), mostrou que os principais fatores materiais ($F=13.084$; $P < 0.0001$) e tratamento ($F=7.549$; $P < 0.0001$), e as interações do período de tratamento ($F=5.519$; $P=0.001$) afetou significativamente o módulo de elasticidade.

Tabela 13 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para o módulo de elasticidade considerando a termociclagem como fator período.

Fonte	df	SS	MS	F	P
Material	2	4726293.675	2363146.838	13.084	<0.0001*
Tratamento	3	4090439.137	1363479.712	7.549	<0.0001*
Material x tratamento	1	7741.726	7741.726	0.043	0.836
Entre assuntos	6	1320412.088	220068.681	1.218	0.298
Período	2	811022.066	405511.033	2.245	0.108
período x material	3	2990459.347	996819.782	5.519	0.001*
Período x tratamento	6	1892985.138	315497.523	1.747	0.111
Período x material x tratamento dentro dos assuntos	216	39011847.571	180610.405		

* $P < 0.05$ indica diferença estatisticamente significativa.

De acordo com os resultados do teste de comparação pairwise (Tabela 14), independentemente do material cerâmico, na avaliação inicial, a deposição de película fina de PECVD reduziu significativamente o módulo de elasticidade do processo de polimento Palaseal ($p < 0.0001$) e o palaseal+PECVD apresentaram os menores valores iniciais ($p < 0.01$). Por outro lado, o filme de plasma não afetou o módulo de elasticidade do Ceramisté ($p = 0.089$). Após a termociclagem, a deposição do filme apresentou resultados semelhantes de módulo de elasticidade quando comparado ao respectivo processo de polimento sem filme ($p > 0.05$). Ao avaliar os valores do módulo de elasticidade entre os diferentes períodos de medição, o processo de termociclagem produziu valores estatisticamente maiores de alteração do módulo de elasticidade apenas nas amostras Palaseal+PECVD ($p = 0.001$).

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.

Material	Período	
	Inicial	Termociclagem
Ceramisté	1327.58 \pm 467.55 ^{ABa}	1125.07 \pm 519.73 ^{ABa}
Ceramisté + PECVD	1140.22 \pm 470.30 ^{Ba}	1101.61 \pm 539.40 ^{Ba}
Palaseal	1417.61 \pm 398.75 ^{Aa}	1319.73 \pm 390.49 ^{Aa}
Palaseal + PECVD	823.54 \pm 316.58 ^{Cb}	1207.98 \pm 484.17 ^{ABa}

Diferentes letras maiúsculas sobscritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna (p < 0,05).
Diferentes letras minúsculas sobscritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha (p < 0,05).

2.6 Discussão

A hipótese nula de que não haveria alteração nas propriedades estruturais e mecânicas das cerâmicas avaliadas, independente do tratamento de superfície e termociclagem foi rejeitada. Uma vez que, pode-se observar o que os tratamentos de superfície e a termociclagem influenciaram significativamente nas propriedades estruturais e mecânicas de todos as cerâmicas.

A rugosidade de superfície tem influência nas propriedades mecânicas e ópticas das restaurações, sabe-se que superfícies ásperas/rugosas propiciam maior adesão de biofilme, manchamento e, conseqüentemente, doença periodontal¹⁻⁵. Ainda, podem reduzir a resistência mecânica, por meio da criação e propagação de microfissuras e, conseqüentemente, aumenta o risco de fratura ou Isacamento^{1,4-7}. Estudos mostram que para adesão microbiana primária, é considerado um valor de corte Ra de 0,20 μ m para não adesão de microorganismos, e assim, serem aceitáveis clinicamente^{7,20}. Diante disso, no presente estudo, pode-se observar que todos os tratamentos de superfície apresentaram valores de rugosidade aceitáveis, independente da cerâmica avaliada. A cerâmica Enamic polida com ceramisté apresentou o maior valor de Ra (0,224 μ m), independente do período de TC. A aplicação de PECVD reduziu significativamente os valores de Ra, quando associado ao ceramisté, em todas as cerâmicas. Alguns autores afirmam^{17,26,27} que o filme de plasma tem a capacidade de selar os defeitos superficiais, como ranhuras, buracos e rachaduras, tornando a superfície lisa e homogênea^{17,26,27}. Embora o PECVD não mostrou o mesmo efeito positivo sobre a Ra em associação com o selante de

superfície. Deve-se destacar que o polimento com palaseal (com ou sem PECVD) apresentaram menores valores de Ra significativamente inferiores ao polimento com ceramisté, independente da cerâmica. Isso reforça achados na literatura de que o selante fotopolimerizável atua preenchendo as microfissuras e microdefeitos superficiais, proporcionando uma superfície mais regular e lisa^{12,25,28}.

A energia livre de superfície é um fator importante na capacidade do material atrair ou repelir a aderência de microorganismos, sendo que quanto maior a energia livre do material (superfície hidrofílica) menores são as chances das bactérias apresentarem uma aderência com forte fixação, quando comparadas com valores baixos de energia de superfície (hidrofóbica)^{29,30}. No presente estudo, as cerâmicas tiveram um aumento significativo da energia de superfície após os métodos de envelhecimento, enquanto o tratamento com PECVD reduziu a energia livre de superfície, tanto no polimento mecânico quanto com selante, independentemente do tipo de cerâmica, não havendo diferença entre eles ($P > 0.05$). Essa redução na energia de superfície mostra que houve uma adesão do filme de organossilício, filmes hidrofóbicos produzidos por vapor de HMDSO que reduzem as forças eletrostáticas, reforça a superfície do material e diminui o ataque por moléculas de água ou espécies hidrossolúveis^{16,17,31}.

A microdureza Vickers é um parâmetro utilizado para avaliar cerâmicas odontológicas e está relacionado com a resistência desses materiais à degradação através da hidrólise e medida relativa de resistência à endentação permanente da superfície²¹. A dureza está relacionada a capacidade do material a resistir a ranhuras, manter o acabamento e polimento, e em resistir ao desgaste oclusal^{16,21}. No presente estudo, somente na cerâmica cerasmart não houve diferença significativa entre os polimentos ceramisté e Palaseal, sendo que na Enamic e na Shofu HC o polimento com palaseal mostrou valores inferiores. Essa diminuição da dureza ocorre provavelmente devido ao selante de superfície apresentar menor quantidade de carga presente (17,3%), tornando a camada superficial da cerâmica menos rígida³². Apesar disso, antes da reliação da termociclagem, em todas as cerâmicas e tratamentos de superfície houve aumento significativos nos valores de microdureza após a associação com PECVD, com exceção da Enamic (PM+PECVD) e cerasmart (SP+PECVD). Esse aumento da microdureza após aplicação do plasma pode ser explicado pelo PECVD ser polimerizável pela dissociação de suas moléculas, induzida pelo impacto de elétrons e pelo rearranjo de seus radicais¹⁶, produzindo assim o filme fino na superfície da cerâmica, no qual é totalmente dependente dos parâmetros

de descarga luminescente do plasma^{16,17}, sendo controlada, neste estudo, pela pré e pós deposição de Ar, demonstrando assim ser um protocolo favorável de aplicação.

A resistência à flexão e o módulo de elasticidade são fatores importantes nas cerâmicas odontológicas, pois durante a mastigação são submetidas a repetidas forças de flexão que induzem tensões internas que ao longo do tempo podem causar falhas por fadiga^{22,23}. Neste estudo a cerâmica Shofu foi a que apresentou os maiores valores de resistência à flexão, sendo atribuído a sua composição que apresenta 61% de silicato de zircônio embutido e densamente compactado no bloco, conforme relatado pelo fabricante. Além disso, o maior valor de resistência à flexão foi com tratamento Palaseal+PECVD, no qual o mesmo foi apresentado no módulo de elasticidade após envelhecimento, independente do tipo de cerâmica. Isso pode ser atribuído as características de vedamento proporcionado pelo selante e pelo plasma, impedindo a penetração de água na matriz das cerâmicas e assim, não prejudicando suas estruturas mecânicas³³. O palaseal+PECVD apresentaram os menores valores iniciais, demonstrando que o selamento superficial da cerâmica deixa o material mais propenso a deformação antes da fratura^{16,22,23,33}.

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 temperatura²⁴. No presente estudo o número de ciclos estabelecido teve como objetivo simular três anos de uso clínico das cerâmicas^{12,16}. Pode-se verificar que a TC teve influência negativa nas propriedades estruturais, gerando aumento da Ra (em todos os grupos) e redução da dureza (Shofu e cerasmart). Isso pode ser explicado devido as alterações bruscas na temperatura gerarem sucessivas contrações e expansões volumétricas na superfície do material, afetando diretamente características como rugosidade, energia livre de superfície e microdureza^{11,25}. No entanto, não foi um fator principal nas alterações das propriedades mecânicas, sendo este dependente do material e tratamento.

Por fim, as cerâmicas híbridas apresentam a necessidade tratamentos de superfícies adicionais ao polimento mecânico, sendo aconselhado uso de selantes resinosos e deposição de plasma, principalmente o plasma por apresentar melhor resultados quanto a microdureza e rugosidade. Apesar do envelhecimento simulando as condições orais, este estudo se limita pelo seu design *in vitro* que limita a replicação exata de situações clínicas. Estudos clínicos futuros são recomendados para uma investigação mais aprofundada sobre os reais benefícios ou malefícios do uso de selantes e plasmas como tratamento de superfície das cerâmicas híbridas.

2.7 Conclusão

Com base nos resultados obtidos neste estudo, podemos concluir que:

- O selante de superfície aplicado isoladamente resultou em menores valores de rugosidade de superfície, energia livre de superfície e microdureza, independente da cerâmica.
- A aplicação de filme por vapor químico melhorado por plasma foi benéfica na rugosidade, energia de superfície, microdureza, resistência à flexão e módulo de elasticidade das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM.
- A deposição de filme por vapor químico melhorado por plasma e o palaseal foram capazes de melhorar a resistência mecânica estruturais das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM.
- A termociclagem influenciou negativamente as propriedades estruturais das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM.

2.8 Referências

1. Gomes EA, Assunção WG, Rocha EP, Santos PH. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. *Rev Cer.* 2018;54(331), 319-25. <https://doi.org/10.1590/S0366-69132008000300008>.
2. 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):483-490. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2019.04.018>.
3. Guarda GB, Correr AB, Gonçalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent.* 2013;38(2):208-17. <https://doi.org/10.2341/11-076-L>.
4. 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. <https://doi.org/10.11607/ijp.4244>.

5. 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. <https://doi.org/10.3390/ma12142252>.
6. 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):1352-61. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.08.216>.
7. 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. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2020.09.005>.
8. Tango RN, Todorović A, Stamenković D, Karasan DN, Sailer I, Paravina RD. Effect of staining and aging on translucency parameter of CAD-CAM materials. *Acta Stomatol Croat*. 2021;55(1):2-9. <https://doi.org/10.15644/asc55/1/1>.
9. Jalali H, Mostafavi AS, Balaghi F. The effect of coloring beverages on color stability of hybrid ceramics with different surface treatments. *Pesqui Bras Odontopediatria Clin Integr* 2022; 22:e210044. <https://doi.org/10.1590/pboci.2022.001>.
10. 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. <https://doi.org/10.26650/eor.20200020>.
11. Köroğlu 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):810-6. <https://doi.org/10.4012/dmj.2016-103>.
12. Çakmak G, Subaşı MG, Yılmaz 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. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104401>.
13. 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):421-31. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a44874>.
14. 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):531-8. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a45183>.

15. Adımcı P, İbiş F, Ercan UK, Bagis B. Evaluation of effects of non-thermal plasma treatment on surface properties of CAD/CAM materials. *J Adhes Sci Technol.* 2019;33(1):35-49. <https://doi.org/10.1080/01694243.2018.1493834>.

16. Santos D, Vechiato-Filho A, Pesqueira A, Guiotti A, Rangel E, Cruz N, Goiato M. Effect of nonthermal plasma treatment on the surface of dental resins immersed in artificial saliva. *J Polym Eng.* 2016;36(8): 785-793. <https://doi.org/10.1515/polyeng-2015-0333>.

17. Vechiato Filho AJ, Santos DM, Goiato MC, Medeiros RA, Moreno A, Bonatto LR, Rangel EC. Surface characterization of lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. *J Prosthet Dent.* 2014;112(5):1156-63. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2014.02.021>.

18. Sasany R, Ergün Kunt G, Koca MF. Influence different polishing systems on roughness and colour stability of chairside CAD/CAM blocks with laminate veneer thickness. *J Appl Biomater Funct Mater* 2022;20:22808000221086493. <https://doi.org/10.1177/22808000221086493>.

19. Al-Dwairi ZN, Tahboub KY, Baba NZ, Goodacre CJ. A Comparison of the flexural and impact strengths and flexural modulus of CAD/CAM and conventional heat-cured polymethyl methacrylate (PMMA). *J Prosthodont.* 2020;29(4):341-349. <https://doi.org/10.1111/jopr.12926>.

20. Steinmassl PA, Klaunzer F, Steinmassl O, Dumfahrt H, Grunert I. Evaluation of Currently Available CAD/CAM Denture Systems. *Int J Prosthodont.* 2017.;30(2):116–22. <https://doi.org/10.11607/ijp.5031>.

21. Prpić V, Schauperl Z, Ćatić A, Dulčić N, Čimić S. Comparison of Mechanical Properties of 3D-Printed, CAD/CAM, and Conventional Denture Base Materials. *J Prosthodont.* 2020 Jul;29(6):524-8. <https://doi.org/10.1111/jopr.13175>.

22. Ajaj-Alkordy NM, Alsaadi MH. Elastic modulus and flexural strength comparisons of high-impact and traditional denture base acrylic resins. *Saudi Dent J.* 2014;26(1):15-8. <https://doi.org/10.1016/j.sdentj.2013.12.005>.

23. Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Shaull KL, Laffoon JE, Qian F. Flexural and fatigue strengths of denture base resin. *J Prosthet Dent.* 2008;100(1):47-51. [https://doi.org/10.1016/S0022-3913\(08\)60136-5](https://doi.org/10.1016/S0022-3913(08)60136-5).
24. Pinto JR, Mesquita MF, Nobilo MA, Henriques GE. Evaluation of varying amounts of thermal cycling on bond strength and permanent deformation of two resilient denture liners. *J Prosthet Dent* 2004; 92(3):288-93. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2004.06.005>.
25. 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):119-28. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2015.11.024>.
26. Zamperini CA, Machado AL, Vergani CE, Pavarina AC, Rangel EC, Cruz NC. Evaluation of fungal adherence to plasma-modified polymethylmethacrylate. *Mycoses.* 2011;54(5):e344-51. <https://doi.org/10.1111/j.1439-0507.2010.01921.x>.
27. Zamperini CA, Carneiro Hde L, Rangel EC, Cruz NC, Vergani CE, Machado AL. In vitro adhesion of *Candida glabrata* to denture base acrylic resin modified by glow-discharge plasma treatment. *Mycoses.* 2013;56(2):134-44. <https://doi.org/10.1111/j.1439-0507.2012.02223.x>.
28. Sarac D, Sarac YS, Kulunk S, Ural C, Kulunk T. The effect of polishing techniques on the surface roughness and color change of composite resins. *J Prosthet Dent.* 2006;96(1):33-40. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2006.04.012>.
29. Busscher HJ, Rinastiti M, Siswomihardjo W, van der Mei HC. Biofilm formation on dental restorative and implant materials. *J Dent Res.* 2010 Jul;89(7):657-65. <https://doi.org/10.1177/0022034510368644>.
30. Teughels W, Van Assche N, Sliepen I, Quirynen M. Effect of material characteristics and/or surface topography on biofilm development. *Clin Oral Implants Res.* 2006;17 Suppl 2:68-81. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0501.2006.01353.x>.
31. Rangel RCC, Pompeu TC, Barros Jr JLS, Antonio CA, Santos NM, Pelici BO, Freire CMA, Cruz NC, Range EC. Improvement of the corrosion resistance of carbon steel by plasma deposited thin films. In: Razavi RS, editor. *Recent researches in corrosion evaluation and protection.* InTech; 2012. <https://doi.org/10.5772/34623>.

32. 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. <https://doi.org/10.4012/dmj.2016-173>.
33. Druck CC, Pozzobon JL, Callegari GL, Dorneles LS, Valandro LF. Adhesion to Y-TZP ceramic: study of silica nanofilm coating on the surface of Y-TZP. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2015;103(1):143-50. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.33184>.

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 ‡

3.1 Resumo

Objetivo: Avaliar as características estruturais e mecânicas de 03 cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM, após diferentes protocolos de polimento ou selante de superfícies fotopolimerizável, associados ou não a deposição de filme por PECVD (*plasma-enhanced chemical vapor deposition*), após desafio erosivo.

Métodos: Foram confeccionados 236 espécimes de cada cerâmica, sendo realizados dois diferentes tamanhos para se adequarem em suas respectivas análises. Os espécimes foram divididos em grupos de acordo com o tratamento de superfície e envelhecimento que foram submetidos. Os polimentos realizados foram: 1) Polimento mecânico (PM) – que será realizado o polimento mecânico 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 (*plasma-enhanced chemical vapor deposition*) e 4) Selante Palaseal (SP) + deposição de filme por PECVD (SP+ PECVD). As amostras sofreram envelhecimento por desafio erosivo (DE): imersão em HCl 5% (pH = 2,0) durante 273 horas. As variáveis de resposta foram: análises estruturais (rugosidade superficial (Ra), ângulo de contato e energia livre de superfície, microscopia de força atômica (MFA)) e análises mecânicas (microdureza vickers (HV), resistência à flexão (wx) e módulo de elasticidade (ME)). Os dados obtidos foram submetidos 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%.

Resultados: 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

‡ Este capítulo está apresentado em formato de artigo e de acordo com as normas do periódico “Dental Materials” – Qualis A1 – Fator de Impacto: 5.304 – <https://www.elsevier.com/journals/dental-materials/0109-5641/guide-for-authors>

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 as resistências mecânicas.

Conclusão: A aplicação da PECVD foi benéfica na rugosidade, energia de superfície, microdureza, resistência à flexão e módulo de elasticidade das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM.

Palavras-chaves: Cerâmica; Plasma não térmico; Tratamento da superfície; CAD/CAM.

3.2 Abstract

Objective: To evaluate the structural and mechanical characteristics of 03 ceramics with resin matrix for CAD/CAM, after different polishing protocols or light-cured surface sealant, associated or not with film deposition by PECVD (plasma-enhanced chemical vapor deposition), after challenge erosive.

Methods: 236 specimens of each ceramic were made, being made in two different sizes to suit their respective analyses. The specimens were divided into groups according to the surface treatment and aging they underwent. The polishing performed were: 1) Mechanical polishing (PM) – mechanical polishing with 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) + PECVD film deposition (PM+ PECVD) – after PM, the surfaces of the specimens in this group were treated by PECVD (plasma-enhanced chemical vapor deposition) film deposition and 4) Palaseal Sealant (SP)) + film deposition by PECVD (SP+ PECVD). The samples underwent aging by erosive challenge (DE): immersion in 5% HCl (pH = 2.0) for 273 hours. The response variables were: structural analyzes (surface roughness (Ra), contact angle and surface free energy, atomic force microscopy (AFM)) and mechanical analyzes (Vickers microhardness (HV), flexural strength (wx) and modulus of elasticity (EM)). The data obtained were submitted to ANOVA (3-way) statistical analysis and the pairwise test was used for multiple comparison between groups, with a significance level of 5%.

Results: The use of Palaseal and PECVD showed significantly the lowest roughness and surface energy values ($p < 0.05$). PECVD significantly increased the hardness before aging ($p < 0.05$), while the use of palaseal showed the lowest values. The type of treatment did not influence the flexural strength, being dependent on the material. Palaseal and PECVD reduced

the modulus of elasticity. The erosive challenge negatively influenced the structural properties of ceramics, however, it did not affect the mechanical strengths.

Conclusion: The application of PECVD was beneficial in roughness, surface energy, microhardness, flexural strength and modulus of elasticity of ceramics with resin matrix for CAD/CAM.

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

3.3 Introdução

As cerâmicas mais recentes introduzidas no mercado são as cerâmicas híbridas, que apresentam matriz resinosa em sua composição com o objetivo de fornecer um material mais tenaz e compatível com o tecido dentário¹⁻⁵. As vantagens dessas cerâmicas são suas propriedades ópticas e tenacidade semelhantes às dos dentes naturais, melhor distribuição das cargas mastigatórias, alta resistência à tração, melhor módulo de elasticidade e menor abrasão ao antagonista dentes⁶⁻¹¹. No entanto, ao contrário de outras cerâmicas, a cerâmica híbrida não pode ser vitrificada no forno, que é o método padrão ouro para o tratamento de superfície da cerâmica, pois as propriedades de sua matriz orgânica podem ser perdidas durante a queima¹²⁻¹⁴.

Desse modo, o tratamento de superfície nas cerâmicas híbridas por meio de polimento mecânico (borrachas) ou selantes de superfície fotopolimerizáveis são importantes para que essas cerâmica resistam aos diversos fatores presentes na cavidade oral que podem influenciar na sua degradação, como variação de temperatura, dieta, corantes, pH ácido, força e relação oclusal e hábitos mastigatórios inadequados^{5,14,15}. Ultimamente, vem sendo estudado nas diversas áreas da odontologia o uso da deposição de filmes por vapor químico melhorado por plasma (PECVD - *plasma enhanced chemical vapor deposition*) assistido por bombardeamento iônico como tratamento de superfície de materiais odontológicos^{7,16}. O plasma é um tipo de gás que foi parcial ou totalmente ionizado com um número aproximadamente igual de partículas carregadas positivamente e negativamente que bombardeiam a superfície alvo e transferem energia para ela, gerando grupos funcionais e ativando a superfície produzindo filmes finos com diversos graus de hidrofiliçidade¹⁷.

Recentemente, o número de pacientes com doenças do refluxo gastroesofágico (DRGE) ou transtornos alimentares (bulimia nervosa e/ou anorexia) tem aumentado significativamete e

consequentemente a exposição de materiais restauradores ao pH ácido tem se tornado um cenário frequente, tema de suma importância para discussão na odontologia, pois DRGE é caracterizada por regurgitação de ácido gástrico do estômago para o esôfago ou cavidade oral rotineiramente¹⁻³. Pacientes com DRGE e que apresentam próteses dentárias de cerâmicas tendem a sofrer um desgaste erosivo através da lixiviação seletiva de íons alcalinos, afetando negativamente as propriedades da peça protética, levando a falhas mecânicas, biológicas e estéticas⁴.

O ácido gástrico apresenta um pH extremamente baixo ($< 2,0$), composto principalmente por ácido clorídrico (HCl), assim sua capacidade erosiva e potencial para danos é significativamente maior do que os ácidos dietéticos^{2,3}. Assim o nível de pH e tempo de exposição das cerâmicas odontológicas no HCl tende a enfraquecer sua durabilidade química e enfraquecer suas propriedades^{2,18}. A exposição ao HCl provoca alterações no comportamento estrutural, e pode levar ao aumento da rugosidade superficial, que consequentemente, provoca maior acúmulo de placa e desgaste dos dentes antagonistas², além de afetar a reflexão da luz e, consequentemente, alterar a cor do material³⁻¹⁹. As cerâmicas expostas ao meio ácido também podem sofrer diminuição da resistência a flexão, causar concentrações de tensões, provocar trincas e alterar a resistência à fratura. Essas alterações comprometem a sua durabilidade e sucesso clínico restaurador a longo prazo^{2,18,19}.

O objetivo desse estudo *in vitro* foi avaliar as características estruturais (rugosidade, energia de superfície e microdureza) e mecânicas (resistência à flexão e módulo de elasticidade) 03 cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM, 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 (kit de polimento mecânico Ceramisté (Shofu) ou selante de superfícies fotopolimerizável (Palaseal - kulzer), associados ou não a deposição de filme por PECVD (*plasma-enhanced chemical vapor deposition*), após desafio erosivo (imersão em HCl 5% por 273 horas).

A hipótese nula deste estudo foi de que não haverá alteração nas propriedades avaliadas, independente da cerâmica, tratamento de superfície e desafio erosivo.

3.4 Material e Método

3.4.1 Delineamento

O delineamento experimental do estudo encontra-se demonstrado na Figura 1.

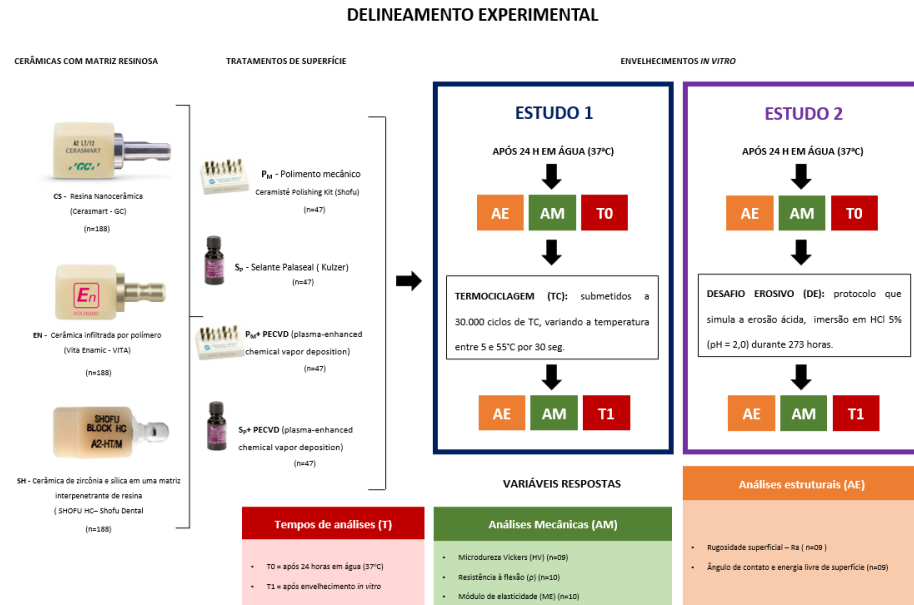


Fig. 1. Delineamento experimental contendo material, tratamentos de superfícies, envelhecimentos, distribuição, número dos espécimes, respostas e tempos das análises a serem realizados.

3.4.2 Formação dos grupos

As cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM que foram utilizadas estão descritas na Tabela 1. No total foram confeccionados 708 espécimes, sendo 236 espécimes para cada cerâmica testada. Esses foram divididos em grupos de acordo com os tratamentos de superfície, desafio erosivo e análises realizadas, conforme o delineamento experimental (Figura 1).

Tabela 1 Nome comercial, composição e fabricante das cerâmicas que serão utilizadas.

Cerâmicas	Composição	Fabricante
CS - Resina nanocerâmica (Cerasmart)	71% de nanopartículas de sílica e bário unida a 29% de matriz resinosa (BisMEPP, UDMA, DMA)	GC, Dental Products

VE - Cerâmica infiltrada por polímero (VITA Enamic)	Peso é de 86 % em peso da cerâmica (SiO_2 ; Al_2O_3 ; Na_2O ; K_2O ; Br_2O_3 ; ZrO_2 ; Ca) e 14% de polímero UDMA, BisGMA e TEGDMA	VITA Zahnfabrik
SL - Silicato de lítio reforçada por zircônia (SHOFU HC)	61% de sílica em pó e silicato de zircônio e uma matriz de resina composta (UDMA, TEGDMA)	SHOFU

3.4.3 Fabricação dos espécimes

Para cada cerâmica (Tabela 1), os espécimes foram confeccionados nas dimensões específicas para cada análise realizada. Para as análises estruturais foram 116 espécimes quadrados com dimensões de 5x5x1,5 mm. Para análises mecânicas foram 120 espécimes retangulares com dimensões 12x4x3 mm. Todos os espécimes foram seccionados com disco diamantado em baixa rotação (300 rpm), sob irrigação abundante e carga de 300g/f em cortadeira metalográfica (Isomet® 1000, Buehler, Illinois, USA). As dimensões finais foram mensuradas com paquímetro digital (Paquímetro Digital Digimatic, Mitutoyo Sul Americana Ltda, Santo Amaro, SP, Brasil).

3.4.4 Acabamento e tratamento de superfície

Inicialmente, os espécimes foram regularizados com lixas abrasivas de carbureto de silício de 320-Grit (Carbimet Paper Discs; Buehler, IL, EUA), em seguida, foram pré-polidos com lixas abrasivas de carbureto de silício de 600-Grit (Carbimet Paper Discs; Buehler, IL, EUA) em politriz (Arotec Ind. Com., São Paulo, Brasil), sob resfriamento contínuo, para obter superfície plana. Na sequência, os espécimes foram lavados em cuba ultrassônica com água por 10 min e secos por meio de jatos de ar. Em seguida, os espécimes foram divididos de acordo com os tratamentos de superfície realizados em:

3.4.4.1. Polimento mecânico (PM) - Foi realizado o polimento mecânico com kit Ceramisté (SHOFU, Kyoto, Japão) composto por 3 pontas: CERAMISTÉ STANDART para pré-polimento; CERAMISTÉ ULTRA para polimento; CERAMISTÉ ULTRA II para polimento de alto brilho. O polimento foi de 15 segundos em uma direção e 15 segundos à 90 graus da primeira direção utilizada, será utilizado um contra-ângulo de baixa rotação de 8000 rpm.

3.4.4.2. Selante fotopolimerizável Palaseal (SP) - Foi aplicada uma fina camada de selante Palaseal (Heraeus Kulzer) com pincel fino e macio em uma direção única com toque suave, para que apenas uma camada fina fique sobre os espécimes. Depois, foi aguardado o tempo de 20 segundos para o início de uma fotopolimerização com lâmpada de LED (Bluephase N, Ivoclar Vivadent) por 90 segundos a uma curta distância (0-2mm).

3.4.4.3. Polimento mecânico (PM) + deposição de filme por PECVD (PM+ PECVD) – após PM conforme descrito no item 2.4.4.1, as superfícies dos espécimes desse grupo foram tratadas pela deposição de filmes de PECVD (deposição de vapor químico aprimorada por plasma) usando um reator de aço desenvolvido no Laboratório de Plasmas Tecnológicos (LaPTec, Instituto de Ciência e Tecnologia - ICT/UNESP, Sorocaba, Brasil). Inicialmente, foi realizada a limpeza das amostras com gases de argônio durante 10 minutos, previamente à aplicação do PECVD. Essa limpeza foi realizada com pressão total de trabalho de 20 Pa de Ar, com 70W de potência de sinal de radiofrequência de 13,56 MHz aplicado no eletrodo inferior, enquanto o superior permanecerá aterrado. A aplicação do PECVD foi realizada com a mistura de 85% de HMDSO e 15% de Ar, com 250 W de potência de sinal de radiofrequência de 13,56 MHz, sendo aplicada no aplicador superior. O eletrodo inferior recebeu pulsos de 500 V negativos por meio de um autotransformador (Variac) durante todo o processo. A pressão total de trabalho foi mantida constante a 9,2 Pa durante os 30 minutos de deposição. Após esse período, o de HMDSO foi interrompido e apenas o argônio mantido no reator durante 10 minutos, mantendo-se todas as condições^{3,20,21}.

3.4.4.4. Selante Palaseal (SP) + deposição de filme por PECVD (SP+ PECVD) – aplicação de selante Palaseal seguida da deposição de plasma conforme sentida anteriormente.

3.4.5 Desafio erosivo

Os espécimes foram submetidos ao protocolo que simula a erosão ácida, no qual foram imersos em HCl 5% (pH = 2,0) durante 273 horas em estufa a 37°C, simulando 3 anos de exposição clínica ao ácido clorídrico.

3.4.6 Variáveis de resposta

CARACTERÍSTICAS ESTRUTURAIS

3.4.6.1 A rugosidade de superfície (Ra - média aritmética da rugosidade de superfície) foi determinada por meio de um rugosímetro portátil (SJ-310-4, Mitutoyo Sul Americana Ltda, Santo Amaro, SP, Brasil). Foram realizadas três mensurações (centro, direita e esquerda ao centro) em cada espécime. Os seguintes parâmetros foram utilizados: cut-off de 0,25mm a uma velocidade de 0,05mm/s durante 12 segundos. Os valores originais foram em Angström (Å) e transformados para a escala nanométrica (nm).

3.4.6.2 A energia de superfície foi analisada por meio de um goniômetro digital de dispensador automático Drop Shape Analysis System DSA100E (Krüss GmbH, Hamburgo, Alemanha). A hidrofobicidade de cada amostra foi avaliada através da média de cinco medições do ângulo de contato (θ) entre a linha contínua da amostra e a tangente de uma gota d'água destilada de 20 μ l aplicada automaticamente pelo goniômetro e calculada pelo software Drop Shape Analysis 1.51 (Krüss GmbH). Para determinar a energia livre de superfície (mJ/m^2), medições adicionais do ângulo de contato foram realizadas com gotículas de diiodometano, sendo então determinada pela medição do ângulo de contato da água e do diiodometano, através do método Owens-Wendt definido no software Drop Shape Analysis 1.51.

3.4.6.3 A microdureza superficial foi avaliada com um microdurômetro (HMV-2T; Shimadzu Corp) equipado com um diamante Vickers (HV). Três marcações foram realizadas em cada amostra com distâncias de 100 μ m com uma carga vertical estática de 20N por 20 segundos. Um único operador mediu a maior diagonal de cada marcação, e a média das 3 medições foi definida como o valor de microdureza (HV, Kgf/mm^2) da amostra.

CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS

3.4.6.4 A resistência à flexão e o módulo de elasticidade foram testados através de um teste de flexão de 3 pontos em uma máquina de teste universal (EMIC, São José dos Pinhais, SP, Brasil). As amostras foram posicionadas em vigas de suporte circulares com vão de 10 mm de

comprimento. Uma célula de carga de 200 kg/F foi utilizada para aplicação de carga constante no centro da amostra a uma velocidade de cruzeta de 5 mm/min até a fratura. O momento da fratura foi designado como o momento em que a carga aplicada caiu a zero. Os dados foram registrados por meio de um programa de software (Tesc; Intermetric Ltd). A resistência à flexão e o módulo de elasticidade foram então calculados a partir das seguintes equações:

(1)

$$\text{Resistência à Flexão (Mpa)} = 3Fl/2bh^2$$

(2)

$$\text{Módulo de elasticidade (Mpa)} = Fl^3/4bh^3d$$

onde F é a carga máxima, l é a distância entre os apoios, b é a largura, h é a altura, e d é a deflexão.

3.4.7 Análise estatística

As médias e desvio padrão das variáveis respostas foram analisados usando uma análise de variância (ANOVA) de 3 fatores com medidas repetidas. Após isso o teste pairwise foi utilizado para comparação múltipla entre os grupos. Todos os testes foram realizados com nível de significância de $p < 0,05$.

3.5 Resultados

3.5.1 Rugosidade

A ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas considerando o desafio erosivo como o fator período (Tabela 2), mostrou que os principais fatores materiais ($F=204,916$; $P<,0001$), Tratamento ($F=2769,978$; $P<,0001$), Período ($F=317,571$; $P<.0001$), e as interações material com tratamento ($F=40,130$; $P<.0001$) e tratamento com período ($F=8,110$; $P<.0001$), afetaram significativamente a rugosidade superficial.

Tabela 2 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para rugosidade superficial considerando desafio erosivo como fator período.

Fonte	df	SS	MS	F	P
Material	2	.039	.020	204.916	<.0001*
Tratamento	3	.796	.265	2769.978	<.0001*
Material x tratamento	6	.023	.004	40.130	<.0001*
Entre assuntos	108	.010	.000		
Período	1	.016	.016	317.571	<.0001*
período x material	2	.000	.000	.361	.698
Período x tratamento	3	.001	.000	8.110	<.0001*
Período x material x tratamento	6	.001	.000	2.171	.051
dentro dos assuntos	108	.005	.000		

* $P < 0.05$ indica diferença estatisticamente significativa.

Ao analisar a interação entre tratamento e período de medição (Tabela 3), independentemente do material, a deposição do filme PECVD reduziu a rugosidade superficial do Ceramisté em ambos os períodos (inicial ou DE) ($p < 0,0001$). Por outro lado, o filme de PECVD aumentou a rugosidade do Palaseal no período inicial ($p < 0,0001$), e não alterou os valores no desafio erosivo ($p = 0,962$). Além disso, o processo de desafio erosivo alterou estatisticamente a rugosidade da superfície para valores maiores quando comparados à medição inicial para todas as superfícies ($p < 0,0001$).

Tabela 3 Valores médios \pm SD de rugosidade superficial (μm) para grupos de tratamento de superfície de acordo com o período de desafio erosivo, independente do material.

Período	Tratamento de Superfície			
	Ceramisté	Ceramisté+PECVD	Palaseal	Palaseal+PECVD
Inicial	0.166 \pm 0.028 ^{Ba}	0.138 \pm 0.018 ^{Bb}	0.035 \pm 0.009 ^{Bd}	0.043 \pm 0.008 ^{Bc}
DE	0.186 \pm 0.031 ^{Aa}	0.150 \pm 0.018 ^{Ab}	0.055 \pm 0.010 ^{Ac}	0.055 \pm 0.009 ^{Ac}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

De acordo com os resultados do teste de comparação pairwise, independentemente do período avaliado (Tabela 4), a deposição do filme de PECVD reduziu a rugosidade superficial do Ceramisté em todos os materiais ($p < 0,0001$). Por outro lado, o filme PECVD aumentou a rugosidade do Palaseal em Cerasmart, e não alterou os valores nos materiais Enamic ($p = 0,847$) e Shofu ($p = 0,137$).

Tabela 4 Média \pm SD valores de rugosidade superficial (μm) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período do DE.

Tratamento de Superfície	Material		
	Enamic	Shofu	Cerasmart
Ceramisté	0.206 \pm 0.016 ^{Aa}	0.183 \pm 0.013 ^{Ab}	0.139 \pm 0.012 ^{Ac}
Ceramisté + PECVD	0.157 \pm 0.014 ^{Ba}	0.151 \pm 0.009 ^{Ba}	0.124 \pm 0.013 ^{Bb}
Palaseal	0.048 \pm 0.013 ^{Ca}	0.051 \pm 0.013 ^{Ca}	0.036 \pm 0.012 ^{Db}
Palaseal + PECVD	0.048 \pm 0.008 ^{Cb}	0.056 \pm 0.011 ^{Ca}	0.044 \pm 0.009 ^{Cb}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

3.5.2 Energia de superfície

A ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas considerando o desafio erosivo como o fator período (Tabela 5), mostrou que os principais fatores materiais ($F = 32800,037$; $P = < 0,0001$), Tratamento ($F = 65,781$; $P < 0,0001$), Período ($F = 17,364$; $P < 0,0001$), e as interações do material com tratamento ($F = 231,781$; $P < 0,0001$), e período com tratamento ($F = 19,940$; $P = < 0,0001$) afetaram significativamente a superfície livre energia.

Tabela 5 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para energia livre de superfície considerando o desafio erosivo como o fator período.

Fonte	df	SS	MS	F	P
Material	2	849.737	211850.126	32800.037	<.0001*
Tratamento	3	4491.107	424.868	65.781	<.0001*
Material x tratamento	6	954.561	1497.036	231.781	<.0001*
Entre assuntos	108	697.555	159.094	24.632	
Período	1	186.032	186.032	17.364	<.0001*
período x material	2	6.533	3.266	.305	0.738
Período x tratamento	3	640.908	213.636	19.940	<.0001*
Período x material x tratamento dentro dos assuntos	6	108.210	18.035	1.683	0.132
	108	1157.083	10.714		

* $P < 0.05$ indica diferença estatisticamente significativa.

De acordo com os resultados do teste de comparação pairwise, independentemente do período avaliado (Tabela 6), a deposição do filme PECVD reduziu a energia livre de superfície das superfícies ceramisté e palaseal em todos os materiais ($p < 0,0001$). Os menores valores de energia de superfície foram encontrados nos grupos EN+PM+PECVD e CS+SP+PECVD ($P < 0,05$), enquanto a SH+PECVD apresentou os menores valores, não havendo diferença significativa entre eles ($P > 0,05$).

Tabela 6 Média±SD valores de energia livre de superfície para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período de DE.

Tratamento de Superfície	Material		
	Enamic	Shofu	Cerasmart
Ceramisté	35.81 ± 3.97 Aab	37.37 ± 4.19 Aa	35.56 ± 4.34 Ab
Ceramisté + PECVD	19.84 ± 2.45 Dc	26.56 ± 3.40 Cb	31.59 ± 3.89 Ba
Palaseal	30.26 ± 2.32 Ba	31.73 ± 2.97 Ba	30.98 ± 2.55 Ba
Palaseal + PECVD	22.90 ± 4.12 Cc	25.17 ± 2.52 Cb	28.80 ± 4.29 Ca

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

Ao analisar a interação entre tratamento e período de medição (Tabela 7), todas as cerâmicas tiveram um aumento significativa da energia de superfície após DE ($P < 0.001$), com exceção das cerâmicas com ceramisté e palaseal, que apresentaram aumento após o DE e não apresentaram diferença significativa, respectivamente ($P > 0.05$).

Tabela 7 Média±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.

Tratamento de Superfície	Período	
	Inicial	Desafio Erosivo
Ceramisté	37.80 ± 4.20 Aa	34.68 ± 3.58 Ab
Ceramisté + PECVD	23.30 ± 4.49 Cb	28.09 ± 6.33 Ca
Palaseal	30.61 ± 3.03 Ba	31.36 ± 2.20 Ba
Palaseal + PECVD	23.01 ± 3.79 Cb	28.23 ± 3.32 Ca

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

3.5.3 Microdureza

A ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas considerando o desafio erosivo como o fator período (Tabela 8), mostrou que os principais fatores materiais ($F=39807,413$; $P < ,0001$), Tratamento ($F=359,478$; $P < ,0001$), Período ($F=226.994$; $P < .0001$), e sua interação de três vias ($F=35.580$; $P < .0001$), afetaram significativamente a microdureza superficial.

Tabela 8 ANOVA three-way de medidas repetidas para microdureza considerando o desafio erosivo como o fator período.

Fonte	df	SS	MS	F	P
Material	2	771032.063	385516.032	39807.413	<.0001*
Tratamento	3	10444.133	3481.378	359.478	<.0001*
Material x tratamento	6	10443.267	1740.545	179.724	<.0001*
Entre assuntos	108	1045.929	9.685		
Período	1	864.843	864.843	226.994	<.0001*
período x material	2	252.508	126.254	33.138	<.0001*
Período x tratamento	3	404.132	134.711	35.357	<.0001*
Período x material x tratamento	6	813.366	135.561	35.580	<.0001*
dentro dos assuntos	108	411.478	3.810		

* $P < 0.05$ indica diferença estatisticamente significativa.

Todas as cerâmicas tiveram uma diminuição significativa da dureza após o DE ($P < 0.001$), com exceção das cerâmicas EN+SP com e sem PECDV e a SH+PM. A cerâmica EN apresentou os maiores valores de dureza, independente do tipo de tratamento de superfície e tempo de envelhecimento ($P < 0.05$), apesar disso os grupos Palaseal com e sem PECDV apresentaram os menores valores. Quanto aos tipos de tratamento as cerâmicas apresentaram os maiores valores de dureza no ceramisté e ceramisté+PECDV, independente do tempo (Tabela 9).

Tabela 9 Média±SD valores de microdureza (μm) para cada material cerâmico, tratamento de superfície e período de avaliação [inicial e DE].

Tratamento de Superfície	Material					
	Enamic		Shofu		Cerasmart	
	Inicial	DE	Inicial	DE	Inicial	DE
Ceramisté	215.22 ± 2.52 ^{Aa*}	209.93 ± 1.88 ^{Ab*}	93.43 ± 1.87 ^{Aa#}	92.10 ± 2.67 ^{Aa#}	62.91 ± 0.58 ^{Aa\$}	60.37 ± 0.37 ^{Ab\$}
Ceramisté + PECVD	214.33 ± 3.04 ^{Aa*}	194.60 ± 3.62 ^{Bb*}	95.63 ± 1.28 ^{Aa#}	93.71 ± 1.67 ^{Ab#}	63.17 ± 1.00 ^{Aa\$}	60.21 ± 0.66 ^{ABb\$}
Palaseal	175.76 ± 5.00 ^{Ca*}	174.46 ± 5.34 ^{Da*}	87.20 ± 2.08 ^{Ba#}	83.61 ± 1.96 ^{Cb#}	60.13 ± 0.55 ^{Ba\$}	58.06 ± 0.78 ^{Bb\$}
Palaseal + PECVD	180.70 ± 5.81 ^{Ba*}	180.23 ± 3.30 ^{Ca*}	91.46 ± 1.19 ^{Aa#}	88.88 ± 1.75 ^{Bb#}	61.50 ± 0.78 ^{ABa\$}	59.73 ± 0.58 ^{ABb\$}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha para o mesmo material (inicial vs. TC) ($p < 0,05$).

Diferentes símbolos sobrescritos mostram diferenças significativas dentro da mesma linha para o mesmo período (enamic vs. shofu vs. cerasmart) ($p < 0,05$).

3.5.4 Resistência à flexão

A ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas considerando o desafio erosivo como o fator período (Tabela 10), mostrou que o principal fator material ($F=125,575$; $P=<,0001$) e a interação do material com o tratamento ($F=3,499$; $P=. 003$) afetou significativamente a resistência à flexão.

Tabela 10 ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas para resistência à flexão considerando desafio erosivo como fator período.

Fonte	df	SS	MS	F	P
Material	2	126251.923	63125.961	127.575	<.0001*
Tratamento	3	464.372	154.791	.313	.816
Material x tratamento	1	444.530	444.530	.898	.344
Entre assuntos	6	10389.022	1731.504	3.499	.003*
Período	2	64.822	32.411	.066	.937
período x material	3	1299.100	433.033	.875	.455
Período x tratamento	6	4265.412	710.902	1.437	.202
Período x material x tratamento dentro dos assuntos	216	106880.258	494.816		

* $P < 0.05$ indica diferença estatisticamente significativa.

A cerâmica Enamic apresentou os menores valores com o uso do PECVD, não significativo entre eles ($P > 0.05$), enquanto a cerâmica shofu apresentou os maiores valores com PECVD, sendo significativo aos outros tratamentos de superfície ($P < 0.05$) (Tabela 11).

Tabela 11 Média±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.

Tratamento de Superfície	Material		
	Enamic	Shofu	Cerasmart
Ceramisté	137.25 ± 17.36 ^{Ab}	167.25 ± 24.67 ^{Ba}	138.15 ± 22.31 ^{Ab}
Ceramisté + PECVD	120.00 ± 16.09 ^{Bc}	186.17 ± 17.01 ^{Aa}	148.12 ± 31.76 ^{Ab}
Palaseal	129.16 ± 7.36 ^{ABb}	181.85 ± 39.91 ^{Aa}	136.78 ± 21.30 ^{Ab}
Palaseal + PECVD	122.34 ± 11.76 ^{Bc}	189.01 ± 19.00 ^{Aa}	138.39 ± 19.50 ^{Ab}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).
Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

3.5.5 Módulo de elasticidade

A ANOVA de 3 fatores com medidas repetidas considerando o desafio erosivo como o fator período (Tabela 12), mostrou que os principais fatores materiais ($F=6,528$; $P=,002$) e tratamento ($F=21,170$; $P=<,0001$), e as interações do material com tratamento ($F=3,066$; $P=,007$) afetou significativamente o módulo de elasticidade.

Tabela 12 ANOVA de three-way para o módulo de elasticidade considerando o desafio erosivo como fator período.

Fonte	<i>df</i>	SS	MS	F	<i>P</i>
Material	2	1904226.584	952113.292	6.528	.002*
Tratamento	3	9262842.940	3087614.313	21.170	<.0001*
Material x tratamento	1	10963.639	10963.639	.075	.784
Entre assuntos	6	2683101.066	447183.511	3.066	.007*
Período	2	342333.068	171166.534	1.174	.311
período x material	3	617140.472	205713.491	1.410	.241
Período x tratamento	6	1221346.602	203557.767	1.396	.218
Período x material x tratamento dentro dos assuntos	216	31503629.616	145850.137		

* $P < 0.05$ indica diferença estatisticamente significativa.

Todas as cerâmicas, independente do tipo de tratamento, não apresentaram diferenças significativas do módulo de elasticidade após DE ($P=0.311$). A cerâmica cerasmart não apresentou diferença significativa nos diferentes tipos de tratamento de superfície ($P>0.05$), enquanto a enamic e Shofu apresentaram significativamente os menores valores de módulo de elasticidade ($P>0.05$) O uso do PECVD apresentou os menores valores, independente do tipo da cerâmicas (Tabela 13).

Tabela 13 Média±SD valores de módulo de elasticidade (MPa) para grupos de materiais cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície, independente do período de DE.

Tratamento de Superfície	Material		
	Enamic	Shofu	Cerasmart
Ceramisté	1054.25 ± 531.46 ^{Bb}	1455.94 ± 354.63 ^{Aab}	1246.20 ± 288.24 ^{Ab}
Ceramisté + PECVD	1153.16 ± 436.37 ^{Bab}	1309.79 ± 392.17 ^{Aa}	1067.16 ± 298.09 ^{Ab}
Palaseal	1493.96 ± 405.05 ^{Aab}	1528.80 ± 539.18 ^{Aa}	1253.61 ± 335.58 ^{Ab}
Palaseal + PECVD	671.87 ± 210.63 ^{Cb}	925.70 ± 375.98 ^{Ba}	1047.53 ± 309.75 ^{Aa}

Diferentes letras maiúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma coluna ($p < 0,05$).

Diferentes letras minúsculas sobrescritas mostram diferenças significativas dentro da mesma linha ($p < 0,05$).

3.6 Discussão

A hipótese nula de que não haveria alteração nas propriedades estruturais e mecânicas das cerâmicas avaliadas, independente do tratamento de superfície e desafio erosivo foi rejeitada. Uma vez que, pode-se observar o que os tratamentos de superfície e desafio erosivo influenciaram significativamente nas propriedades estruturais e mecânicas de todas as cerâmicas.

O desafio erosivo (DE) é um método que avalia os efeitos do HCl na superfície de materiais, simulando o ácido gástrico com pH baixo ($\leq 2,0$), comum na cavidade oral de pacientes que possuem DRGE, transtornos alimentares, como bulimia e anorexia^{2,3}. No presente estudo, as horas de imersão estabelecido teve como objetivo simular três anos de uso clínico das cerâmicas²⁰. Esse período demonstrou que o desafio erosivo foi capaz de alterar as características estruturais das cerâmicas, no entanto, não afetaram sua resistência mecânica. Isso reforça achados literários que indica que ocorre uma maior deterioração apenas na superfície do material cerâmico, não comprometendo suas estruturas internas^{19,20-23}.

Parâmetros de rugosidade são úteis para quantificar a microestrutura de superfícies cerâmicas para desenvolver relações estrutura-propriedade, porque a análise microestrutural quantitativa fornece uma associação entre a constituição, propriedades físicas e características estruturais dos materiais^{2,18}. Neste estudo a deposição do filme PECVD reduziu a rugosidade superficial do polimento mecânico em ambos os períodos (inicial ou DE), em todas as cerâmicas ($p < 0,0001$) e independente do período de análise, apesar disso sua deposição do sobre o selante foi prejudicial. Isso pode ser explicado por dificuldade de adesão entre o plasma

e o selante, devido aos selantes transformarem a superfície hidrofílicas, podendo chegar a um ângulo de contato a 0° ^{16,17}. Os resultados do presente estudo mostraram um aumento significativo da rugosidade após o DE em todas as cerâmicas testadas ($P < 0.001$), demonstrando que as partículas de vidro presentes na matriz das cerâmicas são propensas à degradação mais rapidamente que os grãos cristalinos, resultando em uma superfície mais rugosa^{18,21}.

Avaliar o ângulo de contato é o método mais comum para medir a energia de superfície de um material,⁶ porque esse parâmetro é um dos fatores que determinam a aderência de microorganismos, sendo que quanto maior a energia livre do material (superfície hidrofílica) menores são as chances das bactérias apresentarem uma aderência com forte fixação^{2,3}. No presente estudo, as cerâmicas tiveram um aumento significativo da energia de superfície após os DE, enquanto o tratamento com PECDV reduziu a energia livre de superfície, tanto no polimento mecânico quanto com selante, independentemente do tipo de cerâmica, não havendo diferença entre eles ($P > 0.05$). Esse resultado reforça que a deposição de uma camada fina de plasma sobre uma superfície é capaz de criar íons livres, deixando a superfície mais hidrofílica e com maior energia de superfície livre^{7,16}.

A dureza do material determina sua resistência ao desgaste, sendo que próteses feitas com material de baixa dureza pode ser danificada pela escovação mecânica, causando retenção de placa e pigmentações, diminuindo a vida útil das próteses^{2,3,18,19}. Neste estudo todas as cerâmicas apresentaram diminuição da dureza após o desafio erosivo, sendo que os grupos com selante resinosos apresentaram os menores valores de dureza, enquanto o polimento mecânico com ou sem PECDV apresentaram os maiores valores.

Neste estudo o desafio erosivo não alterou significativamente as propriedades mecânicas das cerâmicas, demonstrando deterioração apenas na superfície do material cerâmico²². Apesar disso, a cerâmica Shofu foi a que apresentou os maiores valores de resistência à flexão, sendo atribuído a sua composição que apresenta 61% de silicato de zircônio embutido e densamente compactado no bloco, conforme relatado pelo fabricante. O não prejuízo as propriedades mecânicas corroboram com os estudos de Egilmez et al.²⁰ e Kulkarni et al.²¹ que indicaram que as alterações ocasionadas pelo desafio erosivo não causam impacto negativo na resistência das cerâmicas, levantando a teoria de que ocorre uma maior deterioração apenas na superfície do material cerâmico, não comprometendo a sua resistência²².

Por fim, as cerâmicas híbridas apresentam a necessidade tratamentos de superfícies adicionais ao polimento mecânico, sendo aconselhado uso de selantes resinosos e deposição de

plasma. Apesar do envelhecimento simulando as condições orais, este estudo se limita pelo seu design *in vitro* que limita a replicação exata de situações clínicas. Estudos clínicos futuros são recomendados para uma investigação mais aprofundada sobre os reais benefícios ou malefícios do uso de selantes e plasmas como tratamento de superfície das cerâmicas híbridas.

3.7 Conclusão

Com base nos resultados obtidos neste estudo, podemos concluir que:

- O selante de superfície aplicado isoladamente resultou em menores valores de rugosidade de superfície, energia livre de superfície e microdureza, independente da cerâmica.
- A aplicação de filme por vapor químico melhorado por plasma foi benéfica na rugosidade, energia de superfície e microdureza das cerâmicas com matriz resinosa para CAD/CAM.
- A deposição de filme por vapor químico melhorado por plasma foi capaz de melhorar a resistência mecânica da resina nanocerâmica e da cerâmica de zircônia e sílica em uma matriz interpenetrante de resina.
- O desafio erosivo influenciou negativamente as propriedades estruturais das cerâmicas, no entanto, não afetou as resistências mecânicas.

3.8 Referências

1. Jaeggi T, Lussi A. Prevalence, incidence and distribution of erosion. *Monogr Oral Sci.* 2014;25:55-73. <https://doi.org/10.1159/000360973>.
2. 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. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2019.08.022>.
3. 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):106-11.

4. 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(3):148-62. [https://doi.org/10.1016/S0022-3913\(10\)60021-2](https://doi.org/10.1016/S0022-3913(10)60021-2).
5. 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. <https://doi.org/10.11607/ijp.4244>.
6. Çakmak G, Subaşı MG, Yılmaz 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. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104401>.
7. 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):421-31. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a44874>. 431.
8. Skorulska A, Piszko P, Rybak Z, Szymonowicz M, Dobrzyński M. Review on polymer, ceramic and composite materials for CAD/CAM indirect restorations in dentistry-application, mechanical characteristics and comparison. *Materials.* 2021;14(7):1592. <https://doi.org/10.3390/ma14071592>.
9. Kuźniar-Folwarczny A, Sulewski M, Błaszczuk A, Sulewska A, Kosior P, Dobrzyński M. Charakterystyka ceramicznych materiałów stomatologicznych stosowanych w gabinetowych systemach CAD/CAM. *Inż Fiz Med.* 2019;8(6):479–87.
10. Blatz MB, Conejo J. The Current State of Chairside Digital Dentistry and Materials. *Dent Clin North Am.* 2019;63(2):175-97. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2018.11.002>.
11. Rogula J, Kuźniar-Folwarczny A, Sulewski M, Błaszczuk A. Charakterystyka kompozytowych materiałów stomatologicznych stosowanych w gabinetowych systemach CAD/CAM. *Inż Fiz Med.* 2020;9(1):57–61.
12. Lauvahutanon S, Takahashi H, Shiozawa M, Iwasaki N, Asakawa Y, Oki M, Finger WJ, Arksornnukit M. Mechanical properties of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dent Mater J.* 2014;33(5):705-10. <https://doi.org/10.4012/dmj.2014-208>.
13. Tekçe N, Fidan S, Tuncer S, Kara D, Demirci M. The effect of glazing and aging on the surface properties of CAD/CAM resin blocks. *J Adv Prosthodont.* 2018;10(1):50-7. <https://doi.org/10.4047/jap.2018.10.1.50>.

14. Doray PG, Eldiwany MS, Powers JM. Effect of resin surface sealers on improvement of stain resistance for a composite provisional material. *J Esthet Restor Dent.* 2003;15(4):244-9; discussion 249-50. <https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2003.tb00292.x>.
15. 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. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2020.09.005>.
16. Vechiato Filho AJ, Santos DM, Goiato MC, Medeiros RA, Moreno A, Bonatto LR, Rangel EC. Surface characterization of lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. *J Prosthet Dent.* 2014;112(5):1156-1163. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2014.02.021>.
17. Santos D, Vechiato-Filho A, Pesqueira A, Guiotti A, Rangel E, Cruz N, Goiato M. Effect of nonthermal plasma treatment on the surface of dental resins immersed in artificial saliva. *J Polym Eng.* 2016;36(8): 785-93. <https://doi.org/10.1515/polyeng-2015-0333>.
18. Backer AD, Münchow EA, Eckert GJ, Hara AT, Platt JA, Bottino MC. Effects of Simulated Gastric Juice on CAD/CAM Resin Composites-Morphological and Mechanical Evaluations. *J Prosthodont.* 2017;26(5):424-31. <https://doi.org/10.1111/jopr.12420>.
19. Willers AE, Silva BTF, Siriani LK, Cesar PF, Matos AB. Effect of erosive and abrasive challenges on the glaze layer applied to ceramic materials. *J Esthet Restor Dent.* 2020;32(8):815-22. <https://doi.org/10.1111/jerd.12643>.
20. Egilmez F, Ergun G, Cekic-Nagas I, Vallittu PK, Lassila LVJ. Does artificial aging affect mechanical properties of CAD/CAM composite materials. *J Prosthodont Res.* 2018;62(1):65-74. <https://doi.org/10.1016/j.jpor.2017.06.001>.
21. 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):207-18. <https://doi.org/10.1111/jopr.12716>.
22. 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):1445-52. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.09.010>.

23. Zamperini CA, Machado AL, Vergani CE, Pavarina AC, Rangel EC, Cruz NC. Evaluation of fungal adherence to plasma-modified polymethylmethacrylate. *Mycoses*. 2011;54(5):e344-51. <https://doi.org/10.1111/j.1439-0507.2010.01921.x>.

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, Yılmaz 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, Yılmaz 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, Yılmaz 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.