

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
FACULDADE DE FARMÁCIA, ODONTOLOGIA E ENFERMAGEM
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

BRUNA ALBUQUERQUE GARCIA

EFEITOS DO TRATAMENTO COM PLASMA NÃO TÉRMICO EM SUPERFÍCIES
DE TITÂNIO E MATERIAIS CERÂMICOS

FORTALEZA

2016

BRUNA ALBUQUERQUE GARCIA

**EFEITOS DO TRATAMENTO COM PLASMA NÃO TÉRMICO EM SUPERFÍCIES
DE TITÂNIO E MATERIAIS CERÂMICOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica.

Orientadora: Profa. Dra. Karina Matthes de Freitas Pontes.

FORTALEZA

2016

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca de Ciências da Saúde

-
- G198e Garcia, Bruna Albuquerque.
Efeitos do tratamento com plasma não térmico em superfícies de titânio e materiais cerâmicos/ Bruna Albuquerque Garcia. – Fortaleza, 2016.
79 f. : il.; 30 cm
- Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Ceará. Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem. Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Fortaleza, 2016.
Área de concentração: Clínica Odontológica.
Orientação: Profa. Dra. Karina Matthes de Freitas Pontes.
1. Gases em Plasma. 2. Propriedades de Superfície. 3. Titânio. 4. Porcelana Dentária.
I. Título.

CDD 617.6

BRUNA ALBUQUERQUE GARCIA

"EFEITOS DO TRATAMENTO COM PLASMA NÃO TÉRMICO EM SUPERFÍCIES
DE TITÂNIO E MATERIAIS CERÂMICOS."

Dissertação de Mestrado a ser apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica.

NOTA Aprovada

DATA DE APROVAÇÃO 17 . 02 . 2016 .

KARINA MATTHES DE FREITAS PONTES (orientadora)

Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem – UFC

Karina Matthes de Freitas Pontes

WAGNER ARAÚJO DE NEGREIROS

Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem – UFC

Wagner Araújo de Negreiros

MÁRCIA ROSA SOBREIRA CAVALCANTE

Curso de Odontologia da Universidade de Fortaleza – UNIFOR

Márcia Rosa Sobreira Cavalcante

AGRADECIMENTOS

A DEUS, o Senhor da minha vida, que me sustentou e abençoou todos os dias, carregando o fardo em suas costas, tornando minha jornada mais leve por ter fé em Seu nome.

Aos meus pais, EDUARDO e MARTA, por todo carinho, amor, compreensão, apoio, palavras de motivação, amizade e principalmente por serem exemplos de caráter, de humildade e por terem me ensinado os caminhos do Senhor. Obrigada por tudo, amo vocês!

Aos meus irmãos, CAMILA e JOÃO, que são bênçãos na minha vida. Agradeço por serem exemplos para mim, por serem pessoas que buscam conquistar o que sonham com humildade e determinação, cheias de bondade e amor.

À minha querida cunhada CYNARA e as minhas sobrinhas princesas LAURA e CLARA. Vocês são presentes de Deus em nossas vidas.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha orientadora, Prof(a) DRA. KARINA MATTHES DE FREITAS PONTES, que ainda na graduação, tão gentilmente, me acolheu, acreditando no meu trabalho e ensinando os caminhos da pesquisa. Agradeço por ter me apoiado a entrar no mestrado e a continuar no doutorado, o seu exemplo como excelente orientadora, professora, cirurgiã-dentista, amiga, esposa e mãe me incentivou a escolher esse caminho. Agradeço pela imensa atenção para comigo, pelo exemplo de honestidade, de ética, de comprometimento e de responsabilidade. Sinto-me orgulhosa de ser sua orientanda. Muito obrigada!

Aos amigos NICOLLE BURGOS e HALLISSON MESQUITA, meus queridos "escravinhos", que foram fundamentais para a execução desse trabalho. Agradeço por toda paciência e disponibilidade. Desejo que vocês continuem sendo essas pessoas maravilhosas com o coração sempre disposto a ajudar. Sei que serão excelentes profissionais!

Às amigas que colaboraram na pesquisa, BRUNA FROTA, RAMILLE ARAÚJO, DANIELLE LOIOLA, por toda ajuda e paciência. Desejo que vocês conquistem os seus sonhos e que continuem sempre sendo pessoas gentis.

Ao laboratório de Pesquisa do Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará, em especial ao técnico DAVID QUEIROZ, que durante toda a pesquisa esteve presente e disponível para ajudar.

À Universidade de New York, com destaque a Prof(a) DRA SIMONE DUARTE, que nos emprestou o equipamento do plasma de argônio.

À Central Analítica da Universidade Federal do Ceará, pelo tempo e disposição para análise dos espécimes dessa pesquisa.

Ao departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, em especial à Prof(a). Dr(a). REGINA GUENKA PALMA DIBB e Dr(a) JULIANA JENDIROBA FARAONI-ROMANO que

disponibilizaram o aparelho microscópio confocal para realização desse trabalho. Agradeço por toda ajuda e paciência durante a minha estadia em Ribeirão Preto.

À Prof(a) Dr(a) ADRIANA NUNES CORREIA e aos colegas do Programa de Pós-graduação em Química por terem me recebido tão bem em seus laboratórios durante o meu mestrado.

À Prof(a) Dr(a) LIDIANY KARLA AZEVEDO RODRIGUES, que foi coordenadora do Programa de Pós-graduação em Odontologia da UFC durante o meu mestrado, agradeço pela atenção dada a todos os alunos e ao programa. Parabéns pelo trabalho realizado.

Aos PROFESSORES do Programa de Pós-graduação em Odontologia da UFC, que muito me ensinaram. A garra e a capacidade demonstrada por todos foram grandes incentivos em minha carreira, servindo de exemplo em minha vida.

Aos TITULARES e SUPLENTEs da banca de defesa, por suas disponibilidade e apoio.

À instituição de fomento CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), pelos recursos financeiros que propiciaram o nosso estudo.

Em especial, ao professor MARCUS AURÉLIO LIMA VERDE (*in memoriam*), que foi um homem abençoado por Deus. Agradeço pelo exemplo, muito mais que um excelente professor e cirurgião-dentista, um ser humano, que utilizava as suas mãos para trazer saúde e conforto para seus pacientes. Que me mostrou como é possível atender com amor e saber respeitar cada paciente. Os conselhos, os ensinamentos, as piadas, as risadas e as conversas jogadas fora ficarão sempre guardadas com carinho em minhas lembranças. Saudades!

RESUMO

Propriedades adesivas dos materiais odontológicos, como molhamento e rugosidade de superfície são importantes para estudos de efeitos de cimentações de peças protéticas, restaurações e reparos, unindo diferentes materiais e, até mesmo, adesão de células em implantes dentais. Modificações nas superfícies desses materiais podem contribuir para melhoria dessas propriedades. Este estudo analisou os efeitos do tratamento com plasma não térmico em superfícies de titânio puro, cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio e cerâmica feldspática. Espécimes de titânio foram distribuídos em três grupos (n=5): sem tratamento (ST); tratamento com gás argônio, 6 minutos; e tratamento com plasma de argônio, 6 minutos, 10W/1 bar. Foram analisados: ângulo de contato logo após o tratamento (TI), após uma hora (TH) e após uma semana (TS); rugosidade de superfície (Sa); e topografia de superfície (MEV). Espécimes das cerâmicas foram distribuídos em dois grupos (n=5): ST e plasma de argônio 6 minutos, 10W/1bar. Foram analisados: ângulo de contato logo após o tratamento (TI), após uma hora (TH) e após uma semana (TS); rugosidade de superfície (Sa); topografia de superfície (MEV) e resistência de união (MPa). Os dados foram submetidos aos testes Shapiro-Wilk, análise de variância (um critério), Tukey e t de Student ($\alpha=0,05$). No titânio houve diminuição significativa do ângulo de contato ($p<0,0001$) no grupo plasma TI ($8,4\pm1,8$), TH ($15,7\pm3,4$) e TS ($14,8\pm4,5$), comparando-se ao grupo ST ($30,7\pm1,6$). Ao comparar o grupo gás TI ($24,1\pm6,1$), TH ($26,5\pm6,3$) e TS ($26,2\pm5,7$) ao grupo ST ($30,7\pm1,6$), não houve diferença significativa ($p=0,07$). Houve aumento significativo da rugosidade de superfície ($p=0,01$) no grupo tratado com plasma ($1,1\pm0,04$) quando comparados aos grupos ST ($0,09\pm0,08$) e grupo gás ($1,0\pm0,05$). No MEV, observou-se superfície mais irregular nos espécimes tratados com plasma. O dissilicato de lítio apresentou uma redução significativa ($p=0,0003$) do ângulo de contato no grupo plasma TI ($5,0\pm0,2$) e TH ($5,5\pm1,0$), quando comparado ao grupo ST ($9,6\pm2,6$); apresentou um aumento significativo na rugosidade superficial ($p=0,02$) no grupo plasma ($1,1\pm0,4$) quando comparado ao grupo ST ($0,6\pm0,2$) e um aumento significativo na resistência de união (MPa) ($p=0,0005$) no grupo plasma ($27,6\pm3,7$) quando comparado ao grupo ST ($11,2\pm2,1$). Na cerâmica feldspática, quando comparado o ângulo de contato dos grupos ST ($30,0\pm6,5$), plasma TI ($8,3\pm2,7$), TH ($12,9\pm3,3$) e TS ($16,2\pm2,4$), observou-se uma redução significativa

($p < 0,0001$) do grupo plasma; na rugosidade de superfície houve um aumento significativo ($p = 0,03$) no grupo plasma ($1,7 \pm 0,6$) quando comparado ao grupo ST ($1,0 \pm 0,2$). As imagens do MEV do grupo plasma, quando comparadas com o grupo ST, apresentaram uma topografia mais irregular tanto para o dissilicato de lítio, quanto para a feldspática. O tratamento com plasma não térmico melhorou o molhamento e aumentou a rugosidade de superfície dos três materiais analisados: titânio e cerâmicas de dissilicato de lítio e feldspática. Esse tratamento, também aumentou a resistência de união na cimentação adesiva em cerâmicas de dissilicato de lítio.

Descritores: Gases em Plasma. Propriedades de Superfície. Titânio. Porcelana Dentária.

ABSTRACT

Adhesive properties of dental materials such as wetting and surface roughness are important for studies of cementing effects of prosthetic devices, repairs and restorations, combining different materials and even cell adhesion in surgical biomaterials. Modifications in the surfaces of these materials can contribute to improve these properties. This study examined the effects of treatment with argon plasma on surfaces of pure titanium, glass-ceramics reinforced by lithium disilicate and feldspar ceramic. Titanium specimens were divided into three groups (n=5): no treatment (NT); treatment with argon gas, 6 minutes; and treatment with argon plasma, 6 minutes, 10W/1 bar. Contact angle after treatment (IT) - after one hour (HT) and after one week (WT); surface roughness (Sa); and evaluation in a scanning electron microscope (SEM) were analyzed. Ceramic specimens were divided into two groups (n=5): NT and argon plasma 6 minutes, 10W / 1 bar. Contact angle after treatment (IT) – after one hour (HT) and after one week (WT); and surface roughness (Sa) and SEM evaluation and microtensile (MPa) were analyzed. The data were submitted to the Shapiro-Wilk test, analysis of variance (one-way), Tukey and t-Student test ($\alpha=0.05$). In titanium there was a significant decrease in the contact angle ($p<0.0001$) in plasma group IT (8.4 ± 1.8), HT (15.7 ± 3.4) and WT (14.8 ± 4.5) compared to the NT group (30.7 ± 1.6). By comparing the gas group IT (24.1 ± 6.1), HT (26.5 ± 6.3) and WT (26.2 ± 5.7) to the NT group (30.7 ± 1.6) there was no significant difference ($p=0.0793$). There was a significant increase in surface roughness ($p=0.0144$) in the group treated with plasma (1.1 ± 0.04) compared to NT groups (0.09 ± 0.08) and gas group (1.0 ± 0.05). In SEM, there was more irregular surface in the specimens treated with plasma. Lithium disilicate showed a significant decrease ($p=0.0003$) contact angle plasma group IT (5.0 ± 0.2) and HT (5.5 ± 1.0) when compared with the group NT (9.6 ± 2.6); showed a significant increase in surface roughness ($p=0.02$) in the plasma group (1.1 ± 0.4) when compared to the NT group (0.6 ± 0.2) and a significant increase in bond strength (MPa) of a resin cement ($p=0.0005$) in plasma group (27.6 ± 3.7) compared to the NT group (11.2 ± 2.1). In feldspathic ceramics, when compared to the contact angle of the NT group (30.0 ± 6.5), plasma IT (8.3 ± 2.7), HT (12.9 ± 3.3) and ST ($16,2\pm 2.4$), we observed a significant ($p<0.0001$) plasma group; the surface roughness has increased significantly ($p=0.03$) in the plasma group (1.7 ± 0.6) when compared to the NT group

(1.0 ± 0.2). The SEM images plasma group when compared to the NT group exhibited a much more irregular topography both for lithium disilicate and for feldspar. The treatment with argon plasma enhanced wetting and increased roughness of the three surface examined materials: titanium and ceramic lithium disilicate and feldspar. This treatment also increased the bond strength in adhesive cementation on ceramic lithium disilicate.

Key words:

Plasma gases. Surface properties. Titanium. Dental porcelain.

SUMÁRIO

| | |
|---|-----------|
| 1 INTRODUÇÃO GERAL..... | 11 |
| 2 PROPOSIÇÃO..... | 15 |
| 3 CAPÍTULOS – Artigos para publicação..... | 17 |
| 3.1 CAPÍTULO 1 - “INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO COM PLASMA DE ARGÔNIO NO MOLHAMENTO E NA RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE DE TITÂNIO PURO” | 19 |
| 3.2 CAPÍTULO 2 – “EFEITOS DO TRATAMENTO COM PLASMA NÃO TÉRMICO EM SUPERFÍCIES DE MATERIAIS CERÂMICOS” | 34 |
| 4 CONCLUSÕES GERAIS..... | 54 |
| REFERÊNCIAS GERAIS | 56 |
| ANEXOS | |
| APÊNDICE A | 62 |
| APÊNDICE B..... | 63 |
| APÊNDICE C | 64 |
| APÊNDICE D..... | 67 |
| APÊNDICE E..... | 68 |
| APÊNDICE F | 69 |
| APÊNDICE G..... | 72 |
| ANEXO A | 74 |
| ANEXO B..... | 76 |

1 Introdução Geral

1 INTRODUÇÃO GERAL

As propriedades adesivas dos materiais odontológicos podem influenciar, em diversas situações, o sucesso clínico de um tratamento. Entre essas propriedades, pode-se destacar o molhamento, a energia de superfície e a rugosidade de superfície (CHIESA et al., 2007; JETTI et al., 2015).

Em qualquer situação de adesão, um líquido que irá interagir com uma superfície sólida deve ter a capacidade de molhar tal superfície. Essa capacidade, o molhamento, pode ser avaliado pelo ângulo formado entre a superfície de um líquido ao entrar em contato com um sólido, que é chamado de ângulo de contato. O valor do ângulo de contato depende principalmente da energia de superfície do sólido e da tensão superficial do líquido. Através da avaliação do valor desse ângulo é possível mensurar o nível de reatividade de superfícies. Se a gota ficar esférica, formando um elevado ângulo, indica uma baixa energia de superfície e se a gota se espalhar sobre a superfície, formando um ângulo pequeno, indica uma alta energia de superfície (LOPES et al., 2014).

A rugosidade de superfície é outra propriedade que influencia a adesão pois, quando aumentada, possibilita um aumento da área superficial disponível para a adesão, o que favorece um embricamento mecânico para retenção do agente de união (OYAGÜE et al., 2009).

Restaurações indiretas com cerâmicas de dissilicato de lítio e feldspáticas têm sido amplamente utilizadas em Odontologia. Nessas situações, é fundamental obter-se um sucesso na adesão entre a cerâmica e o substrato, para que se possa ter uma boa performance clínica (FABIANELLI et al., 2010; JETTI et al., 2015).

As propriedades de rugosidade de superfície e molhamento também têm sua importância em outras áreas da Odontologia, como a Implantodontia. A osseointegração dos implantes dentais é diretamente controlada pela interação entre as células do organismo implantado e a superfície do biomaterial utilizado (Sá et al., 2009). No entanto, pode-se notar que a qualidade e o número das células que se aderem aos implantes é influenciada pela rugosidade superficial e molhamento da superfície do titânio (ROSALES-LEAL et al., 2010; JEMAT et al., 2015).

Um tratamento simples e não poluente que tem sido utilizado em diversas áreas da Odontologia é o tratamento com plasma. O plasma é um gás parcialmente

ionizado que foi identificado por William Crookes em 1879 e estima-se que mais de 99% da matéria conhecida do universo encontra-se em tal estado. É considerado o quarto estado da matéria, sendo os outros estados o sólido, líquido e gasoso. Para obter o estado de plasma, é necessário que seja aplicado uma energia em um gás inerte que irá produzir íons, elétrons e radicais, passando do estado de gás inerte para o estado de plasma (HOFFMANN et al., 2013).

Existem dois tipos de plasma: térmico e não térmico (ou atmosférico frio). O térmico possui elétrons e partículas pesadas (neutrons e íons) na mesma temperatura ($T_{elétrons} = T_{ion e neutrons} = T_{gás}$); o plasma atmosférico frio é chamado não térmico porque seus elétrons tem uma temperatura mais elevada que as partículas pesadas que estão à temperatura ambiente ($T_{elétrons} \gg T_{ion e neutrons} = T_{gás}$). Ele é um tipo de plasma, cuja temperatura é menor que 40 graus celsius no ponto de aplicação (HOFFMANN et al., 2013).

A natureza do gás de plasma é importante, uma vez que influencia a temperatura do plasma. O plasma de argônio é classificado como atmosférico não térmico, e este possui como uma de suas características promover um aumento na energia de superfície, devido a alta quantidade de espécies reativas que são geradas (TENDERO et al., 2006; COELHO et al., 2012).

O plasma tem sido utilizado e pesquisado por diversos autores. Análises têm sido realizadas sobre o potencial antimicrobiano em casos de cárie dentária, doença periodontal e em dentes com infecções endodônticas, devido a sua elevada eficiência na desativação de biofilmes e microorganismos como, *P. gingivalis* (MAHASNEH et al., 2011) e *S. mutans*, *E. coli*, *L. casei* e *C. albicans* (RUPF et al., 2010). Para desenvolver um método de esterilização que possa ser empregado na maioria dos materiais odontológicos, como metais, borrachas e plásticos, pesquisadores têm investigado a possibilidade do uso do plasma como um esterilizador universal (KOBAN et al., 2011). Tem se pesquisado também o uso do plasma em clareamento dental, pois alguns pesquisadores acreditam que espécies reativas formadas na interface dentes-líquido-plasma podem causar melhorias nos resultados de clareamento (LEE et al., 2010; PARK et al., 2011). Adicionalmente, tem se pesquisado o uso do plasma em restaurações com compósitos, acreditando-se que, pelo fato do plasma gerar espécies reativas, ao entrar em contato com a superfície do compósito e do elemento dental, promove modificações micro-

estruturais e químicas de superfície, que melhoram a adesão entre dentina e compósito (YAVIRACH et al., 2009; ANDY et al., 2010). Desta forma, o plasma também tem sido proposto para melhorar propriedades de molhamento e rugosidade de superfície de cerâmicas e implantes odontológicos (SÁ et al., 2009; HAN et al., 2012).

2 Proposição

2 PROPOSIÇÃO

O objetivo geral deste trabalho foi avaliar os efeitos do tratamento com plasma não térmico em propriedades de superfície de diferentes materiais odontológicos, representados por titânio e cerâmicas vítreas.

Os objetivos específicos foram avaliar os efeitos do tratamento com plasma não térmico de argônio em:

- superfície de titânio puro, por meio de testes de ângulo de contato, rugosidade de superfície por microscopia confocal a laser e topografia por microscopia eletrônica de varredura.
- superfícies de cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio e feldspática, por meio de análises de ângulo de contato, rugosidade de superfície por microscopia confocal a laser e topografia por microscopia eletrônica de varredura.
- resistência de união da cimentação resinosa da cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio.

3 Capítulos

3 CAPÍTULOS

Esta dissertação está escrita de acordo com o Artigo 46 do Regimento Interno do Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará, que regulamenta o formato alternativo para dissertações de mestrado e teses de doutorado e permite a inserção de artigos científicos de autoria e co-autoria do candidato. Assim sendo, essa dissertação é composta por dois capítulos, contendo artigos que serão submetidos à publicação, conforme descrito na sequência:

3.1 CAPÍTULO 1

“Influência do tratamento com plasma de argônio no molhamento e na rugosidade de superfície de titânio puro. ” Este artigo será submetido à publicação no periódico **“The International Journal of Oral and Maxillofacial Implants”** (Anexo A).

3.2 CAPÍTULO 2

“Efeitos do tratamento com plasma não térmico em superfícies de materiais cerâmicos. ” Este artigo será submetido à publicação no periódico **“Brazilian Oral Research”** (Anexo B).

3.1 CAPÍTULO 1

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO COM PLASMA DE ARGÔNIO NO MOLHAMENTO E NA RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE DE TITÂNIO PURO

RESUMO

A osseointegração dos implantes dentais é diretamente controlada pela interação entre as células do organismo humano e a superfície do implante utilizado. Modificações em sua superfície podem contribuir para melhoria da osseointegração. Este estudo analisou os efeitos do tratamento com plasma de argônio na superfície do titânio puro. Espécimes foram distribuídos em três grupos (n=5): sem tratamento (ST); tratamento com gás argônio, 6 minutos; e tratamento com plasma de argônio, 6 minutos, 10W/1 bar. Foram analisados: ângulo de contato logo após o tratamento (TI), após uma hora (TH) e após uma semana (TS); rugosidade de superfície (Sa) e topografia de superfície (MEV). Os dados foram submetidos aos testes Shapiro-Wilk, análise de variância (um critério) e Tukey ($\alpha=0,05$). Houve diminuição significativa do ângulo de contato ($p<0,0001$) no grupo plasma TI ($8,4\pm1,8$), TH ($15,7\pm3,4$) e TS ($14,8\pm4,5$), comparando-se ao grupo ST ($30,7\pm1,6$). Ao comparar o grupo gás TI ($24,1\pm6,1$), gás TH ($26,5\pm6,3$) e gás TS ($26,2\pm5,7$) ao grupo ST ($30,7\pm1,6$) não houve diferença significativa ($p=0,07$). Houve aumento significativo da rugosidade de superfície ($p=0,01$) no grupo tratado com plasma ($1,1\pm0,04$) quando comparados aos grupos ST ($0,09\pm0,08$) e grupo gás ($1,0\pm0,05$). No MEV, observou-se superfície mais irregular nos espécimes tratados com plasma. Concluiu-se que o tratamento com plasma de argônio melhorou o molhamento do titânio puro e aumentou a rugosidade de superfície.

Descritores: Gases em plasma. Propriedades de superfície. Titânio.

ABSTRACT

The osseointegration of dental implants is directly controlled by the interaction between the cells from the human body and the surface of the implant used. Changes in the surface can contribute to improve the osseointegration. This study examined the effects of treatment with argon plasma on the surface of pure titanium. Specimens were divided into three groups (n=5): no treatment (NT); treatment with argon gas, 6 minutes; and treatment with argon plasma, 6 minutes, 10W / 1 bar. Contact angle after treatment (IT) - after one hour (HT) and after one week (WT); surface roughness (Sa); and surface topography (SEM) were analyzed. The data were submitted to the Shapiro-Wilk test, analysis of variance (one-way) and Tukey ($\alpha=0.05$). There was a significant decrease in the contact angle ($p<0.0001$) in plasma group IT (8.4 ± 1.8), TH (15.7 ± 3.4) and TS (14.8 ± 4.5) compared to the NT group (30.7 ± 1.6). When compared to the gas group IT (24.1 ± 6.1), gas HT (26.5 ± 6.3) and WT gas (26.2 ± 5.7) to the NT group (30.7 ± 1.6) there was no significant difference ($p=0.07$). There was a significant increase in surface roughness ($p=0.01$) in the group treated with plasma (1.1 ± 0.04) compared to NT groups (0.09 ± 0.08) and gas group (1.0 ± 0.05). In SEM, there was more irregular surface in the specimens treated with plasma. It was concluded that treatment with argon plasma improved the wetting of pure titanium and increased surface roughness.

Key words: Plasma gases. Surface properties. Titanium.

INTRODUÇÃO

A osseointegração dos implantes dentais é diretamente controlada pela interação entre as células do organismo humano e a superfície do implante utilizado¹. O titânio é o material de escolha para os implantes dentais, pois, apresenta importantes propriedades, como excelente biocompatibilidade², resistência à corrosão, alta resistência mecânica e relativo baixo módulo de elasticidade³. No entanto, pode-se notar que a qualidade e o número das células que se aderem aos implantes é influenciada por algumas propriedades de superfície, como rugosidade e molhamento^{4,5}. Portanto, para melhorar a topografia de superfície de um biomaterial, este deve passar por tratamentos que modifiquem estas propriedades e influenciem diretamente nos processos de adesão, proliferação e diferenciação celular^{6,7}. Estas modificações podem interferir positivamente no crescimento e qualidade do tecido neoformado⁸.

A rugosidade de superfície é uma propriedade que apresenta papel fundamental na regulação da adesão e proliferação¹. Superfícies rugosas favorecem à deposição e melhor distribuição de proteínas e aumenta o crescimento de tecido ósseo ao redor do implante⁹. O molhamento é outra importante propriedade relacionada à adesão celular e influencia diretamente na osseointegração, pois, o primeiro tecido a atingir a superfície dos implantes de titânio é o sangue e 90% do seu plasma é composto por água. A avaliação desta propriedade pode ser feita através da determinação do ângulo de contato, que quanto menor, maior o molhamento da superfície¹.

Diversas técnicas com a finalidade de modificar a topografia de superfície e aumentar a biomecânica da interação osso-implante têm sido propostas, como por exemplo, tratamento com hidroxiapatita^{10,11}, estrôncio ou oxidação¹², jateamento e condicionamento ácido^{10,12}. Dentre os tipos de tratamento de superfície, também tem sido estudada a aplicação de plasma, cujas indicações têm avançado significativamente nos últimos anos, principalmente devido à sua versatilidade. O plasma é um gás ionizado, que representa o quarto estado da matéria e constitui 99% do universo, este é criado através da aplicação de energia a um gás inerte, com o objetivo de reorganizar sua estrutura eletrônica para a produção de íons, elétrons e radicais carregados^{14,15}. A natureza do gás de plasma é importante uma vez que influencia a temperatura do plasma. O plasma de argônio é classificado como não térmico (PNT), e possui como uma de suas características, a capacidade

de promover aumento na energia de superfície, devido a alta quantidade de espécies reativas que são geradas, melhorando o molhamento de substratos diversos, sendo também uma alternativa não poluente para tratamento de superfícies^{16,17}.

Estudos com o tratamento de superfície em titânio utilizando PNT têm mostrado que esse tratamento pode aumentar a capacidade de molhamento^{1,9,14,16} e aumentar a rugosidade^{1,16}. No entanto, ainda não se encontram na literatura estudos a respeito da durabilidade da energia de superfície aumentada em titânio tratado com PNT.

Diante da ampla utilização de implantes de titânio e da necessidade de constante aprimoramento das superfícies desses biomateriais, para favorecimento da osseointegração, o presente estudo tem como objetivo analisar os efeitos do tratamento com plasma de argônio em superfícies de titânio puro por meio de testes de rugosidade de superfície, ângulo de contato e microscopia eletrônica de varredura. A hipótese de trabalho desse estudo é que o tratamento com plasma poderia alterar significativamente as propriedades de superfície do titânio puro.

MATERIAIS E MÉTODOS

Delineamento experimental

Este estudo experimental *in vitro* analisou os efeitos do tratamento com plasma de argônio em titânio puro por meio das variáveis: molhamento por análise do ângulo de contato, rugosidade de superfície com microscopia confocal e topografia por microscopia eletrônica de varredura. Espécimes foram preparados e distribuídos aleatoriamente em três grupos (n=5): grupo sem tratamento (ST), grupo com tratamento de gás de argônio (G) e grupo com tratamento de plasma de argônio (P).

Preparação dos espécimes

Para a confecção dos 15 corpos de prova foi utilizada uma lâmina de titânio puro de 0,5 mm de espessura (TiBrasil Titânio Ltda, São Paulo), que foi cortada com tesoura, confeccionando amostras de dimensões de 1,5 por 1,5 cm.

Os corpos de prova foram levados a uma cuba ultrassônica com ácido oxálico 10% por 15 minutos²⁰, para a remoção da camada de óxido que se forma na

superfície quando o metal é exposto ao ar ou a fluidos teciduais. Após isto, os corpos foram levados à cuba ultrassônica por 5 minutos com água ultrapura para serem lavados, removendo qualquer resíduo de ácido oxálico, em seguida foram realizados os tratamentos com gás de argônio e com o plasma de argônio. Os corpos foram armazenados em água ultrapura, até a realização dos testes.

Tratamento com gás de argônio e plasma de argônio

Para realização dos tratamentos foi utilizado um aparelho de plasma não térmico (KinPen 09, INP Greifswald, Germany). Este aparelho é composto por uma unidade portátil (170 mm de comprimento, 20 mm de diâmetro, pesando 170g), conectada a uma fonte de energia de alta frequência (frequência 1,1Mhz, 2-6kV pico a pico, 10 W de potência) para a geração do jato de plasma em pressão atmosférica. A fonte do PNT operou com gás argônio (Ar) com fluxo de liberação de 5 litros por minuto. A chama do PNT que sai do bocal tem 1,5 mm de diâmetro e um alcance de 5 mm de distância. No grupo G, foi realizada uma aplicação por 6 minutos apenas do gás de argônio por toda a superfície de cada corpo de prova, e no grupo P, foi realizado uma aplicação do plasma de argônio por 6 minutos com 10W/1bar em cada corpo de prova²¹. Após a realização do tratamento, os corpos foram armazenados em água ultrapura, até a realização dos testes (APÊNDICE A).

Ângulo de contato

Para análise do ângulo de contato foi utilizada uma câmera digital com lente objetiva de 105 mm, com função macro (Nikon D90, Nikon Inc, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan). Foi gotejada 3 μ l de água destilada sobre a superfície de cada corpo de prova dos três grupos, sendo realizadas cinco fotografias para cada gota em intervalos de 0, 10, 20, 30 e 60 segundos. As imagens foram analisadas para medir o ângulo de contato em um programa de computador (ImageJ 1.46r, National Institutes of Health, Bethesda, MD, USA) e foi obtida a média das cinco imagens para cada gota. Para o grupo sem tratamento, foi realizada uma única análise do ângulo de contato e para os grupos gás de argônio e plasma de argônio foram realizadas três análises: imediatamente após a aplicação do gás e do plasma (TI), uma hora após a aplicação do gás e do plasma (TH) e uma semana após a aplicação do gás e do plasma (TS) (APÊNDICE B).

Rugosidade de superfície

Um microscópio confocal a laser de 405 nm (Olympus LEXT OLS4000®, Olympus Corp, Japão) foi utilizado para avaliar a rugosidade de superfície. Selecionou-se uma lente objetiva de 5X, obtendo um aumento final de 107X, conectada a um computador com um software específico, fornecendo uma imagem tridimensional com o tamanho de 2574 por 2577 μm . As imagens foram realizadas nas áreas centrais de cada amostra, e foi obtido um valor numérico de rugosidade de superfície em μm (S_a)²¹. Os corpos de prova foram lavados em cubas ultrasonica com água destilada por cinco minutos antes de serem avaliados, para a remoção de qualquer resíduo¹⁹.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Foram confeccionadas 2 amostras adicionais de cada grupo para análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) que passaram pelo processo de metalização. O aparelho utilizado foi o INSPECT 50 (FEI, Hillsboro, USA) com uma voltagem de aceleração de 30 kV. Para a obtenção das imagens microscópicas, um feixe de elétrons foi aplicado às amostras. Imagens com ampliação 2000x foram obtidas de áreas representativas nas amostras.

Análise dos dados

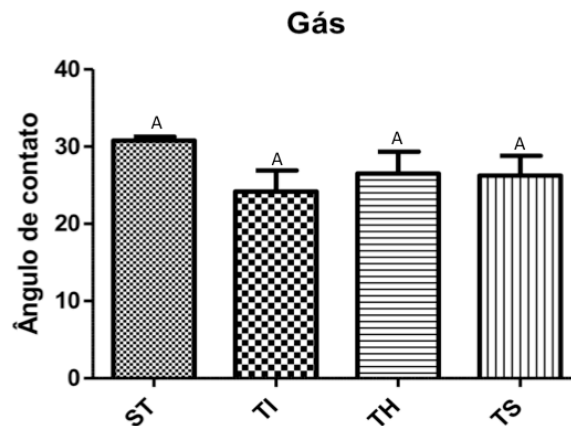
Os dados foram analisados pelo programa Graphpad Prism 5.02 (Graphpad Software Inc., La Jolla, EUA) sendo submetidos aos testes Shapiro-Wilk, análise de variância (um critério) e Tukey ($\alpha=0,05$).

RESULTADOS

Ângulo de contato

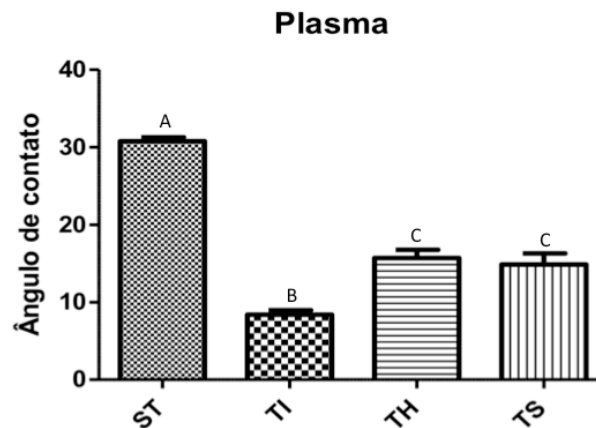
Quando comparados o grupo sem tratamento e o grupo gás, nos três diferentes tempos: grupo sem tratamento ($30,7\pm 1,6$), gás TI ($24,1\pm 6,1$), gás TH ($26,5\pm 6,3$) e gás TS ($26,2\pm 5,7$) ($p=0,0793$), não houve diferença significativa entre nenhuma comparação (Figura 01) (APÊNDICE C).

Figura 01: Comparação do ângulo de contato entre os grupos sem tratamento (ST) x gás imediato (TI), gás uma hora (TH) e gás uma semana (TS) ($p=0,0793$).



Na comparação entre o grupo sem tratamento e o grupo plasma, nos três diferentes tempos: grupo sem tratamento ($30,7 \pm 1,6$), plasma TI ($8,4 \pm 1,8$), plasma TH ($15,7 \pm 3,4$) e plasma TS ($14,8 \pm 4,5$), houve diferença significativa entre todos os grupos ($p < 0,0001$), com exceção da comparação entre o grupo plasma TH e plasma TS. (Figura 02).

Figura 02: Comparação do ângulo de contato entre os grupos sem tratamento (ST) x plasma imediato (TI), plasma uma hora (TH) e plasma uma semana (TS) ($p < 0,0001$).



Rugosidade de superfície

Houve um aumento significativo da rugosidade no grupo plasma ($1,1 \pm 0,04$) quando comparado ao grupo sem tratamento ($0,9 \pm 0,08$). No entanto, não houve diferença estatística significativa entre o grupo tratado com gás ($1,0 \pm 0,05$) e o sem tratamento ($0,9 \pm 0,08$) (Figuras 03 a 06).

Figura 03: Comparação da rugosidade superficial entre os grupos sem tratamento (ST) x gás x plasma ($p=0,0003$).

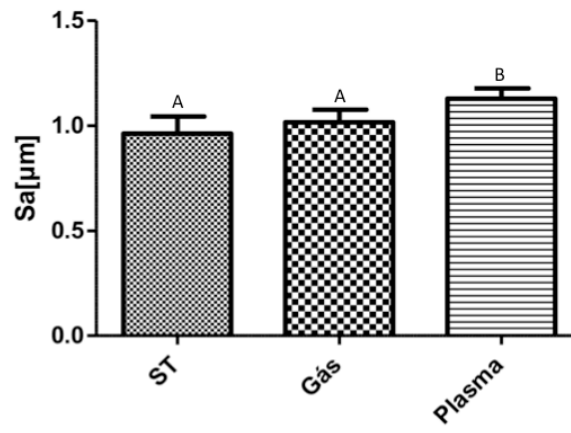


Figura 04: Imagem tridimensional de microscopia confocal a laser com aumento de 107 vezes de titânio puro, grupo sem tratamento.

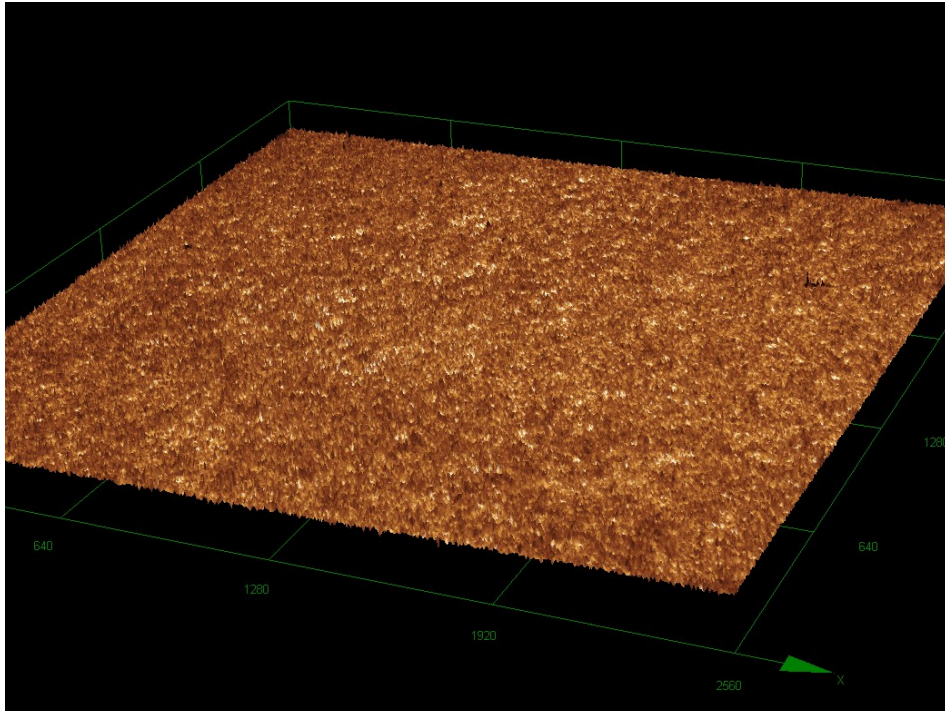


Figura 05: Imagem tridimensional de microscopia confocal a laser com aumento de 107 vezes de titânio puro, grupo gás de argônio.

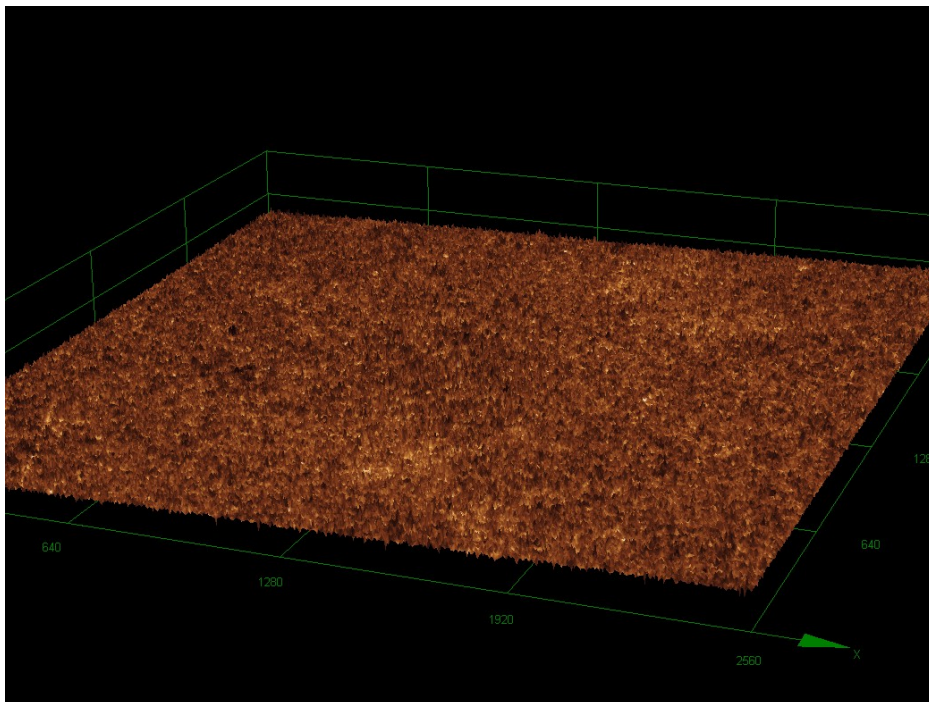
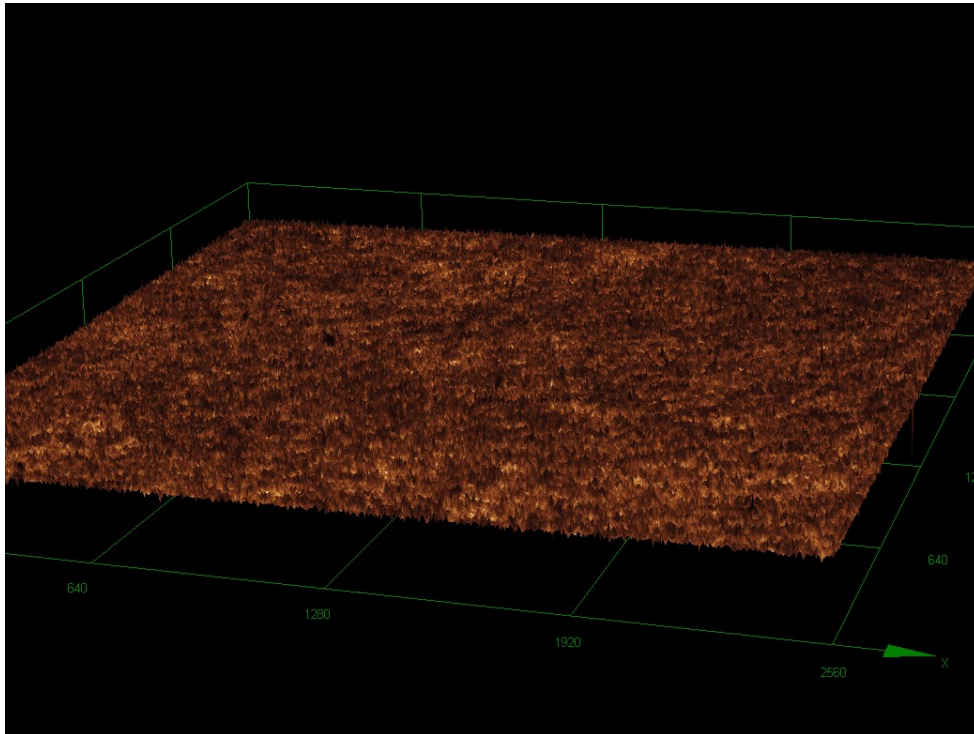


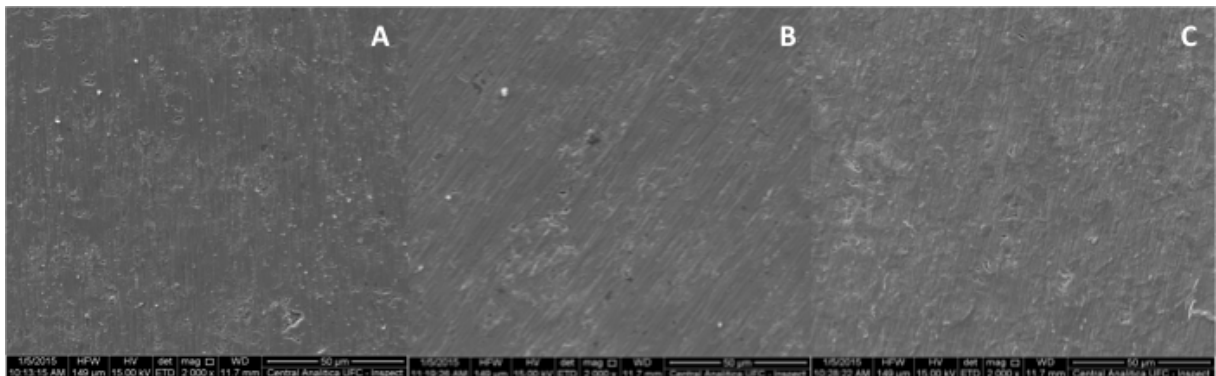
Figura 06: Imagem tridimensional de microscopia confocal a laser com aumento de 107 vezes de titânio puro, grupo plasma de argônio.



Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As imagens obtidas por meio da MEV ilustram as diferenças de topografia de superfície entre os grupos. A imagem do grupo plasma quando comparada com os outros grupos, sem tratamento e gás, apresenta uma topografia mais irregular (Figura 07).

Figura 07: Imagens de MEV com aumento de 2000 vezes de titânio puro. A: grupo sem tratamento, B: grupo gás argônio, C: grupo plasma de argônio.



DISCUSSÃO

Este estudo mostrou que o tratamento com plasma de argônio em titânio puro influenciou suas propriedades de superfície, desse modo a hipótese de trabalho foi confirmada.

Foi observada uma redução significativa do ângulo de contato após a aplicação do plasma de argônio, o que corroborou com estudos previamente realizados^{1,9,14,15,16}. Tal resultado sugere que o tratamento com plasma de argônio pode favorecer uma melhor interação entre a superfície de titânio do implante e o sangue, interferindo na osseointegração¹. No entanto, quando avaliado o efeito da aplicação apenas do gás de argônio, não houve uma redução significativa do ângulo de contato, desse modo, observamos que apenas o gás não é capaz de causar alterações na energia de superfície do titânio puro.

A redução do ângulo de contato no grupo plasma após uma hora não apresentou diferença significativa em relação a avaliação após uma semana, mostrando que a eficácia desse tratamento se manteve durante uma semana após a aplicação do plasma, com o material armazenado em água ultrapura. Esse resultado sugere que o plasma não exerce apenas um efeito imediato, levando à possibilidade de uso desse tratamento em indústrias de implantes dentais. No entanto, nesse

estudo foi realizado um acompanhamento apenas de uma semana, sendo ainda necessários novos estudos para avaliar a manutenção de sua eficácia em um período maior.

No presente estudo foi avaliado o efeito do tratamento com plasma de argônio em superfícies de titânio puro em relação a rugosidade de superfície. Observou-se que o grupo plasma aumentou significativamente a rugosidade, quando comparado ao grupo sem tratamento. Tal resultado pode sugerir que o tratamento de superfície de titânio com plasma de argônio pode favorecer a osseointegração, uma vez que um aumento na rugosidade pode induzir uma melhor aderência de células progenitoras de células neoformadas de osso⁹. Este resultado é compatível com estudos realizados anteriormente^{1,9}. No entanto, quando comparado o grupo gás ao grupo sem tratamento, não houve um aumento na rugosidade significativo, o que pode nos sugerir que a aplicação apenas do gás de argônio não é capaz de causar alterações na rugosidade de superfície do titânio, sendo realmente necessário o tratamento com o plasma de argônio.

A análise dos corpos através do MEV mostrou que o corpo tratado com plasma apresenta maior irregularidade da topografia de superfície quando comparado aos grupos tratado com gás e sem tratamento, que apresentaram uma superfície mais regular. Esta diferença topográfica se deve ao fato de que ao tratar a superfície do titânio com plasma de argônio, existe uma pulverização catódica nas partículas da superfície, que conseqüentemente irá gerar irregularidades, produzindo uma superfície mais rugosa¹.

Neste estudo foram analisadas propriedades de superfície que podem influenciar na osseointegração por, hipoteticamente, melhorar a adesão celular, no entanto, são necessários estudos com culturas celulares para observar o real comportamento diante do tratamento com plasma não térmico. Foi realizado um acompanhamento de uma semana em relação ao efeito do tratamento com plasma não térmico no molhamento, no entanto, mais estudos são necessários, com acompanhamento de um tempo maior para avaliar ainda mais a longevidade do efeito desse tratamento. Pesquisas sobre a aplicação de plasma associada a tratamentos já conhecidos também poderão ser realizadas.

Neste trabalho foi utilizado um aparelho de plasma não térmico com um fluxo de liberação do gás de 5 litros por minuto e como uma potência de 10W. Foi escolhido o argônio como gás e fixada uma distância de 5mm entre o aparelho e a

superfície dos espécimes. No entanto, sabe-se que variações desses parâmetros podem influenciar os resultados¹⁸; desse modo, há possibilidade de continuação destes estudos, com variação desses parâmetros, na busca por resultados ainda mais conclusivos.

CONCLUSÃO

Dentro das limitações desse estudo *in vitro*, concluiu-se que o tratamento de superfície com plasma de argônio em titânio puro melhorou a capacidade de molhamento desse material e aumentou a rugosidade e as irregularidades em sua superfície.

REFERÊNCIAS

1. Sá JC, de Brito RA, Moura CE, Silva NB, Alves MBM, Alves JR. C. Influence of argon-ion bombardment of titanium surfaces on the cell behavior. *Surface & Coatings Technology*. 2009; 203:1765–1770.
2. Vishnu S, Kusum D. Advances in surface modification of dental implants from micron to nanotopography. *IJRID*. 2011 set-out; 1 (1).
3. Hung KY, Lo SC, Shih CS, Yang YC, Feng HP, Lin YC. Titanium surface modified by hydroxyapatite coating for dental implants. *Surface & Coatings Technology*. 2013; 231: 337–345.
4. Rosales-Leal JI, Rodríguez-Valverde MA, Mazzaglia G, Ramón-Torregrosa PJ. Effect of roughness, wettability and morphology of engineered titanium surfaces on osteoblast-like cell adhesion. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*. 2010; 365: 222–229.
5. Jemat A, Ghazali MJ, Razali M, Otsuka Y. Surfaces modifications and their effects on titanium dental implants. *BioMed Research International*. 2015; Article ID 791725.
6. Chiesa R, Giavaresi G, Fini M, Sandrini E, Giordano C, Bianchi A. In vitro and in vivo performance of a novel surface treatment to enhance osseointegration of endosseous implants. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2007;103 (7): 45-56.
7. Jiang J, Huo K, Chen S, Xin Y, Xu J, Wu Z. Intracellular chromosome breaks on silicon surface. *Biomaterials*. 2009; 30: 2661–2665.
8. Agheli H, Malmström J, Hanarp M, Sutherland DS. Nanostructured biointerfaces. *Materials Science and Engineering C*. 2006; 26: 911 – 917.
9. Duske K, Koban I, Kindel E, Schröder K, Nebe B, Holetfreter B. Atmospheric plasma enhances wettability and cell spreading on dental implant metals. *J Clin Periodontol*. 2012; 39: 400–407.
10. Lee SW, Hahn BD, Kang TY. Hydroxyapatite and collagen combination-coated dental implants display better bone formation in the peri-implant area than the same combination plus bone morphogenetic protein-2-coated implants, hydroxyapatite only coated implants, and uncoated implants. *Oral Maxillofac Surg*. 2014; 72: 53-60.

11. Zhao SF, Jiang QH, Peel S. Effects of magnesium-substituted nanohydroxyapatite coating on implant osseointegration. *Clin Oral Implants Res.* 2013; 24: 34-41.
12. Park JW, Kwon TG, Suh JY. The relative effect of surface strontium chemistry and super-hydrophilicity on the early osseointegration of moderately rough titanium surface in the rabbit femur. *Clin Oral Implants Res.* 2013; 24: 706-709.
13. Lee SY, Yang DJ, Yeo S. The cytocompatibility and osseointegration of the Ti implants with XPEED® surfaces. *Clin Oral Implants Res.* 2012; 23: 1283-1289.
14. Giro G, Tovar N, Witek L, Marin C, Silva NRF, Coelho PG. Osseointegration assessment of chairside argon-based nonthermalplasma-treated Ca-P coated dental implants. *Journal of Biomedical Materials Research A.* 2013; 101 A (1).
15. Coelho PG, Giro G, Teixeira HS, Marin C, Witek L, Thompson VP. Argon-based atmospheric pressure plasma enhances early bone response to rough titanium surfaces. *Journal of Biomedical Materials Research A.* 2012; 100 (7).
16. Teixeira HS, Marin C, Witek L, Freitas Jr A, Silva NRF, Lilin T. Assessment of a chair-side argon-based non-thermal plasma treatment on the surface characteristics and integration of dental implants with textured surfaces. *Journal of mechanical behavior of biomedical materials.* 2012; 9: 45- 49.
17. Tendero C, Tixier C, Tristant P, Desmaison J, Leprince P. Atmospheric pressure plasmas: A review. *Spectrochimica Acta Part B.* 2006; 61: 2 – 30.
18. Han JG, Chung NS, Chun BH, Kim CK, Oh KH, Cho BH. Effect of the Applied Power of Atmospheric Pressure Plasma on the Adhesion of Composite Resin to Dental Ceramic. *J Adhes Dent.* 2012;14:461–469.
19. Dercelli JR, Faraoni-Romano JJ, Palma-Dibb RG. Dental Erosion Analysis Using Confocal Microscopes. *Quality Digest.* 2013 set; 16.
20. Rabelo AC, Arantes TM, Bottecchia OL. Obtenção de filmes espessos de seleneto de cobre sobre carbono vítreo, ouro, titânio e cobre. *Quim. Nova.* 2007; 30 (2): 287-291.
21. Canullo L, Genova T, Tallarico M , Gautier G, Mussano F, Botticelli D. Plasma of Argon Affects the Earliest Biological Response of Different Implant Surfaces: An In Vitro Comparative Study. *J Dent Rest* 2016.

3.2 CAPÍTULO 2

EFEITOS DO TRATAMENTO COM PLASMA NÃO TÉRMICO EM SUPERFÍCIES DE MATERIAIS CERÂMICOS

RESUMO

Cimentações e reparos de restaurações em cerâmica podem falhar devido a possíveis limitações nas propriedades de adesão aos materiais resinosos. Modificações em sua superfície podem contribuir para melhoria dessas propriedades. Este estudo analisou os efeitos do tratamento com plasma não térmico em superfícies de cerâmicas de dissilicato de lítio e feldspática. Espécimes foram distribuídos em dois grupos ($n=5$): sem tratamento e plasma não térmico 6 minutos, 10W/1bar. Foram analisados: ângulo de contato logo após o tratamento (TI), após uma hora (TH) e após uma semana (TS); rugosidade de superfície (Sa); topografia de superfície (MEV) e resistência de união (MPa). Os dados foram submetidos aos testes Shapiro-Wilk, análise de variância (um critério) e Tukey ($\alpha=0,05$). O dissilicato de lítio apresentou uma redução significativa ($p=0,0003$) do ângulo de contato no grupo plasma TI ($5,0\pm 0,2$) e plasma TH ($5,5\pm 1,0$), quando comparado ao grupo sem tratamento ($9,6\pm 2,6$), no entanto, no grupo plasma TS ($10,6\pm 2,4$) não ocorreram alterações significativas; houve um aumento significativo na rugosidade de superfície ($p=0,02$) no grupo tratado com plasma ($1,1\pm 0,4$) quando comparado ao grupo sem tratamento ($0,6\pm 0,2$), assim como um aumento significativo na resistência de união ($p=0,0005$) no grupo plasma ($27,6\pm 3,7$) quando comparado ao grupo não tratado ($11,2\pm 2,1$). A feldspática, quando comparado o ângulo de contato dos grupos sem tratamento ($30,0\pm 6,5$), plasma TI ($8,3\pm 2,7$), plasma TH ($12,9\pm 3,3$) e plasma TS ($16,2\pm 2,4$), observou-se uma redução significativa ($p<0,0001$) dos grupos plasma; na rugosidade de superfície houve um aumento significativo ($p=0,03$) no grupo plasma ($1,7\pm 0,6$) quando comparado ao grupo sem tratamento ($1,0\pm 0,2$). As imagens do MEV do grupo plasma apresentaram uma topografia mais irregular tanto para o dissilicato de lítio, quanto para a feldspática. O tratamento com plasma não térmico em cerâmicas de dissilicato de lítio melhorou a capacidade de molhamento desse material, aumentou sua rugosidade de superfície e a resistência de união na cimentação adesiva. Nas

cerâmicas feldspáticas o tratamento com plasma não térmico também melhorou a capacidade de molhamento e aumentou a rugosidade de superfície.

Descritores:

Gases em plasma. Porcelanas dentárias. Propriedades de superfície.

ABSTRACT

Cementing and ceramic restorations repairs can fail because of possible limitations in adhesion properties to resin materials. Changes in the surface can contribute to improving these properties. This study examined the effects of treatment with non-thermal plasma on surfaces of ceramic lithium disilicate and feldspar. Specimens were divided into two groups (n=5): no treatment and non-thermal plasma 6 minutes, 10W/1 bar. Contact angle after treatment (IT), after one hour (HT) and after one week (WT); surface roughness (Sa); surface topography (SEM) and bond strength (MPa) were analyzed. The data were submitted to the Shapiro-Wilk test, analysis of variance (one-way) and Tukey ($\alpha=0.05$). The lithium disilicate showed a significant reduction ($p=0.0003$) of the contact angle in the plasma group IT (5.0 ± 0.2) and plasma HT (5.5 ± 1.0) compared to the no treatment group (9.6 ± 2.6), however there was no statistical difference in TS plasma group (10.6 ± 2.4); showed a significant increase in surface roughness ($p=0.02$) in plasma group (1.1 ± 0.4) compared the no treatment group (0.6 ± 0.2) and a significant increase in bond strength ($p=0.0005$) in plasma group (27.6 ± 3.7) compared to those without treatment (11.2 ± 2.1). The feldspathic compared the angle of contact of the no treatment group (30.0 ± 6.5), plasma IT (8.3 ± 2.7), plasma HT (12.9 ± 3.3) and plasma WT (16.2 ± 2.4), a significant decrease ($p<0.0001$) plasma group was observed; the surface roughness was a significant increase ($p=0.03$) in the plasma group (1.7 ± 0.6) compared to the no treatment group (1.0 ± 0.2). SEM images plasma group when compared with the no treatment group showed a more irregular topography both the lithium disilicate, as for feldspatia The treatment with non-thermal plasma lithium disilicate ceramics improved wetting ability of this material. It increased its surface roughness and the bond strength in adhesive cementation. In ceramic feldspathic treatment with argon plasma also improved wetting capacity and increased surface roughness.

Key words:

Gas plasma. Dental porcelains. Surface properties

INTRODUÇÃO

Restaurações de cerâmica ganharam popularidade entre os dentistas e pacientes devido suas diversas qualidades, como estabilidade de cor, baixa condutividade térmica, resistência ao calor e biocompatibilidade, podendo ser utilizadas em restaurações indiretas como as do tipo *inlays*, *onlays*, coroas metalocerâmicas, coroas totais cerâmicas, entre outros¹. Nessas situações é fundamental obter-se um sucesso na adesão entre a cerâmica e o substrato para que se possa ter uma boa performance clínica^{2,3}, tanto em sua cimentação, quanto na necessidade de reparo após possíveis pequenas fraturas.

Estratégias têm sido sugeridas para melhorar a adesão durante a cimentação e o reparo dessas cerâmicas. Essas incluem condicionamento com ácido fluorídrico e o silano; e jateamento com partículas de óxido e alumínio. Algumas dessas técnicas podem ser prejudiciais para as propriedades da cerâmica, ou até mesmo à saúde do paciente e ou do profissional, devido à toxicidade de alguns produtos envolvidos^{4,5}. Com isso, outros métodos devem ser pesquisados para tentar melhorar ainda mais as propriedades adesivas, que envolvem modificações na rugosidade de superfície e no molhamento⁶.

Pesquisas vêm sendo realizadas sobre o tratamento de superfícies com plasma, um sistema simples e ecologicamente aceitável⁴. O plasma é um gás parcialmente ionizado que corresponde ao quarto estado da matéria. Ele é obtido pela aplicação de energia em um gás inerte, que se reorganiza produzindo íons, elétrons e radicais⁷. Existem dois tipos de plasma: térmico e não térmico (ou atmosférico frio). No plasma não térmico a temperatura no ponto de aplicação é menor que 40 graus celsius⁷. Diferentes tipos de gases podem ser utilizados para produção de plasma, como oxigênio, nitrogênio, hélio e argônio⁸.

Estudos realizados em cerâmicas de dissilicato de lítio e zircônia mostraram que o tratamento com o plasma não térmico com gás de argônio pode promover aumento na energia de superfície, devido a alta quantidade de espécies reativas que são geradas, melhorando o molhamento, reduzindo o ângulo de contato de água^{9,10,11}. No entanto, ainda não se encontram na literatura estudos a respeito da durabilidade da energia de superfície aumentada em cerâmicas vítreas de dissilicato

de lítio e feldspáticas tratadas com plasma não térmico, bem como, estudos que avaliem a resistência de união dessas cerâmicas com esse tratamento.

Portanto, o objetivo deste trabalho foi avaliar os efeitos do tratamento com plasma não térmico em cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio e feldspática, por meio de análises de ângulo de contato, rugosidade de superfície, topografia e resistência de união. A hipótese de trabalho é que o tratamento com plasma não térmico alteraria significativamente as propriedades de superfície dos materiais cerâmicos avaliados.

Materiais e Métodos

Delineamento do estudo

Este estudo experimental *in vitro* analisou os efeitos do tratamento com plasma não térmico em cerâmica reforçada por dissilicato de lítio e cerâmica feldspática, por meio das variáveis: molhamento por análise do ângulo de contato, rugosidade de superfície com microscopia confocal a laser, topografia por microscopia eletrônica de varredura e resistência de união por micro tração (apenas para a cerâmica com dissilicato de lítio). Espécimes foram preparados e distribuídos aleatoriamente em grupos (n=5): sem tratamento (ST) e com tratamento por plasma não térmico.

Preparação dos espécimes

Foram confeccionados dez corpos de prova de cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio HT Blocks IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent, Barueri, São Paulo, Brasil), cor B3. Os blocos foram fresados no estágio cristalino intermediário, utilizando-se um disco diamantado picotado de 22 mm de diâmetro (KG Sorensen, Cotia, São Paulo, Brasil) em baixa rotação, com bastante refrigeração, com dimensões de 7mm x 7mm x 2mm. Esses corpos de prova foram utilizados para análise de rugosidade de superfície e topografia. Outros dez corpos de prova de dissilicato de lítio foram confeccionados nas dimensões 14,55mm x 12,50mm x 5mm usando uma lâmina embutida de diamantes sob irrigação contínua de água (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), para análise de ângulo de contato e micro tração. Foi realizada

a queima de cristalização em forno cerâmico Programat® P300 (Ivoclar Vivadent, Barueri, São Paulo, Brasil) à 840° - 850° durante 20–31min.

Dez corpos de prova foram confeccionados em cerâmica feldspática (Noritak, Super Porcelain EX – 3, São Paulo, Brasil), cor A2. Os corpos de prova foram produzidos a partir de uma matriz circular de 1 cm de diâmetro e 2 mm de espessura, pela técnica de estratificação. Foi realizada a queima de cristalização em forno cerâmico Multimat-ntx (Dentispily, São Paulo, Brasil).

Todos os corpos de prova foram planificados e polidos utilizando uma politriz elétrica rotativa (Arotec - Aropol 2V, Cotia, São Paulo, Brasil) com lixas de granulação 600 e 1200 (Buehler, Dusseldorf, Alemanha) com irrigação. Em seguida, foram levados a uma cuba ultrassônica com água ultrapura por cinco minutos para serem lavados, removendo-se qualquer tipo de resíduo.

Tratamento com plasma não térmico

Foi utilizado um aparelho de plasma não térmico (KinPen 09, INP Greifswald, Germany), composto por uma unidade portátil (170 mm de comprimento, 20 mm de diâmetro, pesando 170g), conectada a uma fonte de energia de alta frequência (frequência 1,1Mhz, 2-6kV pico a pico, 10W de potência) para a geração do jato de plasma em pressão atmosférica. A fonte do plasma não térmico operou com gás argônio com fluxo de liberação de 5 litros por minuto. A chama que sai do bocal tem 1,5 mm de diâmetro e um alcance de 5 mm de distância. Foi realizado uma aplicação por 6 minutos 10W/1bar em cada corpo de prova do grupo tratado¹⁶. Após a realização do tratamento, os corpos foram armazenados em água ultrapura, até a realização dos testes (APÊNDICE D).

Ângulo de contato

A análise do ângulo de contato foi realizada com uma gota de água destilada de 3µl sobre a superfície de cada corpo de prova. Foram realizadas cinco fotografias para cada gota, e essas foram obtidas em intervalos de 0, 10, 20, 30 e 60 segundos, usando uma câmera digital com lente objetiva de 105 mm, com função macro (Nikon D90, Nikon Inc, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan). As imagens foram analisadas para medir o ângulo de contato em um programa de computador (ImageJ 1.46r, National

Institutes of Health, Bethesda, MD, USA) e foram obtidas as médias dos valores de cada corpo de prova. Para o grupo tratado com plasma de argônio foram realizadas três análises: imediatamente após a aplicação do plasma (TI), uma hora após a aplicação do plasma (TH) e uma semana após a aplicação do plasma (TS) (APÊNDICE E).

Rugosidade de superfície

Foi utilizado um microscópio confocal a laser de 405 nm (Olympus LEXT OLS4000®, Olympus Corp, Japão), com a objetiva de 5X, obtendo um aumento final de 107X, conectado a um computador com software específico, fornecendo uma imagem tridimensional com o tamanho de 2574 por 2577 μm . Foi realizada a análise de rugosidade de toda a superfície de cada imagem, nas áreas centrais de cada corpo de prova, fornecendo um valor numérico de rugosidade de superfície em μm (S_a)¹⁵.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Foram utilizados quatro corpos de prova, dois de cada grupo, que passaram pelo processo de metalização e posteriormente foram analisados por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Esses espécimes foram testados a uma gama de ampliações pelo aparelho INSPECT 50 (FEI, Hillsboro, USA) a uma voltagem de aceleração de 30 kV. Para a obtenção das imagens microscópicas, um feixe de elétrons foi aplicado às amostras. Foram selecionadas as imagens de áreas representativas nos corpos de prova, de ampliação 2000x.

Resistência de união

Um corpo de prova de dissilicado de lítio foi moldado com silicona de condensação de consistência pesada (Perfil Denso, Coltene, Bonsucesso-RJ, Brasil). Após a polimerização do material de moldagem, o segmento cerâmico foi removido do interior da silicona de condensação obtendo-se um molde. Esse molde foi preenchido por resina composta (Filtek Z-250, shade A3, 3M ESPE, St. Paul-MN, EUA) em incrementos de 2 mm e cada incremento foi fotoativado por 40 segundos com o aparelho fotopolimerizador de led 470 nm (DMC, São Carlos, Brasil), com uma intensidade de luz de 450 mW/cm^2 , até o preenchimento do molde, obtendo-se

corpos de prova com 14,55mm x 12,50mm x 5mm. Foram confeccionados dez corpos de prova de resina composta com as mesmas dimensões dos corpos de prova de dissilicato de lítio e foram divididos em dois grupos (n=5): sem tratamento e tratamento com plasma.

As superfícies dos corpos de prova de dissilicato de lítio, tanto do grupo sem tratamento, quanto do grupo plasma (após o tratamento com plasma), foram condicionadas com ácido fluorídrico 10% (Dentsply, Petrópolis- RJ, Brasil) por 30 segundos. Em seguida, lavadas com água abundante e secas com jato de ar. Após esses procedimentos foi realizada a aplicação de silano (Prosil, FGM, Joinville-SC, Brasil) por 60 segundos. Cada corpo de prova de dissilicato de lítio foi unido a um corpo de prova de resina composta utilizando o cimento resinoso dual Relyx U200 (3M ESPE, St. Paul-MN, EUA), manipulado segundo as indicações do fabricante e aplicado sobre a superfície já tratada de cada segmento cerâmico.

Após o posicionamento do conjunto dissilicato/cimento/resina, foi realizada uma pressão digital e a remoção dos excessos de cimento e fotoativação por 40 segundos em cada margem na linha adesiva com o aparelho fotopolimerizador de led 470 nm (DMC, São Carlos, Brasil), com uma intensidade de luz de 450 mW/cm². Ao final dessa etapa foram obtidos cinco corpos de prova de dissilicato/cimento/resina composta para cada grupo e foram armazenados em água ultrapura.

Os corpos de prova dissilicato/cimento/resina foram seccionados em fatias em série (1 mm de espessura) usando uma lâmina embutida de diamantes sob irrigação contínua de água (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) e, posteriormente, em palitos com 1 mm² e submetidos à avaliação da resistência de união (RU) através da micro tração em uma máquina universal de ensaios (EZ-teste, Shimadzu Co., Kyoto, Kansai, Japão) a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os dados foram obtidos em megapascal (MPa). Após o teste de micro tração, as fraturas foram analisadas utilizando um microscópio óptico (Leica Microsystems, Wetzler, Germany) com aumento de 60x. As falhas foram classificadas como adesivas (A), mista (M) ou coesiva (C).

Análise dos dados

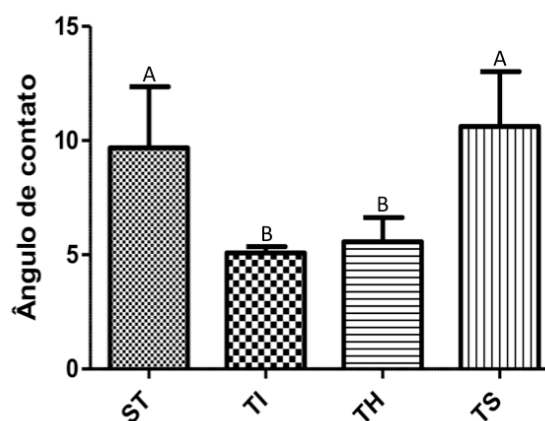
Foi utilizado o programa Graphpad Prism 5.02 (Graphpad Software Inc., La Jolla, EUA) para realizar a análise estatística. Os dados obtidos da análise de ângulo de contato foram submetidos aos testes Shapiro-Wilk, análise de variância (um critério) e Tukey (alfa=0,05), para comparar o grupo ST com os grupos tratados imediatamente, 1 hora e 1 semana após a aplicação do plasma. Os dados obtidos das análises de rugosidade de superfície e micro tração compararam os grupos ST e tratado, com teste t não pareado (alfa=0,05).

Resultados

Ângulo de contato

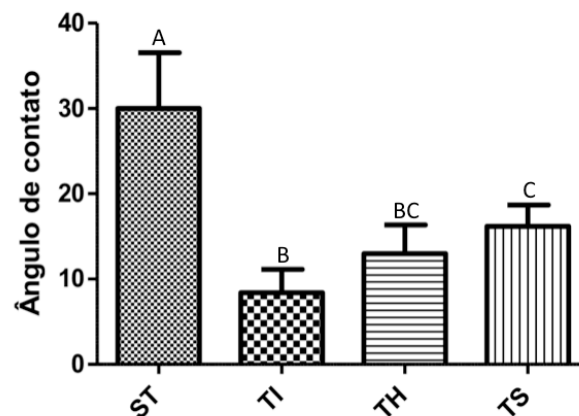
Em relação à análise do ângulo de contato do dissilicato de lítio, quando comparados o grupo sem tratamento ao grupo plasma, nos três diferentes tempos: grupo sem tratamento ($9,6\pm 2,6$), plasma TI ($5,0\pm 0,2$), plasma TH ($5,5\pm 1,0$) e plasma TS ($10,6\pm 2,4$) observou-se que houve uma redução significativa do ângulo de contato no grupo plasma imediato e uma hora ($p=0,0003$), no entanto, não houve diferença significativa entre o grupo sem tratamento e o grupo plasma uma semana (Figura 01) (APÊNDICES F, G).

Figura 01: Comparação do ângulo de contato do dissilicato de lítio entre os grupos sem tratamento (ST) x plasma imediato (TI) x plasma uma hora (TH) x plasma uma semana (TS) ($p=0,0003$).



Em relação a análise do ângulo de contato da feldspática, quando comparados o grupo sem tratamento ao grupo plasma, nos três diferentes tempos: grupo sem tratamento ($30,0 \pm 6,5$), plasma TI ($8,3 \pm 2,7$), plasma TH ($12,9 \pm 3,3$) e plasma TS ($16,2 \pm 2,4$) ($p < 0,0001$), observou-se que houve uma redução significativa do ângulo de contato no grupo plasma imediato, uma hora e uma semana (Figura 02).

Figura 02: Comparação do ângulo de contato da cerâmica feldspática entre os grupos ST x plasma TI x TH x TS ($p < 0,0001$).



Rugosidade de superfície

Por meio da análise da rugosidade superficial do dissilicato de lítio pode-se perceber que houve um aumento significativo da rugosidade ($p = 0,02$) no grupo plasma ($1,1 \pm 0,4$) quando comparado ao grupo sem tratamento ($0,6 \pm 0,2$) (Figuras 03, 04 e 05).

Figura 03: Comparação da rugosidade de superfície do dissilicato de lítio entre os grupos sem tratamento (ST) e plasma ($p = 0,0295$).

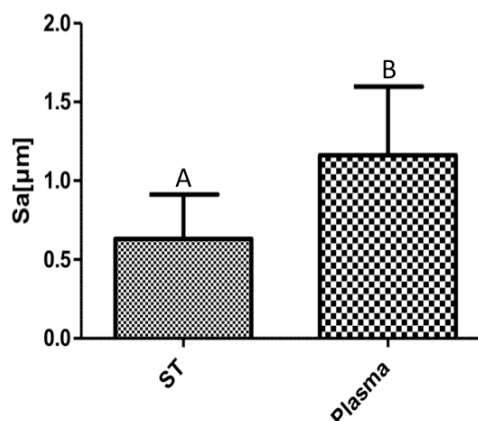


Figura 04: Imagem tridimensional de microscopia confocal a laser com aumento de 107 vezes do dissilicato de lítio, grupo sem tratamento.

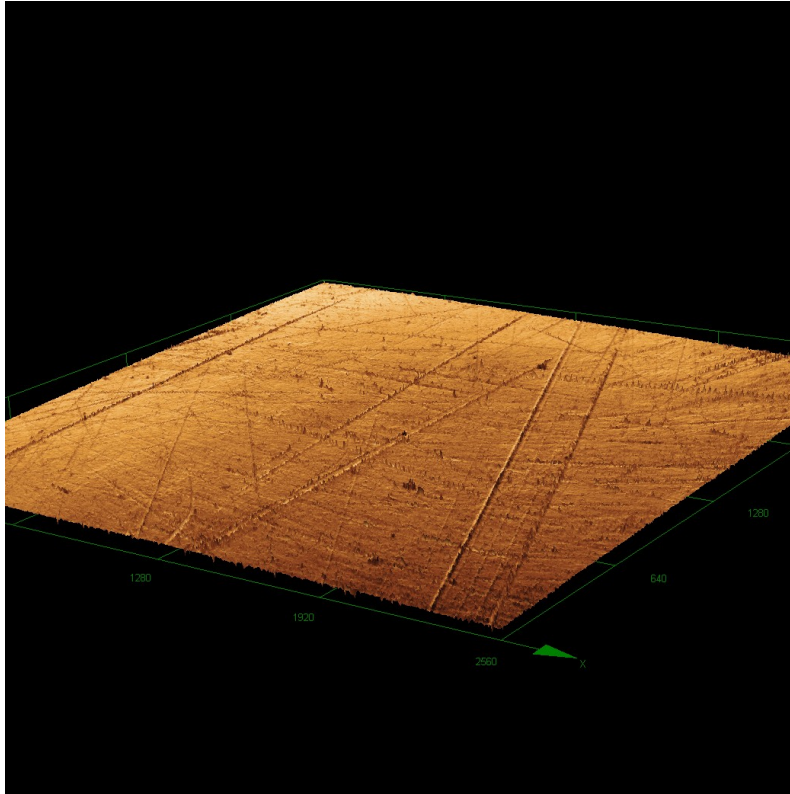
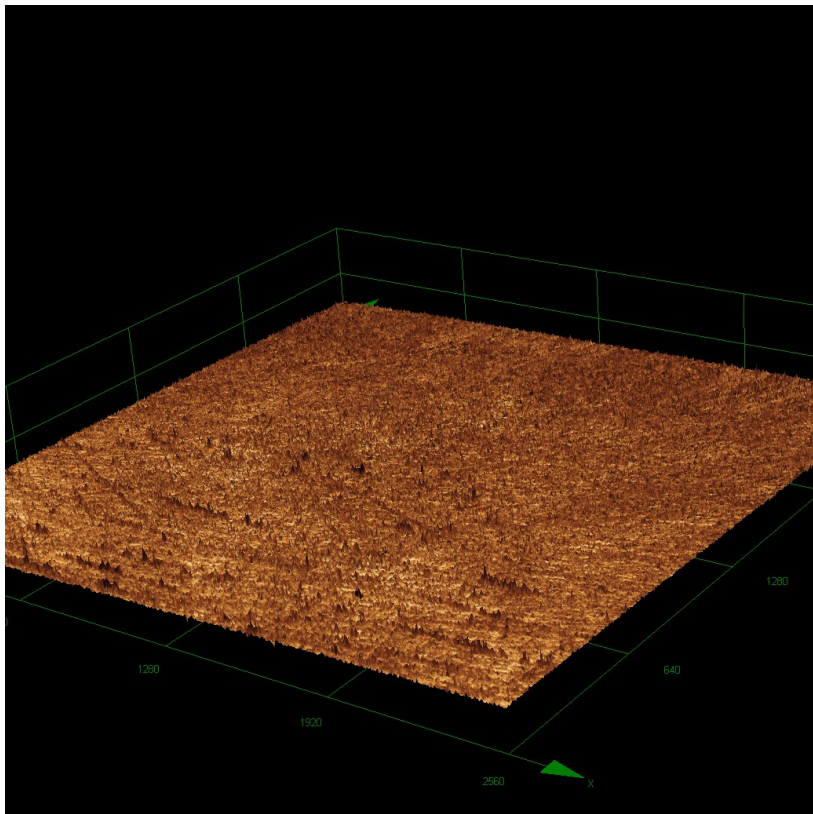


Figura 05: Imagem tridimensional de microscopia confocal a laser com aumento de 107 vezes do dissilicato de lítio, grupo plasma.



Na análise da rugosidade de superfície da cerâmica feldspática houve também um aumento significativo da rugosidade ($p=0,03$) no grupo plasma ($1,7\pm0,6$) quando comparado ao grupo sem tratamento ($1,0\pm0,2$) (Figuras 06, 07 e 08).

Figura 06: Comparação da rugosidade de superfície da feldspática entre os grupos sem tratamento (ST) e plasma ($p=0,03$).

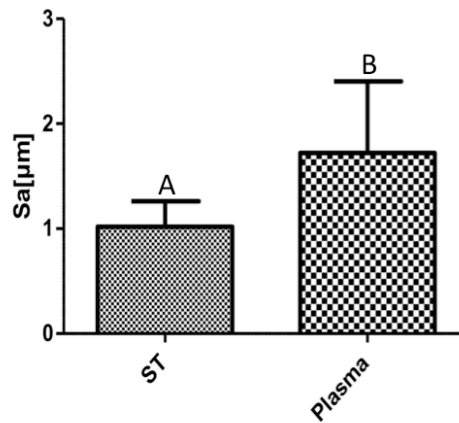


Figura 07: Imagem tridimensional de microscopia confocal a laser com aumento de 107 vezes da feldspática, grupo sem tratamento.

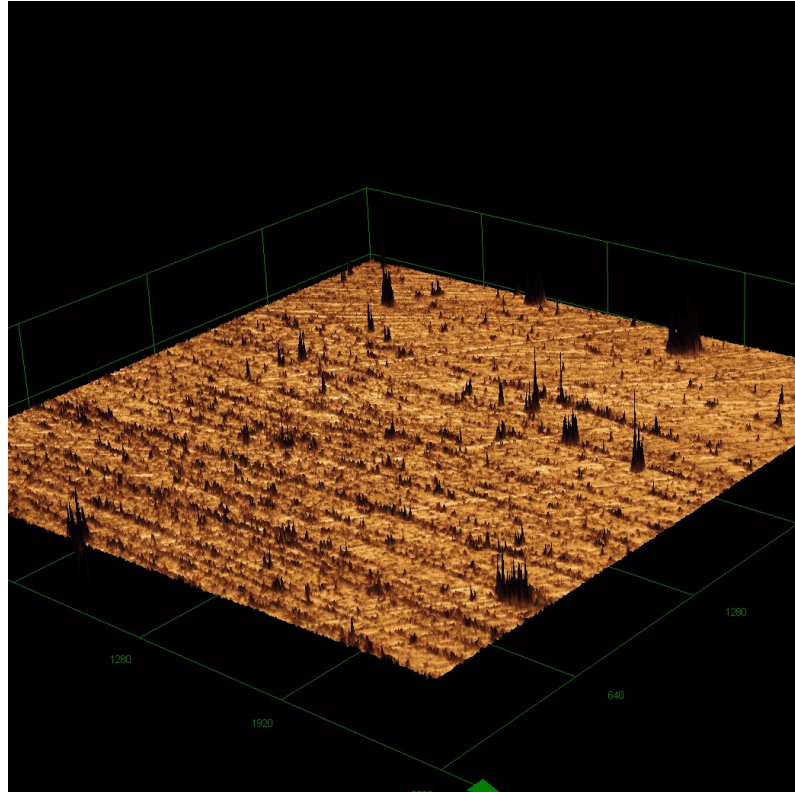
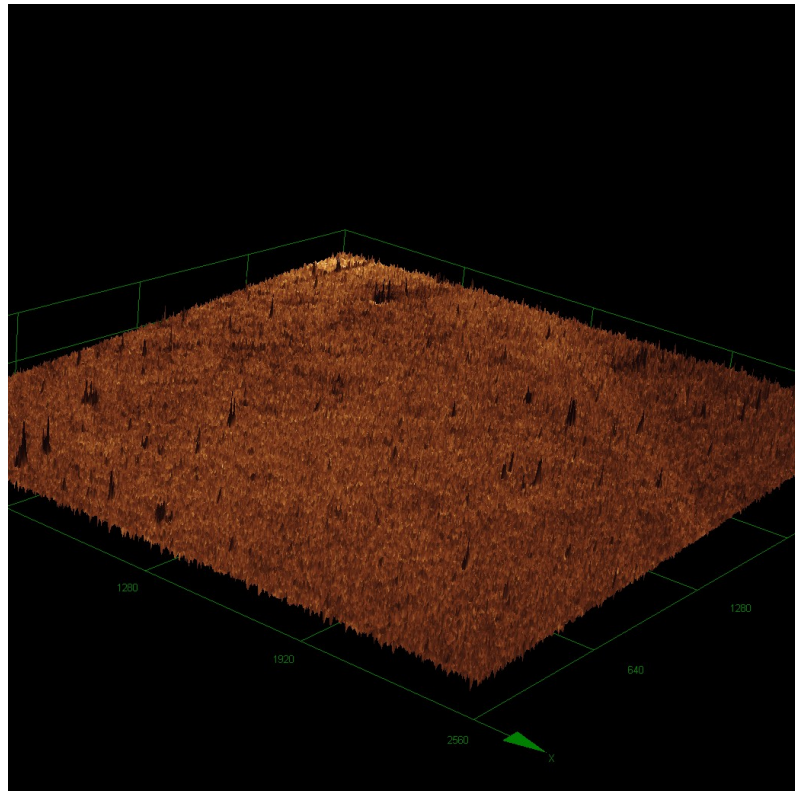


Figura 08: Imagem tridimensional de microscopia confocal a laser com aumento de 107 vezes da feldspática, grupo plasma.



Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As imagens obtidas por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV) ilustram as diferenças de topografia de superfície entre os grupos. A imagem do grupo plasma, quando comparada com o grupo sem tratamento, apresenta uma topografia mais irregular tanto para o dissilicato de lítio, quanto para a feldspátia (Figuras 09 e 10).

Figura 09: Imagem de microscopia eletrônica de varredura com aumento de 2000 vezes do dissilicato de lítio. A grupo sem tratamento, B grupo plasma.

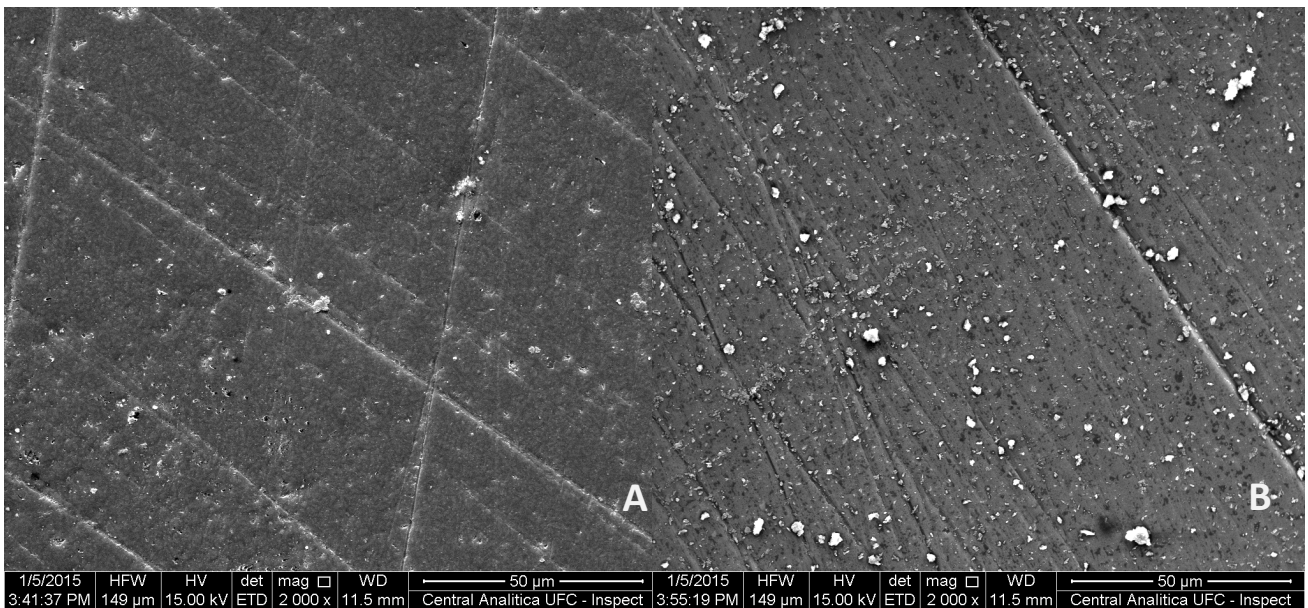
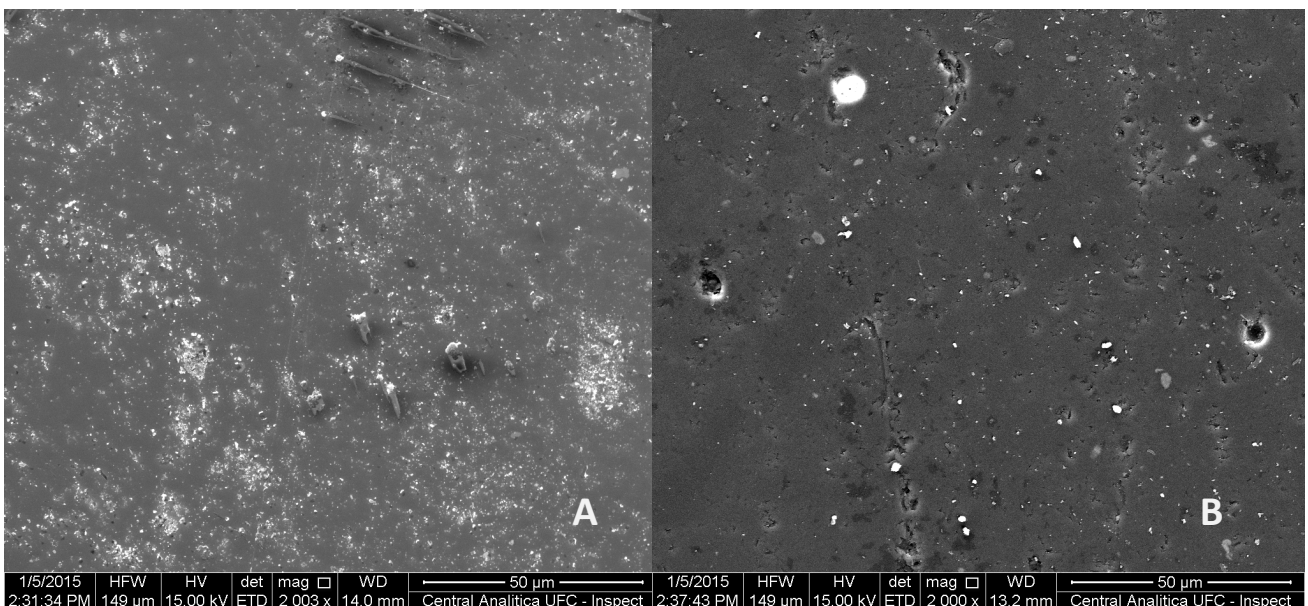


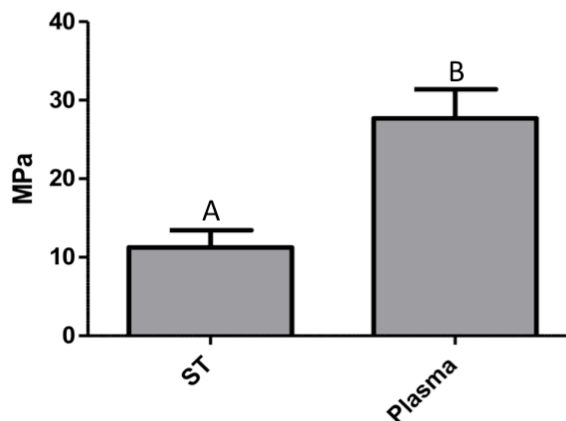
Figura 10: Imagem de microscopia eletrônica de varredura com aumento de 2000 vezes da feldspática. A grupo sem tratamento, B grupo plasma.



Resistência de união

Por meio da análise da micro tração do dissilicato de lítio, observou-se que o grupo plasma ($27,6 \pm 3,7$), quando comparado ao grupo sem tratamento ST ($11,2 \pm 2,1$), apresentou uma aumento significativo na força necessária para fratura ($p=0,0005$) (Figura 11).

Figura 11: Comparação da força necessária para fratura entre os grupos ST e P ($p=0,0005$).



Os padrões de falhas estão apresentados na tabela 01. Foi observado uma predominância de fraturas adesivas, em ambos os grupos. Fraturas mistas e coesivas foram observadas em menores proporções.

Tabela 01: Padrões de falhas (%) no grupo sem tratamento e no grupo plasma.

| Grupos | Adesiva | Mista | Coesiva |
|----------------|---------|-------|---------|
| Sem tratamento | 73% | 15,9% | 11,1% |
| Plasma | 48% | 33% | 19% |

Discussão

A hipótese de trabalho que o tratamento com plasma não térmico alteraria significativamente as propriedades de superfície das cerâmicas de dissilicato de lítio e feldspática foi aceita.

Foi avaliado o efeito do tratamento com plasma no ângulo de contato das cerâmicas de dissilicato de lítio e feldspática, e em ambas, houve uma redução significativa do ângulo após o tratamento. Tal resultado corroborou com os achados em um estudo prévio¹⁰, em que foi aplicado um tratamento com plasma não térmico utilizando gás de argônio associado ao monômero hexametildisiloxano em cerâmicas de dissilicato de lítio. Nesse estudo também foi observada uma redução significativa no ângulo de contato após à aplicação do tratamento com o plasma. A redução do ângulo de contato pode ser explicada pela formação de íons, elétrons e radicais livres de oxigênio na superfície das cerâmicas, gerados pelo plasma¹⁴. Realizar um pré-tratamento em superfícies de dissilicato de lítio e feldspática com plasma não térmico pode ser considerado como uma técnica capaz de melhorar a força de adesão desses materiais, pois aumenta a capacidade de molhamento.

A redução significativa do ângulo de contato na cerâmica de dissilicato de lítio foi observada imediatamente após a aplicação do plasma e manteve-se uma hora após o tratamento. No entanto, após uma semana da realização do tratamento não foi mais observada essa redução. Tal resultado corroborou com o estudo realizado por Lopes et al., 2015⁹, em que foi aplicado um tratamento com plasma de argônio em superfície de zircônia e observou que a redução do ângulo de contato permaneceu apenas até quinze horas após a aplicação, sugerindo que esse tratamento deve ser realizado na superfície das cerâmicas poucas horas ou imediatamente antes da cimentação ou do reparo, para aproveitamento máximo dos seus efeitos. Aparelhos portáteis para produção de plasma poderiam ser desenvolvidos com intuito de serem práticos e de valores acessíveis para a prática clínica, de modo que o cirurgião dentista possa utilizá-lo em seu consultório imediatamente antes da cimentação ou reparos em cerâmicas, objetivando aprimoramento da técnica adesiva. Pelos resultados obtidos, a aplicação de plasma pelo técnico de laboratório não seria indicada, uma vez que o efeito do plasma no

molhamento da cerâmica reforçada por dissilicato de lítio não apresentou durabilidade viável para isso.

Nos materiais cerâmicos avaliados, observou-se que o tratamento com plasma gerou um aumento significativo na rugosidade de superfície, o que foi diferente dos resultados encontrados no estudo de Vechiato Filho et al., 2014¹⁰, que aplicaram plasma de argônio em superfície de cerâmica reforçada por dissilicato de lítio e observaram, por meio da análise da rugosidade superficial linear com perfilômetro, que não houve aumento significativo. Neste estudo foi utilizado um microscópio confocal a laser para avaliar a rugosidade, o que permite uma mensuração de toda a área de superfície em um único parâmetro denominado Sa, diferente do perfilômetro, que fornece informações a respeito da rugosidade por meio de vários parâmetros, como o Ra, que representa a média da rugosidade superficial linear¹² de uma região restrita.

Alguns tratamentos que são realizados nas superfícies de cerâmicas promovem alterações em suas topografias através da criação de microporosidades e rugosidades, permitindo o aumento da área superficial disponível para a adesão, favorecendo o embricamento mecânico para retenção do agente de união (silano)¹³. Desse modo, o plasma se mostrou promissor, porém, mais estudos devem ser realizados para avaliar sua performance clínica em cerâmicas, visando a melhora de propriedades adesivas em situações de possíveis reparos de pequenas fraturas com resina composta, evitando a necessidade de troca da peça protética.

Neste trabalho foi realizado o teste de micro tração no dissilicato de lítio, observando-se que o tratamento com plasma não térmico aumentou significativamente a força necessária para ocorrência de fratura. Canullo et al., 2014⁵, realizaram um trabalho em que aplicaram plasma de argônio em superfícies de zircônia e avaliaram a resistência de união por meio de teste de micro tração e observaram um aumento na resistência de união, no entanto, não houve diferença estatística significativa quando comparado ao grupo controle, sem a aplicação do plasma. Em nosso estudo, ao analisar o tipo de falhas, observamos que no grupo sem tratamento 73% das falhas foram adesivas, já no grupo plasma apenas 48% das falhas foram adesivas. Tais resultados podem estar relacionados à capacidade do plasma não térmico de melhorar o molhamento e aumentar a rugosidade de

superfície dessas cerâmicas, favorecendo assim uma união entre a cerâmica e o cimento.

Neste estudo foi utilizado um aparelho de plasma atmosférico com um fluxo de liberação do gás de 5 litros por minuto e como uma potência de 10W. Foi escolhido o argônio como gás e fixada uma distância de 5 mm entre o aparelho e a superfície dos espécimes. No entanto, sabe-se que variações desses parâmetros podem influenciar os resultados com esse tratamento⁴, desse modo novos estudos podem ser realizados com variação desses parâmetros, na busca por resultados ainda melhores.

Houve algumas limitações nesse estudo *in vitro*. Foi avaliado o efeito do tratamento com plasma na força de adesão, mas associado ao uso do ácido fluorídrico. Novos estudos podem ainda ser realizados acrescentando-se um grupo em que o plasma substituiria o ácido fluorídrico. Outra possibilidade de estudo, seria verificar se esse tratamento pode trazer alguma alteração de cor para os materiais cerâmicos em casos de pequenos reparos. Recomenda-se também a realização de ensaios com envelhecimento dos espécimes, por meio de ciclagem e termociclagem, bem como a realização de ensaios clínicos.

Conclusão

Dentro das limitações desse estudo *in vitro*, foi possível concluir que o tratamento com plasma não térmico em cerâmicas de dissilicato de lítio melhorou a capacidade de molhamento desse material, aumentou sua rugosidade de superfície e a resistência de união na cimentação adesiva. Nas cerâmicas feldspáticas, o tratamento com plasma não térmico também melhorou a capacidade de molhamento e aumentou a rugosidade de superfície.

Referências

1. Rekow ED, Silva NRFA, Coelho PG, Zhang Y, Guess P, Thompson VP. Performance of dental ceramics: challenges for improvements. *J Dent Res* 2011;90:937-952.
2. Jetti RR, BalaSuBRamaniam M, ChiDamBaRanathan AS, SRinivaSan S. evaluation of shear bond strength of feldspathic CAD/CAM Ceramic with dentin using 2 bonding agents and 2 surface treatments- an invitro study. *Journal of Clinical and Diagnostic Research*. 2015;9(11):36-39.
3. Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, et al. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent* 2010;38:39-43.
4. Han GJ, Chung SN, Chun BH, Kim CK, Oh KH, Cho BH. Effect of the applied power of atmospheric pressure plasma on the adhesion of composite resin to dental ceramic. *J Adhes Dent* 2012;14:461–469.
5. Canullo L, Micarelli C, Bettazzoni L, Koçi B, Baldissara P. Zirconia-Composite Bonding After Plasma of Argon Treatment. *The International Journal of Prosthodontics*. 2014; 27(3);267-269
6. Yavuz T, Dilber E, Kara HB, Tuncdemir AR, Ozturk NA. Effects of different surface treatments on shear bond strength in two different ceramic systems. *Lasers Med Sci* 2013;28:1233–1239
7. Hoffmann C, Berganz C, Zhang J. Cold atmospheric plasma: methods of production and application in dentistry and oncology. *Medical Gas Research* 2013;3:21
8. Liebermann A, Keula C, Bähra N, Edelhoffa D, Eichbergera, M, Roosb M, Stawarczyka, B. Impact of plasma treatment of PMMA-based CAD/CAM blanks on surface properties as well as on adhesion to self-adhesive resin composite cements. *Dental materials* 2013; 29: 935–944.

9. Lopes BB, Ayres APA, Lopes LB, Negreiros WM, Giannini M. The effect of atmospheric plasma treatment of dental zirconia ceramics on the contact angle of water. *Applied Adhesion Science* 2014;2:17
10. Vechiato Filho AJ, dos 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;112:1156-1163
11. Noro A, Kameyama A, Haruyama A, Takahashi T. Influence of hydrophilic pre-treatment on resin bonding to zirconia ceramics. *Bull Tokyo Dent Coll* 2015 ;56(1):33-9
12. Ayad MF, Fahmy NZ, Rosenstiel SF. Effect of surface treatment on roughness and bond strength of heat-pressed ceramic. *J Prosthet Dent* 2008;99:123-30.
13. Oyague RC, Monticelli F, Toledano M. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely--sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent. Mater. J.* 2009; 25 (2): 172-179.
14. Valverde GB, Coelho PG, Janal MN, Lorenzoni FC, Carvalho RM, Thompson VP, et al. Surface characterization and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. *J Dent* 2013;41:51-9.
15. Darcelli JC, Faraoni-Romano JJ, Palma-Dibb RG. Dental Erosion Analysis Using Confocal Microscopes. *Quality Digest*, 2013 set.16.
16. Canullo L, Genova T, Tallarico M , Gautier G, Mussano F, Botticelli D. Plasma of Argon Affects the Earliest Biological Response of Different Implant Surfaces: An In Vitro Comparative Study. *J Dent Rest* 2016.

4 Conclusões Gerais

4 CONCLUSÕES GERAIS

Dentro das limitações desse estudo *in vitro*, concluiu-se que o tratamento de superfície com plasma não térmico em titânio puro melhorou a capacidade de molhamento desse material e aumentou a rugosidade e as irregularidades em sua superfície. Tal resultado pode sugerir um favorecimento nos processos de adesão, proliferação e diferenciação celular, promovendo melhoria na osseointegração em implantes dentais.

Foi também possível concluir que o tratamento com plasma não térmico em cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio melhorou sua capacidade de molhamento, aumentou a rugosidade de superfície e a resistência de união na cimentação adesiva. Nas cerâmicas feldspáticas, o tratamento promoveu efeitos semelhantes no ângulo de contato e rugosidade. Tais resultados sugerem que o tratamento com plasma não térmico pode ser utilizado para melhorar adesão em cimentação dessas cerâmicas e em casos que necessitem de reparo após possíveis pequenas fraturas.

Referências Gerais

REFERÊNCIAS GERAIS

CHIESA, R. et al. In vitro and in vivo performance of a novel surface treatment to enhance osseointegration of endosseous implants. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology**, v.103, p. 745-56, 2007.

JETTI, R. R. et al. Evaluation of Shear Bond Strength of Feldspathic CAD/CAM Ceramic with Dentin using 2 Bonding Agents and 2 Surface Treatments- An Invitro Study. **Journal of Clinical and Diagnostic Research**, v.9, n.11, p.36-39, nov, 2015.

LOPES, B. B. et al. The effect of atmospheric plasma treatment of dental zirconia ceramics on the contact angle of water. **Applied Adhesion Science**, v. 2, n. 17, 2014.

OYAGUE, R. C. et al. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. **Dental Materials**, v. 25, p. 172–179, 2009.

FABIANELLI, A. et al. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. **Journal of Dentistry**, v. 38, p. 39–43, 2010.

SÁ, J.C. et al. Influence of argon-ion bombardment of titanium surfaces on the cell behavior. **Surface & Coatings Technology**, v. 203, p.1765–1770, 2009.

ROSALES-LEAL, J. I. et al. Effect of roughness, wettability and morphology of engineered titanium surfaces on osteoblast-like cell adhesion. **Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects**, v. 365, p. 222–229, 2010.

JEMAT, A. et al. Surface modifications and their effects on titanium dental implants. **BioMed Research International**, v. 2015.

HOFFMANN, C.; BERGANZA, C.; ZHANG, J. Cold Atmospheric Plasma: methods of production and application in dentistry and oncology. **Medical Gas Research**, v. 3, n. 21, 2013.

TENDERO, C. et al. Atmospheric pressure plasmas: A review. **Spectrochimica Acta Part B**, v. 61, p. 2 – 30, 2006.

COELHO, P. G. et al. Argon-based atmospheric pressure plasma enhances early bone response to rough titanium surfaces. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 100A, n. 7, July 2012.

MAHASNEH, A. et al. Inactivation of *Porphyromonas gingivalis* by low-temperature atmospheric pressure plasma. **Plasma Med.**, v.1, n. 3/4, p.191-204, 2011.

RUPF, S. et al. Killing of adherent oral microbes by a non-thermal atmospheric plasma jet. **Journal of Medical Microbiology**, v.59, p 206–212, 2010.

LEE, H.W. et al. Atmospheric Pressure Plasma Jet Composed of Three Electrodes: Application to Tooth Bleaching. **Plasma Process Polym.**, v. 7, p. 274–280, 2010.

PARK, J.K. et al. Feasibility of non thermal atmospheric pressure plasma for intracoronary bleaching. **International Endodontic Journal**, v. 44, p. 170, 2011.

KOBAN, I. et al. Antimicrobial efficacy of non- thermal plasma in comparison to chlorhexidine against dental biofilms on titanium discs in vitro – proof of principle experiment. **Journal of Clinical Periodontology**, v. 38, p. 956–965, 2011.

ANDY-CHARLES, R. et al. Dentin surface treatment using a non-thermal argon plasma brush for interfacial bonding improvement in composite restoration. **European Journal of Oral Sciences**, v. 118, n. 5, p. 510–516, 2010.

YAVIRACH, P. et al. Effects of plasma treatment on the shear bond strength between fiber reinforced composite posts and resin composite for core build-up. **Dental Materials Journal**, v. 28, n. 6, p.686–692, 2009.

HAN, G. J. et al. Effect of the Applied Power of Atmospheric Pressure Plasma on the Adhesion of Composite Resin to Dental Ceramic. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v.14, p.461–469, 2012

VISHNU, S.; KUSUM, D. Advances in surface modification of dental implants from micron to nanotopography. **International Journal of Research in Dentistry**, v. 1, n. 1, Sept./Oct. 2011.

HUNG, K.Y. et al. Titanium surface modified by hydroxyapatite coating for dental implants. **Surface & Coatings Technology**, v. 231, p. 337–345, 2013.

ROSALES-LEAL, J. I. et al. Effect of roughness, wettability and morphology of engineered titanium surfaces on osteoblast-like cell adhesion. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects**, v. 365, p. 222–229, 2010.

JEMAT, A. et al. Surfaces modifications and their effects on titanium dental implants. **BioMedical Research International**, article ID 791725, 2015.

JIANG, J. et al. Intracellular chromosome breaks on silicon surface. **Biomaterials**, v. 30, p. 2661–2665, 2009.

AGHELI, H. et al. Nanostructured biointerfaces. **Materials Science and Engineering**, v. 26, p. 911 – 917, 2006.

DUSKE, K. et al. Atmospheric plasma enhances wettability and cell spreading on dental implant metals. **Journal Clinical Periodontology**, v. 39, p. 400–407, 2012.

LEE, S.W.; HAHN, B.D.; KANG, T.Y. Hydroxyapatite and collagen combination-coated dental implants display better bone formation in the peri-implant area than the same combination plus bone morphogenetic protein-2-coated implants, hydroxyapatite only coated implants, and uncoated implants. **Oral Maxillofacial Surgery**, v. 72, p. 53-60, 2014.

ZHAO, S.F.; JIANG, Q.H.; PEEL, S. Effects of magnesium-substituted nanohydroxyapatite coating on implant osseointegration. **Clinical Oral Implants Research**, v. 24, p. 34-41, 2013.

PARK, J.W.; KWON, T.G.; SUH, J.Y. The relative effect of surface strontium chemistry and super-hydrophilicity on the early osseointegration of moderately rough titanium surface in the rabbit femur. **Clinical Oral Implants Research**, v. 24, p. 706-709, 2013.

LEE, S.Y.; YANG, D.J.; YEO, S. The cytocompatibility and osseointegration of the Ti implants with XPEED® surfaces. **Clinical Oral Implants Research**, v. 23, p. 1283-1289, 2012.

GIRO, G. et al. Osseointegration assessment of chairside argon-based nonthermalplasma-treated Ca-P coated dental implants. **Journal of Biomedical Materials Research A**, v.101 n. 1, 2013.

TEIXEIRA, H.S. et al. Assessment of a chair-side argon-based non-thermal plasma treatment on the surface characteristics and integration of dental implants with textured surfaces. **Journal of Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 9, p.45-49, 2012.

DERCELLI, J.R.; FARAONI-ROMANO, J.J.; PALMA-DIBB, R.G. Dental Erosion Analysis Using Confocal Microscopes. **Quality Digestive**, 2013.

RABELO, A.C.; ARANTES, T.M.; BOTTECCHIA, O.L. Obtenção de filmes espessos de seleneto de cobre sobre carbono vítreo, ouro, titânio e cobre. **Química Nova**, v. 30, n. 2, p. 287-291, 2007.

REKOW, E.D. et al. Performance of dental ceramics: challenges for improvements. **Journal Dentistry Research**, v.90, p. 937-952, 2011.

JETTI, R.R. et al. Evaluation of shear bond strength of feldspathic CAD/CAM ceramic with dentin using 2 bonding agents and 2 surface treatments- an invitro study. **Journal of Clinical and Diagnostic Research**, v. 9, n. 11, p. 36-39, 2015.

CANULLO, L. et al. Zirconia-Composite Bonding After Plasma of Argon Treatment. **The International Journal of Prosthodontics**. v. 27, n. 3, p. 267-269, 2014.

YAVUZ, T. et al. Effects of different surface treatments on shear bond strength in two different ceramic systems. **Lasers Medical Scienses**, v.28, p.1233–1239, 2013.

LIEBERMANN, A. et al. Impact of plasma treatment of PMMA-based CAD/CAM blanks on surface properties as well as on adhesion to self-adhesive resin composite cements. **Dental Materials**, v. 29, p. 935–944, 2013.

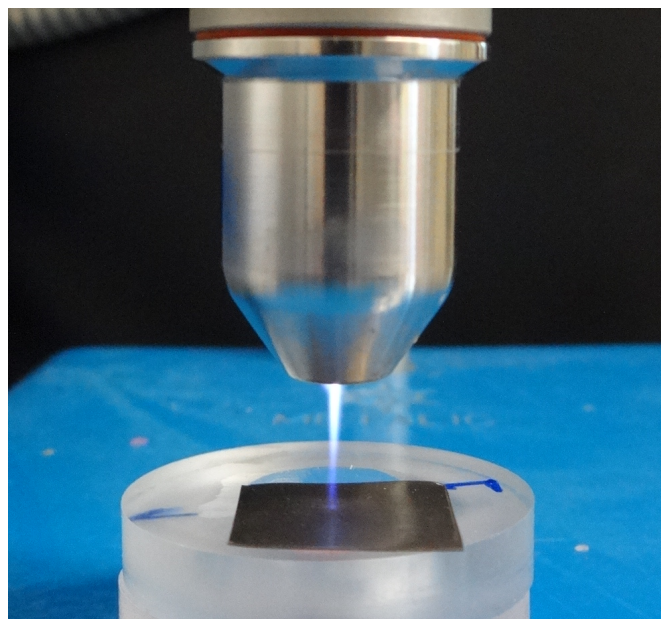
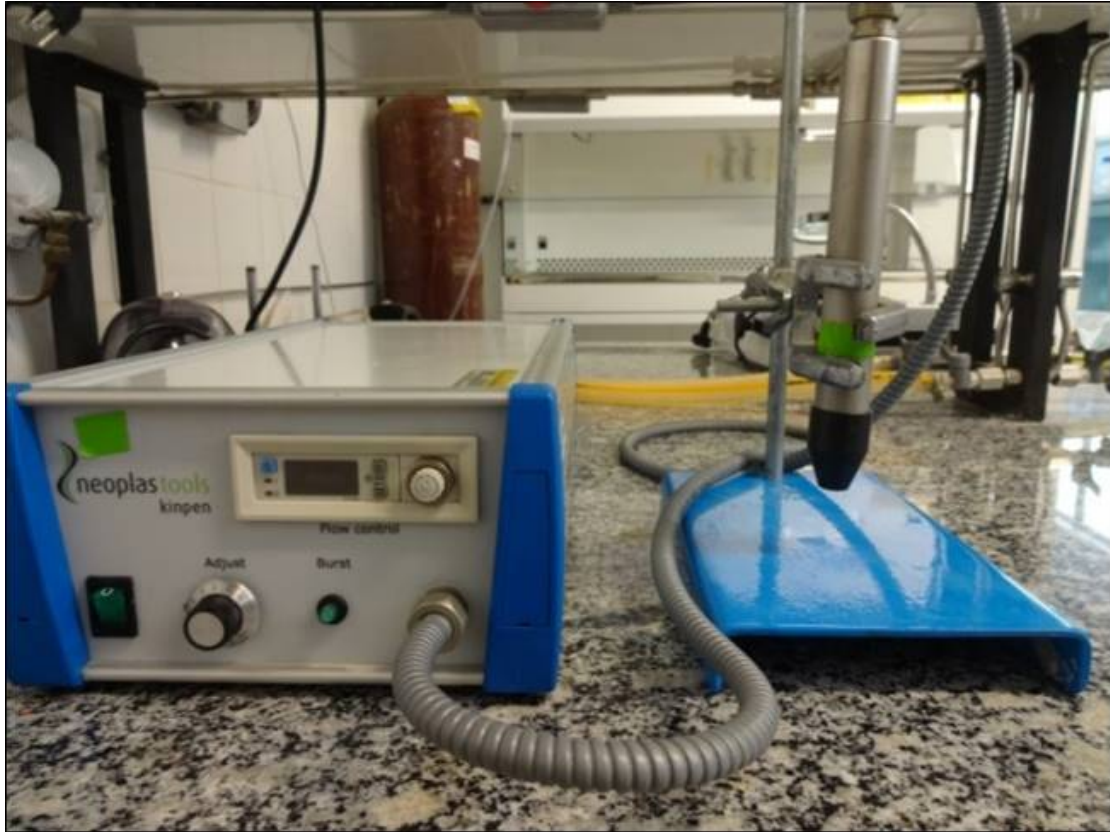
VECHIATO FILHO, A.J. et al. Surface characterization of lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. **Journal Prosthetic Dentistry**, v. 112, p. 1156-1163, 2014.

NORO, A. et al. Influence of hydrophilic pre-treatment on resin bonding to zirconia ceramics. **The Bulletin of Tokyo Dental College**, v.56, n. 1, p. 33-9, 2015.

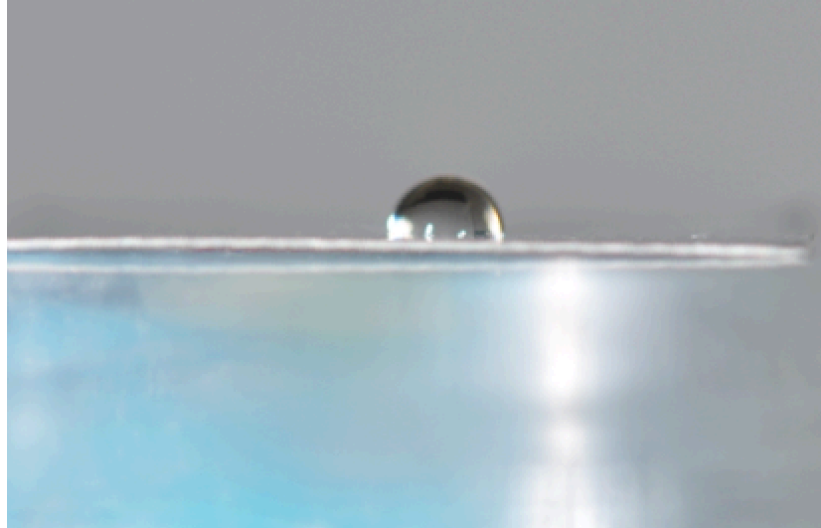
AYAD, M.F.; FAHMY, N.Z.; ROSENSTIEL, S.F. Effect of surface treatment on roughness and bond strength of heat-pressed ceramic. **Journal Prosthetic Dentistry**, v. 99, p. 123-130, 2008.

VALVERDE, G.B. et al. Surface characterization and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. **Journal of Dentistry**, v. 41, p. 51-59, 2013.

APÊNDICE A – APARELHO E APLICAÇÃO DO TRATAMENTO PLASMA DE ARGÔNIO EM TITÂNIO PURO



APÊNDICE B – GOTA DE ÁGUA SOBRE A LÂMINA DE TITÂNIO PURO PARA MENSURAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO



APÊNDICE C – ESTATÍSTICAS TITÂNIO

1) ÂNGULO DE CONTATO - Comparação grupo Gás: T0 x T1hour x T1week x sem tratamento.

Testes: Shapiro-Wilk (normalidade) – $P > 0.05$ – distribuição normal.
One-way ANOVA e Tukey ($\alpha = 0,05$):

| | No treatment | T0 | 1 hour | 1 week |
|------------------|--------------|-------|--------|--------|
| Number of values | 10 | 5 | 5 | 5 |
| Minimum | 28.16 | 17.92 | 17.65 | 20.58 |
| 25% Percentile | 29.80 | 18.30 | 20.01 | 21.96 |
| Median | 30.27 | 24.21 | 28.25 | 23.67 |
| 75% Percentile | 32.08 | 30.06 | 32.13 | 31.81 |
| Maximum | 33.90 | 32.40 | 32.35 | 35.19 |
| Mean | 30.77 | 24.18 | 26.50 | 26.24 |
| Std. Deviation | 1.671 | 6.115 | 6.365 | 5.744 |
| Std. Error | 0.5283 | 2.735 | 2.846 | 2.569 |
| Lower 95% CI | 29.58 | 16.59 | 18.60 | 19.11 |
| Upper 95% CI | 31.97 | 31.78 | 34.41 | 33.37 |

| | | | | | |
|--|------------|--------|---------------------------|---------|------------------|
| One-way analysis of variance | | | | | |
| P value | 0.0793 | | | | |
| P value summary | ns | | | | |
| Are means signif. different? ($P < 0.05$) | No | | | | |
| Number of groups | 4 | | | | |
| F | 2.598 | | | | |
| R square | 0.2707 | | | | |
| Bartlett's test for equal variances | | | | | |
| Bartlett's statistic (corrected) | 11.65 | | | | |
| P value | 0.0087 | | | | |
| P value summary | ** | | | | |
| Do the variances differ signif. ($P < 0.05$) | Yes | | | | |
| ANOVA Table | SS | df | MS | | |
| Treatment (between columns) | 174.0 | 3 | 57.98 | | |
| Residual (within columns) | 468.7 | 21 | 22.32 | | |
| Total | 642.7 | 24 | | | |
| Tukey's Multiple Comparison Test | Mean Diff. | q | Significant? $P < 0.05$? | Summary | 95% CI of diff |
| No treatment vs T0 | 6.587 | 3.600 | No | ns | -0.6290 to 13.80 |
| No treatment vs 1 hour | 4.267 | 2.332 | No | ns | -2.949 to 11.48 |
| No treatment vs 1 week | 4.532 | 2.477 | No | ns | -2.684 to 11.75 |
| T0 vs 1 hour | -2.320 | 1.098 | No | ns | -10.65 to 6.012 |
| T0 vs 1 week | -2.055 | 0.9724 | No | ns | -10.39 to 6.278 |
| 1 hour vs 1 week | 0.2656 | 0.1257 | No | ns | -8.067 to 8.598 |

2) ÂNGULO DE CONTATO - Comparação do grupo Plasma: T0 x T1hour x T1week x sem tratamento.

Testes: Shapiro-Wilk (normalidade) – $P > 0.05$ – distribuição normal.

One-way ANOVA e Tukey (alfa=0,05):

| | No treatment | T0 | 1 hour | 1 week |
|------------------|--------------|--------|--------|--------|
| Number of values | 10 | 10 | 10 | 10 |
| Minimum | 28.16 | 5.909 | 11.41 | 9.674 |
| 25% Percentile | 29.80 | 6.807 | 12.72 | 12.04 |
| Median | 30.27 | 7.998 | 15.68 | 12.82 |
| 75% Percentile | 32.08 | 10.13 | 17.91 | 17.85 |
| Maximum | 33.90 | 11.30 | 22.56 | 24.05 |
| Mean | 30.77 | 8.412 | 15.70 | 14.88 |
| Std. Deviation | 1.671 | 1.843 | 3.433 | 4.544 |
| Std. Error | 0.5283 | 0.5828 | 1.086 | 1.437 |
| Lower 95% CI | 29.58 | 7.094 | 13.25 | 11.63 |
| Upper 95% CI | 31.97 | 9.730 | 18.16 | 18.13 |

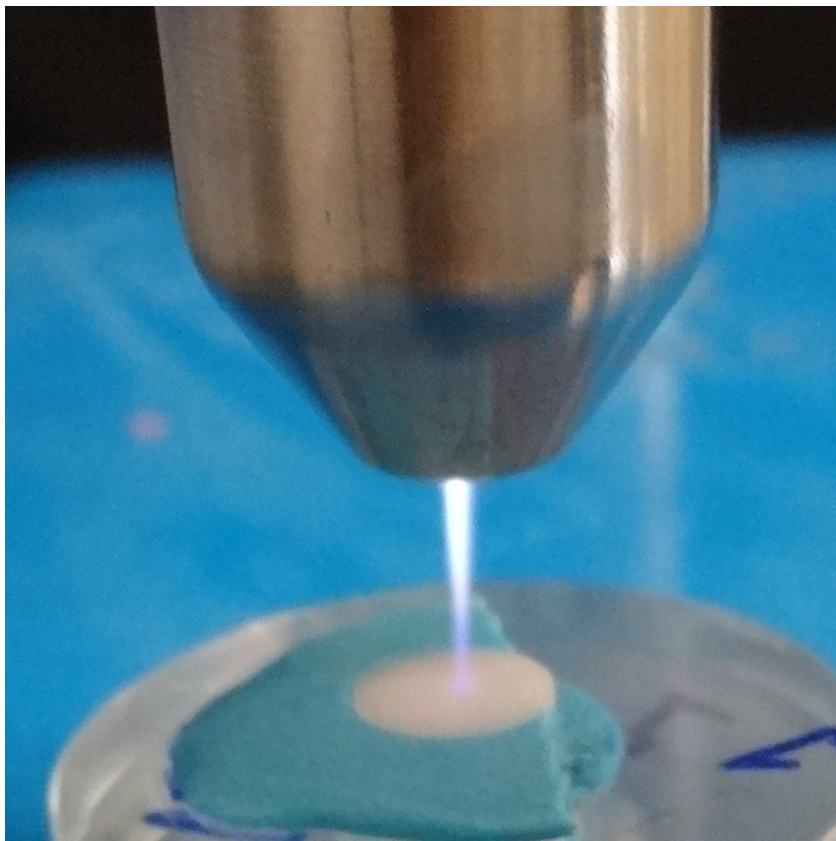
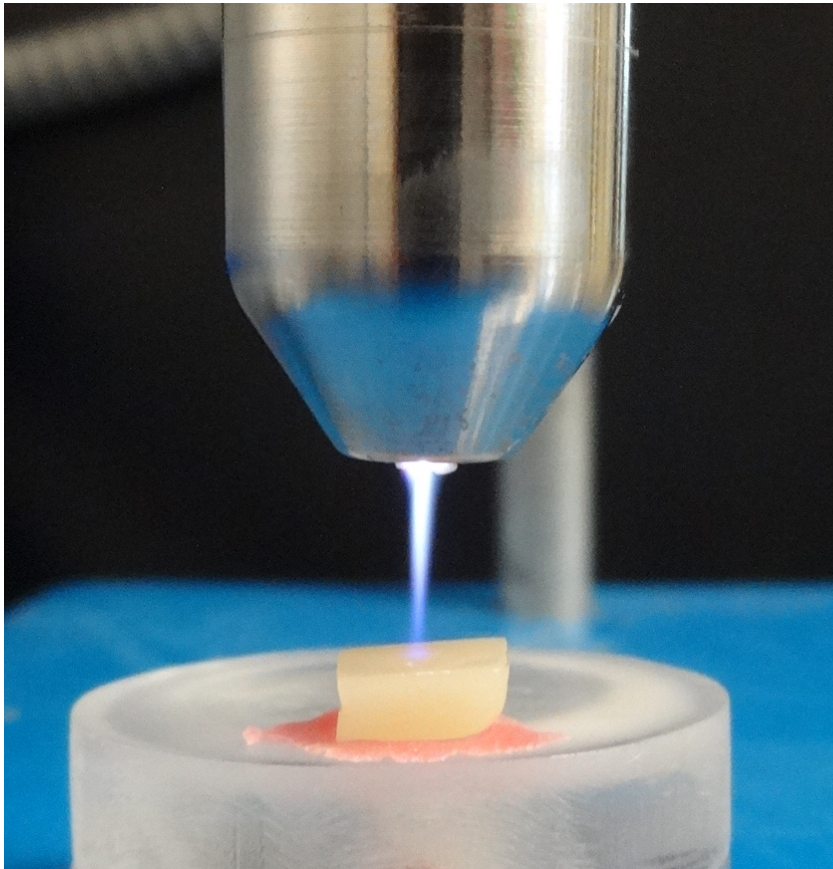
| | | | | | |
|--|------------|--------|------------------------|---------|------------------|
| One-way analysis of variance | | | | | |
| P value | < 0.0001 | | | | |
| P value summary | *** | | | | |
| Are means signif. different? (P < 0.05) | Yes | | | | |
| Number of groups | 4 | | | | |
| F | 92.80 | | | | |
| R square | 0.8855 | | | | |
| Bartlett's test for equal variances | | | | | |
| Bartlett's statistic (corrected) | 11.41 | | | | |
| P value | 0.0097 | | | | |
| P value summary | ** | | | | |
| Do the variances differ signif. (P < 0.05) | Yes | | | | |
| ANOVA Table | SS | df | MS | | |
| Treatment (between columns) | 2688 | 3 | 896.0 | | |
| Residual (within columns) | 347.6 | 36 | 9.655 | | |
| Total | 3036 | 39 | | | |
| Tukey's Multiple Comparison Test | Mean Diff. | q | Significant? P < 0.05? | Summary | 95% CI of diff |
| No treatment vs T0 | 22.36 | 22.76 | Yes | *** | 18.61 to 26.11 |
| No treatment vs 1 hour | 15.07 | 15.34 | Yes | *** | 11.32 to 18.81 |
| No treatment vs 1 week | 15.89 | 16.17 | Yes | *** | 12.14 to 19.64 |
| T0 vs 1 hour | -7.291 | 7.420 | Yes | *** | -11.04 to -3.545 |
| T0 vs 1 week | -6.471 | 6.585 | Yes | *** | -10.22 to -2.724 |
| 1 hour vs 1 week | 0.8205 | 0.8350 | No | ns | -2.926 to 4.567 |

3) RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE – MICROSCOPIA CONFOCAL (SA – UM)

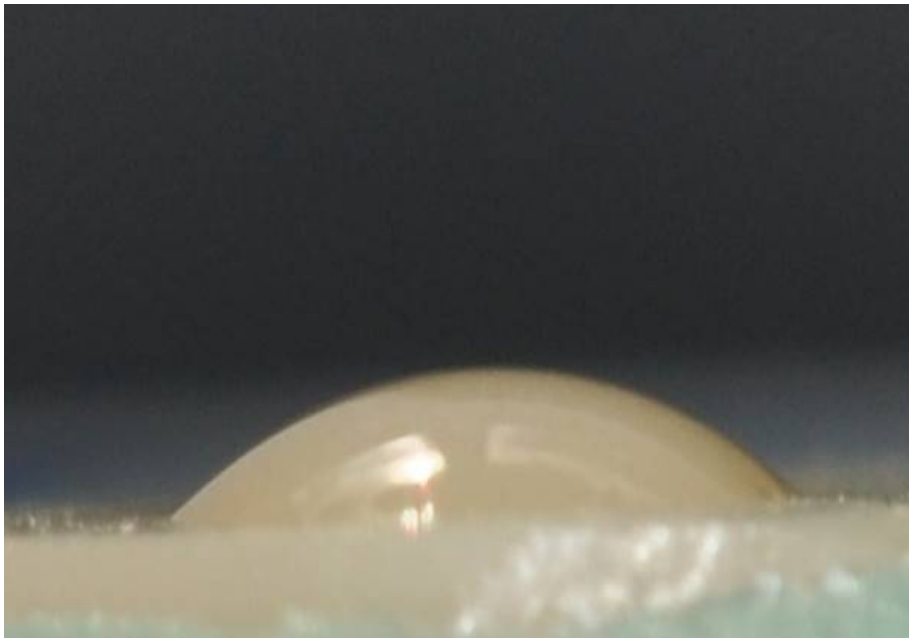
| | No treatment | Gas | Plasm |
|------------------|--------------|---------|---------|
| Number of values | 5 | 6 | 9 |
| Minimum | 0.8650 | 0.9180 | 1.054 |
| 25% Percentile | 0.8885 | 0.9728 | 1.085 |
| Median | 0.9510 | 1.028 | 1.127 |
| 75% Percentile | 1.045 | 1.054 | 1.172 |
| Maximum | 1.055 | 1.097 | 1.201 |
| Mean | 0.9634 | 1.017 | 1.129 |
| Std. Deviation | 0.08039 | 0.05974 | 0.04889 |
| Std. Error | 0.03595 | 0.02439 | 0.01630 |
| Lower 95% CI | 0.8636 | 0.9541 | 1.092 |
| Upper 95% CI | 1.063 | 1.080 | 1.167 |

| | | | | | |
|--|------------|-------|------------------------|---------|---------------------|
| One-way analysis of variance | | | | | |
| P value | 0.0003 | | | | |
| P value summary | *** | | | | |
| Are means signif. different? (P < 0.05) | Yes | | | | |
| Number of groups | 3 | | | | |
| F | 13.54 | | | | |
| R square | 0.6144 | | | | |
| Bartlett's test for equal variances | | | | | |
| Bartlett's statistic (corrected) | 1.310 | | | | |
| P value | 0.5194 | | | | |
| P value summary | ns | | | | |
| Do the variances differ signif. (P < 0.05) | No | | | | |
| ANOVA Table | SS | df | MS | | |
| Treatment (between columns) | 0.1001 | 2 | 0.05005 | | |
| Residual (within columns) | 0.06282 | 17 | 0.003695 | | |
| Total | 0.1629 | 19 | | | |
| Tukey's Multiple Comparison Test | Mean Diff. | q | Significant? P < 0.05? | Summary | 95% CI of dif |
| No treatment vs Gas | -0.05343 | 2.053 | No | ns | -0.1479 to 0.04100 |
| No treatment vs Plasm | -0.1657 | 6.912 | Yes | *** | -0.2527 to -0.07873 |
| Gas vs Plasm | -0.1123 | 4.956 | Yes | ** | -0.1945 to -0.03006 |

APÊNDICE D – APLICAÇÃO DO TRATAMENTO PLASMA DE ARGÔNIO EM CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO E FELDSPÁTICA



APÊNDICE E – GOTA DE ÁGUA SOBRE A CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO E FELDSPÁTICA PARA MENSURAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO



APÊNDICE F – ESTATÍSTICAS CERÂMICA DE DISSÍLCATO DE LÍCIO

1) ÂNGULO DE CONTATO - PLASMA

| | no treatment | t0 | t 1hour | t 1week |
|------------------|--------------|--------|---------|---------|
| Number of values | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Minimum | 7.091 | 4.795 | 4.381 | 6.993 |
| 25% Percentile | 7.187 | 4.867 | 4.577 | 8.228 |
| Median | 9.062 | 5.013 | 5.337 | 11.70 |
| 75% Percentile | 12.49 | 5.316 | 6.668 | 12.45 |
| Maximum | 12.57 | 5.541 | 6.780 | 13.06 |
| Mean | 9.684 | 5.076 | 5.565 | 10.61 |
| Std. Deviation | 2.677 | 0.2820 | 1.065 | 2.404 |
| Std. Error | 1.197 | 0.1261 | 0.4765 | 1.075 |
| Lower 95% CI | 6.360 | 4.725 | 4.242 | 7.628 |
| Upper 95% CI | 13.01 | 5.426 | 6.888 | 13.60 |

| | | | | | |
|---|------------|--------|------------------------|---------|------------------|
| One-way analysis of variance | | | | | |
| P value | 0.0003 | | | | |
| P value summary | *** | | | | |
| Are means signif. different? (P < 0.05) | Yes | | | | |
| Number of groups | 4 | | | | |
| F | 11.24 | | | | |
| R square | 0.6781 | | | | |
| Bartlett's test for equal variances | | | | | |
| Bartlett's statistic (corrected) | 13.54 | | | | |
| P value | 0.0036 | | | | |
| P value summary | ** | | | | |
| Do the variances differ signif. (P<0.05) | Yes | | | | |
| ANOVA Table | SS | df | MS | | |
| Treatment (between columns) | 119.3 | 3 | 39.77 | | |
| Residual (within columns) | 56.62 | 16 | 3.539 | | |
| Total | 175.9 | 19 | | | |
| Tukey's Multiple Comparison Test | Mean Diff. | q | Significant? P < 0.05? | Summary | 95% CI of diff |
| no treatment vs t0 | 4.608 | 5.477 | Yes | ** | 1.204 to 8.012 |
| no treatment vs t 1hour | 4.118 | 4.895 | Yes | * | 0.7145 to 7.522 |
| no treatment vs t 1week | -0.9292 | 1.104 | No | ns | -4.333 to 2.475 |
| t0 vs t 1hour | -0.4896 | 0.5820 | No | ns | -3.893 to 2.914 |
| t0 vs t 1week | -5.537 | 6.582 | Yes | ** | -8.941 to -2.133 |
| t 1hour vs t 1week | -5.048 | 6.000 | Yes | ** | -8.451 to -1.644 |

3) RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE - MICROSCOPIA CONFOCAL

| | ST | Plasma |
|------------------|--------|--------|
| Number of values | 4 | 7 |
| Minimum | 0.3800 | 0.6610 |
| 25% Percentile | 0.3848 | 0.8280 |
| Median | 0.6035 | 1.167 |
| 75% Percentile | 0.9025 | 1.372 |
| Maximum | 0.9340 | 1.959 |
| Mean | 0.6303 | 1.161 |
| Std. Deviation | 0.2828 | 0.4362 |
| Std. Error | 0.1414 | 0.1649 |
| Lower 95% CI | 0.1802 | 0.7573 |
| Upper 95% CI | 1.080 | 1.564 |

| | |
|---|---------------------|
| Unpaired t test | |
| P value | 0.0295 |
| P value summary | * |
| Are means signif. different? (P < 0.05) | Yes |
| One- or two-tailed P value? | One-tailed |
| t, df | t=2.160 df=9 |
| How big is the difference? | |
| Mean ± SEM of column A | 0.6303 ± 0.1414 N=4 |
| Mean ± SEM of column B | 1.161 ± 0.1649 N=7 |
| Difference between means | -0.5305 ± 0.2456 |
| 95% confidence interval | -1.086 to 0.02502 |
| R square | 0.3414 |
| F test to compare variances | |
| F,DFn, Dfd | 2.379, 6, 3 |
| P value | 0.5096 |
| P value summary | ns |
| Are variances significantly different? | No |

1) MICRO TRAÇÃO (MPa)

Força necessária para o rompimento na linha de cimentação:

| | ST | Plasma |
|------------------|-------|--------|
| Number of values | 3 | 5 |
| Minimum | 9.439 | 21.38 |
| 25% Percentile | 9.439 | 24.51 |
| Median | 10.60 | 28.84 |
| 75% Percentile | 13.68 | 30.26 |
| Maximum | 13.68 | 30.98 |
| Mean | 11.24 | 27.68 |
| Std. Deviation | 2.194 | 3.720 |
| Std. Error | 1.267 | 1.664 |
| Lower 95% CI | 5.792 | 23.06 |
| Upper 95% CI | 16.69 | 32.30 |

Unpaired t test

P value 0.0005
 P value summary ***
 Are means signif. different? (P < 0.05) Yes
 One- or two-tailed P value? Two-tailed
 t, df t=6.839 df=6

How big is the difference?
 Mean ± SEM of column A 11.24 ± 1.267 N=3
 Mean ± SEM of column B 27.68 ± 1.664 N=5
 Difference between means -16.44 ± 2.403
 95% confidence interval -22.32 to -10.56
 R square 0.8863

F test to compare variances
 F,DFn, Dfd 2.876, 4, 2
 P value 0.5485
 P value summary ns
 Are variances significantly different? No

APÊNDICE G – ESTATÍSTICAS CERÂMICA FELDSPÁTICA

1) ÂNGULO DE CONTATO: PLASMA

| | no treatment | t0 | t 1hour | t 1 week |
|------------------|--------------|--------|--------------------|----------|
| Number of values | 7 | 8 | 10 | 10 |
| Minimum | 18.58 | 5.110 | 9.068 | 13.65 |
| 25% Percentile | 27.56 | 5.875 | 10.73 | 13.94 |
| Median | 29.44 | 7.852 | 11.45 | 16.25 |
| 75% Percentile | 36.70 | 11.55 | 17.35 | 17.27 |
| Maximum | 38.47 | 12.07 | 18.15 | 21.72 |
| Mean | 30.00 | 8.380 | 12.99 | 16.20 |
| Std. Deviation | 6.552 | 2.776 | 3.379 | 2.499 |
| Std. Error | 2.476 | 0.9815 | 1.069 | 0.7903 |
| Lower 95% CI | | 23.94 | 10.5 6.059 7 | 14.41 |
| Upper 95% CI | 36.06 | 10.70 | 15.40 | 17.99 |

| | | | | | |
|--|------------|-------|------------------------|---------|------------------|
| One-way analysis of variance | | | | | |
| P value | < 0.0001 | | | | |
| P value summary | *** | | | | |
| Are means signif. different? (P < 0.05) | Yes | | | | |
| Number of groups | 4 | | | | |
| F | 42.29 | | | | |
| R square | 0.8036 | | | | |
| Bartlett's test for equal variances | | | | | |
| Bartlett's statistic (corrected) | 8.581 | | | | |
| P value | 0.0354 | | | | |
| P value summary | * | | | | |
| Do the variances differ signif. (P < 0.05) | Yes | | | | |
| ANOVA Table | SS | df | MS | | |
| Treatment (between columns) | 1926 | 3 | 641.9 | | |
| Residual (within columns) | 470.5 | 31 | 15.18 | | |
| Total | 2396 | 34 | | | |
| Tukey's Multiple Comparison Test | Mean Diff. | q | Significant? P < 0.05? | Summary | 95% CI of diff |
| no treatment vs t0 | 21.62 | 15.17 | Yes | *** | 16.15 to 27.10 |
| no treatment vs t 1hour | 17.01 | 12.53 | Yes | *** | 11.80 to 22.23 |
| no treatment vs t 1 week | 13.80 | 10.17 | Yes | *** | 8.592 to 19.02 |
| t0 vs t 1hour | -4.607 | 3.526 | No | ns | -9.624 to 0.4102 |
| t0 vs t 1 week | -7.817 | 5.982 | Yes | ** | -12.83 to -2.800 |
| t 1hour vs t 1 week | -3.210 | 2.606 | No | ns | -7.941 to 1.520 |

3) RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE – MICROSCOPIA CONFOCAL (Sa- um):

| | No treatment | Plasm |
|------------------|--------------|--------|
| Number of values | 4 | 9 |
| Minimum | 0.7230 | 0.6890 |
| 25% Percentile | 0.7785 | 1.094 |
| Median | 1.029 | 1.761 |
| 75% Percentile | 1.249 | 2.387 |
| Maximum | 1.294 | 2.598 |
| Mean | 1.019 | 1.722 |
| Std. Deviation | 0.2431 | 0.6824 |
| Std. Error | 0.1216 | 0.2275 |
| Lower 95% CI | 0.6316 | 1.197 |
| Upper 95% CI | 1.405 | 2.246 |

| | |
|---|--------------------|
| Unpaired t test | |
| P value | 0.0376 |
| P value summary | * |
| Are means signif. different? (P < 0.05) | Yes |
| One- or two-tailed P value? | One-tailed |
| t, df | t=1.964 df=11 |
| How big is the difference? | |
| Mean ± SEM of column A | 1.019 ± 0.1216 N=4 |
| Mean ± SEM of column B | 1.722 ± 0.2275 N=9 |
| Difference between means | -0.7032 ± 0.3580 |
| 95% confidence interval | -1.491 to 0.08471 |
| R square | 0.2597 |
| F test to compare variances | |
| F,DFn, Dfd | 7.878, 8, 3 |
| P value | 0.1171 |
| P value summary | ns |
| Are variances significantly different? | No |

ANEXO A: NORMAS DA REVISTA “THE INTERNATIONAL JOURNAL OF ORAL & MAXILLOFACIAL IMPLANTS”

GUIDELINES FOR AUTHORS

Acceptable material. Original articles are considered for publication on the condition they have not been published or submitted for publication elsewhere (except at the discretion of the editors). Articles on implant or tissue engineering (TE) basic or clinical research, clinical applications of implant/TE research and technology, proceedings of pertinent symposia or conferences, quality review papers, and matters of education related to the implant/TE field are invited.

Number of authors. Authors listed in the byline should be limited to four. Secondary contributors can be acknowledged at the end of the article. (Special circumstances will be considered by the editorial chairman.)

Review/editing of manuscripts.

Manuscripts will be reviewed by the editorial chairman and will be subjected to blind review by the appropriate section editor and editorial staff consultants with expertise in the field that the article encompasses. The publisher reserves the right to edit accepted manuscripts to fit the space available and to ensure conciseness, clarity, and stylistic consistency, subject to the author's final approval.

Adherence to guidelines. Manuscripts that are not prepared in accordance with these guidelines will be returned to the author before review.

MANUSCRIPT PREPARATION

- The journal will follow as much as possible the recommendations of the International Committee of Medical Journal Editors (Vancouver Group) in regard to preparation of manuscripts and authorship (Uniform requirements for manuscripts submitted to biomedical journals.

Ann Intern Med 1997;126:36–47). See <http://www.icmje.org>

- Manuscripts should be double-spaced with at least a one-inch margin all around. Number all pages. Do not include author names as headers or footers on each page.

- Title page. Page 1 should include the title of the article and the name, degrees, title, professional affiliation, and full address of all authors. Phone, fax, and e-mail address must also be provided for the corresponding author, who will be assumed to be the first-listed author unless otherwise noted. If the paper was presented before an organized group, the name of the organization, location, and date should be included.

- Abstract/key words. The abstract should include a maximum of 350 words. A list of key words should be provided, not to exceed six. Abstracts for basic and clinical research articles must be structured with the following four sections: Purpose, Materials and Methods, Results, and Conclusions. Abstracts of short communications should also be structured but should be a maximum of 250 words. For all other types of articles (ie, literature reviews, technical and case reports), abstracts should not exceed 250 words and need not be structured.

- Article text. Currently there is no article page limit (within reason).

- Acknowledgments. Persons who have made substantive contributions to the study can be acknowledged at the end of the article. Also specify grant or other financial support, citing the name of the supporting organization and grant number.

- Legends. Figure legends should be typed as a group at the end of the manuscript. Detailed legends are encouraged. For photomicrographs, specify original magnification and stain.

- Tables. Each table should be logically organized, typed on a separate page at the end of the manuscript, and numbered consecutively. Table title and footnotes should be typed on the same page as the table.
- Abbreviations. The full term for which an abbreviation stands should precede its first use in the text unless it is a standard unit of measurement.
- Trade names. Generic terms are to be used whenever possible, but trade names and manufacturer name should be included parenthetically at first mention.
- Numbers. Per SI convention, authors are requested to use decimal points rather than commas for fractional numbers.

REFERENCES

- All references must be cited in the text, numbered in order of appearance.
- The reference list should appear at the end of the article in numeric sequence.
- Do not include unpublished data or personal communications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date.
- Avoid using abstracts as references.
- Provide complete information for each reference, including names of all authors (up to six). If the reference is to part of a book, also include title of the chapter and names of the book's editor(s).

Journal reference style:

1. Waasdorp J, Reynolds MA. Allogeneic bone onlay grafts for alveolar ridge augmentation: A systematic review. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2010;25:525–531.

Book reference style:

1. Wikesjo UME, Hanisch O, Sigurdsson TJ, Caplanis N. Application of rhBMP-2 to alveolar and periodontal defects. In: Lynch SE, Genco RJ, Marx RE (eds). *Tissue Engineering: Applications in Maxillofacial Surgery and Periodontics*. Chicago: Quintessence, 1999:269–286.

ARTICLE ACCEPTANCE

Article acceptance is pending receipt of images judged to be of sufficient quality for publication (see the guidelines below). Once a manuscript is accepted, authors should submit high-resolution digital image files (by email or on disk) to:

Managing Editor

JOMI

Quintessence Publishing Co, Inc 4350 Chandler Drive Hanover Park, IL 60133

Email: jomi.submit@quintbook.com

The disk/package should be labeled with the first author's name, shortened article title, and article number.

DIGITAL IMAGES/ACCEPTED ARTICLES

When preparing final images to send, consider the following points:

- Resolution must be at least 300 dpi when the image is 3 inches wide. Images saved in TIFF format are preferred, but JPG or EPS files are acceptable. Images grouped together must be saved as individual files. Images containing type should either be saved as a layered file or provided along with a second file with type removed. Line art (graphs, charts, drawings) should be provided as vector art (AI or EPS files) Please do not embed images into other types of documents (eg, Word, Excel, PowerPoint, etc).

PERMISSIONS AND WAIVERS

- Permission of author and publisher must be obtained for the direct use of material (text, photos, drawings) under copyright that does not belong to the author. Waivers must be obtained for photographs showing persons, otherwise faces will be masked to prevent identification.

ANEXO B: NORMAS DA REVISTA “BRAZILIAN ORAL RESEARCH”

The manuscript text should be written in English and provided in a digital file compatible with “Microsoft Word” (in DOC, DOCX, or RTF format).

All figures (including those in layouts/combinations) must be provided in individual and separate files, according to recommendations described under the specific topic. Photographs, micrographs, and radiographs should be provided in TIFF format, according to the recommendations described under the specific topic.

Charts, drawings, layouts, and other vector illustrations must be provided in a PDF format individually in separate files, according to the recommendations described under the specific topic.

Important: ScholarOne™ allows upload of a set of files up to 10 MB. In case the video file exceeds this size, it is possible to leave information about the link to access the video. The use of patients’ initials, names, and/or registry numbers is prohibited in the reproduction of clinical documentation. The identification of patients is prohibited. An informed consent statement, signed by the patient, concerning the use of his/her image should be provided by the author(s) when requested by BOR. The Copyright legislation in force must be respected and the source cited when the manuscript reproduces any previously published material (including texts, charts, tables, figures, or any other materials).

Title page (compulsory data)

Informative and concise title, limited to a maximum of 110 characters, including spaces.

Names of all authors written out in full, including respective telephone numbers and email addresses for correspondence. We recommend that authors collate the names present in the Cover Letter with the profile created in ScholarOne™, to avoid discrepancies.

The participation of each author must be justified on a separate page, which should meet the authorship and co-authorship criteria adopted by the International Committee of Medical Journal Editors, available at <http://www.icmje.org/recommendations/browse/roles-and-responsibilities/defining-the-role-of-authors-and-contributors.html>

Data of institutional/professional affiliation of all authors, including university (or other institution), college/program, department, city, state, and country, presented according to internal citation norms established by each author’s institution. Verify that such affiliations are correctly entered in ScholarOne™.

Abstract: This should be presented as a single structured paragraph (but with no subdivisions into sections) containing the objective of the work, methodology, results, and conclusions. In the System if applicable, use the Special characters tool for special characters.

Keywords: Ranging from 3 (three) to 5 (five) main descriptors should be provided, chosen from the keywords registered at <http://decs.bvs.br/> or <http://www.nlm.nih.gov/mesh/MBrowser.html> (no synonyms will be accepted).

Main Text

Introduction: This should present the relevance of the study, and its connection with other published works in the same line of research or field, identifying its limitations and possible biases. The objective of the study should be concisely presented at the end of this section.

Methodology: All the features of the material pertinent to the research subject should be provided (e.g., tissue samples or research subjects). The experimental, analytical, and statistical methods should be described in a concise manner, although in detail, sufficient to allow others to recreate the work. Data from manufacturers or suppliers of products, equipment, or software must be explicit when first mentioned in this section, as follows: manufacturer's name, city, and country. The computer programs and statistical methods must also be specified. Unless the objective of the work is to compare products or specific systems, the trade names of techniques, as well as products, or scientific and clinical equipment should only be cited in the "Methodology" and "Acknowledgments" sections, according to each case. Generic names should be used in the remainder of the manuscript, including the title. Manuscripts containing radiographs, microradiographs, or SEM images, the following information must be included: radiation source, filters, and kV levels used. Manuscripts reporting studies on humans should include proof that the research was ethically conducted according to the Helsinki Declaration (*World Medical Association*, <http://www.wma.net/en/30publications/10policies/b3/>). The approval protocol number issued by an Institutional Ethics Committee must be cited. Observational studies should follow the STROBE guidelines (<http://strobe-statement.org/>), and the check list must be submitted. Clinical Trials must be reported according to the CONSORT Statement standard protocol (<http://www.consort-statement.org/>); systematic reviews and meta-analysis must follow the PRISMA (<http://www.prisma-statement.org/>), or Cochrane protocol (<http://www.cochrane.org/>).

Plagiarism

BOR employs a plagiarism detection system. When you send your manuscript to the journal it may be analyzed—not merely for the repetition of names/affiliations, but rather the sentences or texts used.

References: Only publications from peer-reviewed journals will be accepted as references. Unfinished manuscripts, dissertations, theses, or abstracts presented in congresses will not be accepted as references. References to books should be avoided.

Reference citations must be identified in the text with superscript Arabic numerals. The complete reference list must be presented after the "Acknowledgments" section, and the references must be numbered and presented in Vancouver Style in compliance with the guidelines provided by the International Committee of Medical Journal Editors, as presented in Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals (<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK7256/>). The journal titles should be abbreviated according to the List of Journals Indexed in Index Medicus (<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/nlmcatalog/journals>). The authors shall bear full responsibility for the accuracy of their references.

Spelling of scientific terms: When first mentioned in the main text, scientific names (binomials of microbiological, zoological, and botanical nomenclature) must be written out in full, as well as the names of chemical compounds and elements.

Units of measurement: These must be presented according to the International System of Units (<http://www.bipm.org> or <http://www.inmetro.gov.br/consumidor/unidLegaisMed.asp>).

Footnotes on the main text: These must be indicated by asterisks and restricted to the bare minimum.

Original Research

Limited to 30,000 characters including spaces (considering the introduction, methodology, results, discussion, conclusion, acknowledgments, tables, references,

and figure legends). A maximum of 8 (eight) figures and 40 (forty) references will be accepted. The abstract can contain a maximum of 250 words.

Layout - Text Files

Title Page

Main text (30,000 characters including spaces)

Abstract: a maximum of 250 words

Keywords: 3 (three)-5 (five) main descriptors

Introduction

Methodology

Results

Discussion

Conclusion

Acknowledgments

Tables

References: maximum of 40 references

Figure legends

Layout - Graphic Files

Figures: a maximum of 8 (eight) figures, as described above.

Copyright transfer agreement and responsibility statements

The manuscript submitted for publication must include the Copyright Transfer Agreement and the Responsibility Statements, available in the online system and mandatory.

CHECKLIST FOR INITIAL SUBMISSION

Title Page file (in DOC, DOCX, or RTF format).

Main text file (Main Document, manuscript), in DOC, DOCX, or RTF format.

Tables, in DOC, DOCX, or RTF format.

Declaration of interests and funding, submitted in a separate document and in a PDF format. (if applicable)

Justification for participation of each author, provided in a separate document and in a PDF format.

Photographs, microradiographs, and radiographs (10 cm minimum width, 500 dpi minimum resolution) in TIFF format. (<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/pub/filespec-images/>)

Charts, drawings, layouts, and other vector illustrations in a PDF format.

Each figure should be submitted individually in separate files (not inserted in the text file).