

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTLOGIA DE PIRACICABA**

**DENISE CESAR DE OLIVEIRA DAVIDOFF**

**DEGRADAÇÃO DE MATERIAIS RESTAURADORES  
ESTÉTICOS EM UM MODELO DE CICLAGEM DE pH E  
ABRASÃO POR ESCOVAÇÃO**

TESE DE DOUTORADO APRESENTADA A  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE  
PIRACICABA DA UNICAMP PARA  
OBTENÇÃO DO TÍTULO DE DOUTOR EM  
MATERIAIS DENTÁRIOS.

**ORIENTADORA: PROF<sup>a</sup>. DR<sup>a</sup>. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI**

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA TESE  
DEFENDIDA PELO ALUNO, E ORIENTADA PELO PROF. DR.



**Assinatura do Orientador**

**PIRACICABA, 2011**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR  
GARDÊNIA BENOSSI – CRB8/8644 - BIBLIOTECA DA  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

D28d Davidoff, Denise Cesar de Oliveira, 1962-  
Degradação de materiais restauradores estéticos em um  
modelo de ciclagem de pH e abrasão por escovação / Denise  
Cesar de Oliveira Davidoff. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2011.

Orientador: Regina Maria Puppini-Rontani.  
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas,  
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Rugosidade de superfície. 2. Materiais dentários. 3. Dureza.  
I. Puppini-Rontani, Regina Maria. II. Universidade Estadual de  
Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

**Título em Inglês:** Degradation of esthetic restorative materials in a pH cycling  
model and toothbrush abrasion

**Palavras-chave em Inglês:**

Surface roughness

Dental Materials

Hardness

**Área de concentração:**

**Titulação:** Doutor em Materiais Dentários

**Banca examinadora:**

Regina Maria Puppini-Rontani [Orientador]

Adriano Tomio Hoshi

Fernanda Miori Pascon

Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo

Roberta Caroline Bruschi Alonso

**Data da defesa:** 29-07-2011

**Programa de Pós-Graduação:** Materiais Dentários



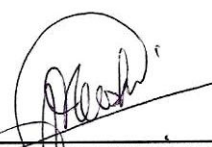
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 29 de Julho de 2011, considerou a candidata DENISE CESAR DE OLIVEIRA DAVIDOFF aprovada.

  
\_\_\_\_\_  
Profa. Dra. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI

  
\_\_\_\_\_  
Profa. Dra. ROBERTA CAROLINE BRUSCHI ALONSO

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. ADRIANO TOMIO HOSHI

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO

  
\_\_\_\_\_  
Profa. Dra. FERNANDA MIORI PASCON

## *Dedicatória*

Ao meu esposo, **José Afrânio**, presença constante de amor, incentivo e paciência, fazendo minha vida feliz, compartilhando sonho e ideais, dedico a magia deste momento.

Aos meu filhos, **Fernanda e Pedro**, fontes de amor, inspiração e de energia. Lutarei sempre para o melhor de vocês, estarei ao lado para sorrir e chorar a cada momento importante de suas vidas ! As sementes do meu amor.

Aos meus pais, **Jair e Ada** *in memorium*, pela vida, exemplo, pela sabedoria e confiança transmitidas, por tentarem sempre me mostrar os caminhos certos e torná-los mais suaves, pelo apoio imprescindível para que eu chegasse até aqui.

## *Agradecimentos*

**A DEUS**

**“ Nada fiz de merecedor, todas as minhas realizações  
foram inteiramente AS TUAS ações”**

*Rei Davi para Deus*

*A todos meus familiares e amigos que compartilharam meus ideais e os alimentaram, incentivando-me a prosseguir na minha jornada, fossem quais fossem os obstáculos. MUITO OBRIGADA!*

## **Agradecimento especial**

**A minha orientadora, Profa. Dra. Regina Maria Puppini-Rontani,**  
pela amizade, confiança, liberdade de trabalho, disposição em me receber,  
humildade ao esclarecer minhas dúvidas, sempre sorrindo e estimulando meu  
crescimento. Seus ensinamentos acompanhar-me-ão por toda a vida.

## **Agradecimentos**

À Universidade Estadual de Campinas, nas pessoas do **Magnífico Reitor Dr. Fernando Ferreira Costa** e vice-reitor **Prof. Dr. Edgar Decca**.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade de Campinas, nas pessoas do Diretor **Prof. Dr. Jacks Jorge Junior** e Diretor associado **Prof. Dr. Alexandre Augusto Zaia**.

À **Profa. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia**, coordenadora Geral dos Cursos de Pós-Graduação, e **Prof. Dr. Marcelo Gianini** coordenador do Programa de Pós Graduação da Área de Materiais Dentárias.

À **Fundação Araucária** pelo apoio e auxílio na implantação deste programa de Dinter.

Ao **Prof. Dr Lourenço Correr Sobrinho**, Titular da área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade de Campinas por sua competência na docência e incentivo durante o programa de doutorado.

Ao **Prof. Dr Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**, Titular da área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade de Campinas pelo convívio amistoso, seriedade, responsabilidade e competência na docência.

Ao **Prof. Dr. Mario Fernando de Góes**, Titular da área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade de Campinas por seu imensurável conhecimento científico transmitidos com clareza, seriedade e responsabilidade com que conduziu sua contribuição ao curso.

Ao **Prof. Dr Simonides Consani**, pela acolhida e pela disponibilidade, e imensurável conhecimento de Materiais Dentários.

Ao Engenheiro Mecânico **Marcos Blanco Cangiani** da Área Materiais Dentários da FOP-UNICAMP, por sua imensa serenidade, paz de espírito, amizade, auxílio e orientação nos trabalhos laboratoriais.

Aos professores da Disciplina de Odontopediatria, Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> **Marinês Nobre dos Santos Uchoa** e Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> **Maria Beatriz Duarte Gavião**, ao **Marcelo** técnico do laboratório de Odontopediatria e todas as alunas da pós-graduação em Odontopediatria. Vocês me acolheram no laboratório, dividiram equipamentos, geladeiras.... e acima de tudo contribuíram para que o período de trabalho laboratorial



não fosse tão exaustivo. Com vocês aprendi o verdadeiro sentido da harmoniosa convivência e cooperação.

À Sra. **Érica Alessandra Pinho Sinhoreti**, pelas orientações e esclarecimentos quantos às dúvidas do curso de Pós - Graduação.

À Sra. **Selma A. B. Segalla**, técnica da Área Materiais Dentários da FOP-UNICAMP pela amizade, apoio, e toda a atenção dispensada durante o curso.

Ao **Adriano Luis Martins**, do Depto de Morfologia, setor de Microscopia Eletrônica da FOP-UNICAMP, pelo auxílio nos trabalhos executados no laboratório.

Ao Prof. **Marcio Mendonça** e Prof<sup>a</sup> **Virginia Bosquirolli**, pelo empenho na implantação do programa Dinter Unioeste/ Unicamp.

Ao Dr. **Carlos Augusto Nassar**; coordenador do programa Dinter Unioeste/ Unicamp, meus sinceros agradecimento pela amizade, apoio e toda a atenção dispensada durante o curso.

Aos amigos e companheiros da Disciplina de Odontopediatria e Clínica Integrada Infantil da Universidade Estadual do Oeste do Paraná - Cascavel-PR: **Prof. Dr. Adriano Tomio Hoshi**, **Prof. Dr. Edo Hirata**, **Prof<sup>a</sup> Maria Daniela Basso de Souza**, **Prof<sup>a</sup> Maria de Fatima Monteiro Tomasin**, **Prof. Amadeu Tomasin Neto**, **Prof. Luiz Carlos Marchi**, **Prof. Roberto Bombonati** e **Prof. Dr. Mauro Agner Busato**, pelo incentivo, por permitirem que eu fizesse o curso de Doutorado e por trabalharem a mais para suprir minha ausência.

Ao **Prof. Dr. Cleber Lindino** coordenador do Laboratório de Química Analítica da Unioeste, que me orientou em pesquisas desenvolvidas nos laboratórios da instituição.

Aos Colegas de Doutorado pelo companheirismo e amizade e pelos momentos de convivência ao longo do curso.

À minha **amiga Vera Smidt**, saiba que além do apelido DENI, você me deu apoio, incentivo, companheirismo, carinho, amizade.

Ao amigo **Prof. Wagner Baseggio**, muito cedo, nossos papéis se inverteram, mas, o importante é que sempre estamos caminhando junto, não importa em qual lado, tenho admiração pelo professor, pesquisador, pela pessoa que você é!

Aos Professores: Prof. Dr. **Simonides Consani**, Prof. Dr. **Luis Roberto Marcondes Martins** e Profa. Dra. **Andréia Bolzan De Paula**, por terem prontamente aceitado participar da banca de qualificação desta tese e contribuírem significativamente para o engrandecimento da mesma.

**MUITO OBRIGADA!!**

**RESUMO**

Os objetivos nesta tese, composta por 2 capítulos foram: (1) avaliar a influência da proteção de superfície na dureza, rugosidade e morfologia de um cimento de ionômero de vidro submetidos à degradação química e mecânica; (2) avaliar os efeitos do desafio químico (ciclagem de pH) e mecânico (abrasão por escovação) na dureza e rugosidade de diferentes materiais restauradores. No capítulo 1, trinta e seis espécimes obtidos do CIV foram distribuídos em 4 grupos (n=8) de acordo com a proteção de superfície (com ou sem proteção de vaselina) e meio de armazenagem (ciclagem de pH e água deionizada). Todos os espécimes foram submetidos à mensuração de microdureza e rugosidade de superfície (Ra) em três momentos inicial, após armazenagem por 15 dias e após abrasão por escovação mecânica. Os dados foram submetidos aos testes ANOVA 3 fatores para medidas repetidas e Tukey-Kramer ( $p < 0,05$ ). Os resultados de ciclagem de pH evidenciaram que houve diminuição dos valores de dureza independente do fator proteção. A ciclagem de pH não promoveu alteração nos valores de rugosidade para o grupo sem proteção. O cimento de ionômero de vidro de alta viscosidade apresentou diminuição na dureza após abrasão e ciclagem de pH independente da proteção de superfície com vaselina. No capítulo 2, foram confeccionados dezesseis espécimes de cada material (Ketac Molar Easy Mix, Vitremer, Ketac N100 e Filtek Z350) divididos em 8 grupos (n=8) de acordo com o material e o meio de armazenagem: ciclagem de pH e água deionizada. Foram mensuradas a microdureza e rugosidade de superfície de todos os materiais estudados em três momentos: inicial, após armazenagem por 15 dias e após abrasão por escovação mecânica. Os dados foram submetidos a ANOVA 3 fatores para medidas repetidas e teste de Tukey-Kramer ( $p < 0,05$ ). Os resultados mostraram que todos os materiais avaliados apresentaram diminuição dos valores de dureza após ciclagem de pH. O Filtek Z350 após abrasão apresentou os maiores valores de dureza, e os demais materiais valores equivalentes. O Ketac N100 não apresentou alteração na dureza quando submetido a abrasão e ciclagem de pH. O Ketac Molar Easy Mix não apresentou alteração nos valores de rugosidade após degradação química e mecânica, enquanto os Ketac N100, Filtek Z350 e Vitremer apresentaram aumento de rugosidade. Com base nos resultados pode-se concluir que a influência da abrasão

por escovação mecânica e da ciclagem de pH na degradação de superfície dos materiais restauradores estéticos está relacionada ao tipo de material: o compósito Filtek Z350 foi o material que exibiu a maior resistência a degradação química e mecânica em relação a rugosidade e dureza, apresentando menores índices de rugosidade. O Ketac N100 apresentou valores equivalentes de dureza e rugosidade ao Vitremer após abrasão e ciclagem de pH. O Ketac Molar Easy Mix apresentou diminuição na dureza após abrasão e ciclagem de pH, independente da proteção superficial com vaselina. O Ketac Molar Easy Mix sem proteção superficial com vaselina não apresentou diminuição de rugosidade após abrasão associada à ciclagem de pH.

**Palavras chave:** compósito resinoso; cimento de ionômero de vidro; rugosidade de superfície; dureza Knoop; degradação química.

**ABSTRACT**

The objectives of this Thesis, consisting of two chapters, were: (1) to evaluate the effect of petroleum jelly used as a surface protection on hardness and surface roughness of Ketac Molar Easy Mix (KM), submitted to chemical and mechanical degradation; (2) to evaluate the effect of chemical challenges (pH-cycling) and mechanical degradation (toothbrush abrasion) in hardness and roughness surface of different restorative materials. In chapter one, thirty-two specimens obtained from KM were divided into four groups according to their surface protection (with or without protection) and chemical degradation (pH cycling or water). All specimens were subjected to measurement of microhardness and surface roughness at baseline, after storage and after abrasion. Data were submitted to a three-way ANOVA for repeated measures and Tukey-Kramer's tests ( $p < 0.05$ ). After pH cycling, there was a decrease in hardness regardless the surface protection. The pH cycling did not promote changes in surface roughness for the group without protection. KM showed a decrease in hardness and abrasion after pH cycling, independently of surface protection. pH-cycling provided the lowest microhardness regardless surface protection or abrasion. The highest microhardness point was obtained when KM was protected and submitted to water storage and abrasion. The highest roughness point was obtained when unprotected KM was submitted to water immersion and/or abrasion compared with KM and submitted to pH cycling. *Conclusion:* Microhardness and surface roughness were influenced by surface protection and chemical degradation. There was an increase in surface roughness when KM was unprotected. In chapter 2, sixteen specimens were obtained from each material (Ketac Molar Easy Mix, Vitremer, Ketac N100 and Filtek Z350) and were divided into 8 groups according to the material and the storage. All specimens were submitted to the measurement of hardness and roughness in three different treatments: initial, after storage and after abrasion. The data were submitted to repeated measures three-way ANOVA and Tukey's tests ( $p < 0.05$ ). Results showed that all materials presented a decrease in hardness after pH cycling. The Filtek Z350 after abrasion presented the highest surface hardness and the others did not present statistically significant difference. The Ketac N100 was the only material that showed no change in hardness

when submitted to pH cycling and abrasion, while the others, KM, Vitremer and Filtek Z350, showed a decrease in hardness. The KM did not change the roughness after chemical and mechanical degradation, while Ketac N100, Filtek Z350 and Vitremer increased surface roughness. Filtek Z350 was the material that showed the best resistance to chemical and mechanical degradation. Based on the results it can be concluded that the influence of abrasion and pH cycling on surface degradation of aesthetic restorative materials is related to the type of material: Filtek Z350 exhibited the highest resistance to chemical and mechanical degradation concerning roughness and hardness. Ketac N100 and Vitremer showed similar values of hardness and roughness after abrasion and pH cycling. KM had a decrease in hardness and abrasion after pH cycling, independently of surface protection. KM with no surface protection did not show a decrease of roughness after abrasion associated with pH cycling.

Keywords: composite resin; glass ionomer cement; surface roughness; Knoop hardness.

**SUMÁRIO**

**INTRODUÇÃO 01**

**CAPÍTULO 1 - Efeito da proteção de superfície na microdureza e rugosidade de um cimento de ionômero de vidro submetido a degradação química e mecânica 05**

**CAPÍTULO 2 - Efeito da ciclagem de pH e abrasão por escovação na superfície de materiais restauradores estéticos diretos 20**

**CONCLUSÃO 40**

**REFERÊNCIAS 41**

**APÊNDICE 44**

**ANEXO 48**

## Introdução

Os materiais restauradores estéticos diretos podem ser classificados em quatro categorias baseados nas similaridades das suas propriedades físicas, mecânicas, de reação de presa e liberação de flúor, sendo que as resinas compostas e os cimentos de ionômero de vidro ocupam posições extremas nesta classificação, as resinas modificadas por poliácidos e os cimentos de ionômero modificado por resina as posições intermediárias (Wang *et al.*, 2007; Burgess, 2008, Ngo, 2010).

Dentre esses materiais, as resinas compostas apresentam melhores propriedades mecânicas, nenhuma propriedade adesiva inerente, maior coeficiente de expansão térmica e maior resistência ao desgaste quando comparadas a outros materiais estéticos (Burke *et al.*, 2006).

Inúmeras alterações foram feitas às resinas compostas, especialmente na tentativa de se obter melhor estabilidade de cor, adequada resistência ao desgaste e lisura de superfície clinicamente aceitável. Uma das mais recentes inovações é a aplicação da nanotecnologia nas resinas compostas, inicialmente com a produção de resinas compostas nanohíbridas com tamanho de partículas inorgânicas de 100 nm a 0,7 µm. A partir de 2003, foram introduzidas as resinas nanoparticuladas, com 100% de partículas inorgânicas nanométricas da ordem de 20 a 75 nm (Mitra *et al.*, 2003).

É reconhecido que a forma, o tamanho e a quantidade de partículas acrescentadas aos compósitos podem afetar as suas propriedades (Moszner & Klapdohr, 2004; Soh *et al.*, 2006; Kahler *et al.*, 2008). Pequenas partículas resultam em menor espaço interparticular, maior proteção à matriz e menor desprendimento de partículas (Turssi *et al.*, 2006). Outro aspecto na inovação das resinas nanoparticuladas é a silanização individual das partículas de carga, formando os chamados "nanoaglomerados", ou seja, massas de partículas homogêneas que impedem o desprendimento das partículas, além de aumentar o conteúdo de carga incorporada, conseqüentemente diminuindo o volume da matriz orgânica (Beun *et al.*, 2007).

As partículas nanométricas incorporadas aos compósitos resinosos permitiram o aumento da dureza de superfície e da resistência mecânica ao desgaste quando comparadas aos compósitos híbridos (Suzuki *et al.*, 2009). Maior lisura de superfície e manutenção de polimento foram constatadas em estudo de avaliação do



efeito de sistemas de polimentos na textura e rugosidade de superfície quando comparadas aos compósitos nanohíbridos (Endo *et al.*, 2010).

Depois do aparecimento do cimento de silicato e do cimento de ionômero de vidro (CIV), surgiram outros materiais restauradores com liberação de flúor na tentativa de conciliar materiais estéticos com melhores propriedades mecânicas e biológicas. Uma das vantagens do cimento de ionômero de vidro é a liberação de flúor e outros íons por longos períodos. Além disso, apresenta união química ao esmalte e dentina, é biocompatível e possui coeficiente de expansão térmica linear similar a estrutura dentária (Xie *et al.*, 2000).

A lenta reação ácido-base de presa do cimento de ionômero de vidro compromete sua resistência e desgaste inicial, restringindo sua indicação para pequenas restaurações em áreas sujeitas a baixo esforço mastigatório, o que tem sempre motivado modificações da fórmula dos cimentos de ionômero de vidro convencionais (McLean, & Wilson, 1977; Cattani-Lorente *et al.*, 1999). A adição de monômeros resinosos solúveis em água aos CIV permitiu melhora na sensibilidade à umidade, melhorou ligeiramente a resistência compressiva e flexural inicial, porém não reduziu significativamente o desgaste quando comparado com o cimento de ionômero de vidro convencional (Mitra & Kedrowski, 1994). Provavelmente isto tenha ocorrido em função da permanência de partículas vítreas grandes na matriz de polissais que se destacam facilmente pela falta de adesão à matriz polimérica (Xie *et al.*, 2000). Além disso, os componentes resinosos hidrófilos comportam-se como hidrogel sintético, capazes de absorver grande quantidade de água, provocando alterações dimensionais e propriedades mecânicas insatisfatórias (Nicholson *et al.*, 1992; Ellakuria *et al.*, 2003).

Na tentativa de suprir estas deficiências, foram efetuadas modificações no tamanho e na distribuição das partículas de vidro, remoção do excesso de íons cálcio das mesmas, na relação pó-líquido com a introdução dos cimentos de ionômero de vidro de alta viscosidade, bem como a incorporação de partículas nanométricas, ampliando as indicações (Nicholson, 2010). Recentemente, foi lançado no mercado o Ketac<sup>TM</sup> N100, um cimento de ionômero de vidro modificado por resina com adição de nanopartículas de óxido de zircônia, vidro e sílica tratadas com silano, variando de 5-25 nm na porcentagem de 40 a 50% em peso. Diferentemente dos outros cimentos de

ionômero de vidro modificados por resina, este apresenta além do hidroxietil metacrilato (HEMA), os monômeros resinosos bisfenol glicidil metacrilato (Bis-GMA) e trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA) (3M ESPE). Assim como nos compósitos odontológicos, as nanopartículas adicionadas acarretariam melhorias estéticas como opacidade, polimento de superfície e superiores propriedades mecânicas.

A sensibilidade à exposição prematura à água, durante ou após o início da reação de presa dos cimentos de ionômero de vidro, pode comprometer o equilíbrio hídrico ocasionando sorção de água, dissolução e perda de íons cálcio e alumínio, fundamentais para a formação do cimento, e erosão (Wilson, Mclean; 1988); além de ser também suscetível à desidratação, causando a formação de trincas (Crisp *et al.*, 1980; Mount & Makinson, 1982; Earl *et al.*, 1985). Para reduzir a suscetibilidade do cimento de ionômero de vidro convencional e da sua versão híbrida a problemas de sinérese e embebição, protetores de superfície foram sugeridos para estes materiais, principalmente durante as fases iniciais da reação e na fase de maturação, que equivale às primeiras vinte e quatro horas (Serra *et al.*, 1994).

Em função das modificações apresentadas na formulação dos cimentos ionômeros de vidro de alta viscosidade a reação de presa tornou-se mais rápida em relação aos demais cimentos de ionômero de vidro convencionais, resultando em propriedades mecânicas superiores, demonstrando maior dureza e módulo de elasticidade do que os cimentos de ionômero de vidro modificado por resina, independentemente das condições de armazenamento (Wang *et al.*, 2007), permitindo a ampliação da indicação do material, principalmente para as Técnicas de Mínima Intervenção (MID) e de Tratamento Restaurador Atraumático (TRA) (Frencken *et al.*, 1994).

Os materiais restauradores odontológicos estão sujeitos constantemente a desafios mecânicos e químicos quando em função na cavidade bucal. Esse processo significa a deterioração gradual dos materiais mediada por processos biológicos, químicos e mecânicos complexos, como a interação com saliva, alimentos, bebidas e microrganismos bucais. Conseqüentemente, ao longo do tempo, podem ser observadas alterações nas propriedades de superfície, como diminuição da dureza (Yap *et al.*, 2001; Gömeç *et al.*, 2004; Silva *et al.*, 2007), aumento da rugosidade (Willershausen *et*

*al.*, 1999; Turssi *et al.*, 2003; Fucio *et al.*, 2008), tornando-as mais suscetíveis ao desgaste, e conseqüentemente à perda de componentes, além de favorecerem a retenção do biofilme bacteriano, uma vez que a adesão bacteriana em superfícies sólidas na cavidade bucal está diretamente relacionada ao grau de rugosidade da superfície (Bollen *et al.*, 1997).

A simulação do ambiente bucal tem sido realizada pelo uso de ciclagem de pH, permitindo analisar o desempenho de materiais sob desafio ácido em condições similares aos ocorridos *in vivo*, simulando um ambiente com alto desafio cariogênico (Featherstone *et al.*, 1986; Carvalho & Cury 1999). Dentre as várias metodologias para simular laboratorialmente o desgaste abrasivo, existe a escovação com desgaste por três corpos (material, dentífrico e escova). A severidade do desgaste abrasivo por escovação da superfície do material depende da interação de vários fatores como o tipo de partículas abrasivas que compõem o dentífrico, proporção água/dentífrico, tipo de escova e pressão, velocidade e frequência da escovação (Heintze & Forjanic *et al.*, 2005).

Considerando estes fatores, e com o intuito de avaliar o desempenho de materiais restauradores estéticos, bem como em função dos poucos trabalhos encontrados na literatura sobre o efeito da degradação química pela ciclagem de pH em materiais restauradores liberadores de flúor, observa-se a importância de determinar o comportamento dos mesmos submetidos aos desafios ácidos e desgaste abrasivo. Assim, os objetivos da presente tese<sup>1</sup>, composta de 2 capítulos foram: 1) avaliar a influência da proteção de superfície na dureza, rugosidade e morfologia de um cimento de ionômero de vidro submetido a degradação química e mecânica; 2) avaliar os efeitos do desafio químico (ciclagem de pH) e mecânico (abrasão por escovação) na dureza e rugosidade de diferentes materiais restauradores estéticos diretos.

---

<sup>1</sup> Esta tese foi apresentada no formato alternativo de acordo com as normas estabelecidas pela deliberação 002/06 da Comissão Central de Pós Graduação da Universidade Estadual de Campinas

## Capítulo 1

### EFEITO DA PROTEÇÃO DE SUPERFÍCIE NA MICRODUREZA E RUGOSIDADE DE UM CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO SUBMETIDO À DEGRADAÇÃO QUÍMICA E MECÂNICA

#### ABSTRACT

*Purpose:* to evaluate the effect of petroleum jelly used as a surface protection on hardness and surface roughness of high viscosity glass ionomer cement, Ketac Molar Easy Mix, submitted to chemical and mechanical degradation. *Methods:* thirty-two Ketac Molar Easy Mix (KM) specimens were obtained using metallic matrix (6 mm X 2 mm) and divided into 4 groups (n= 8) according to: chemical (water and pH cycling) and surface protection (with or without surface protection with petroleum jelly). The specimens were kept in 37°C for 1 hour, taken out of matrix and protect according to the group designation. All specimens were submitted to the hardness and surface roughness. They were stored in 100% humidity and 37°C for 24h. Next, they were polished (1200 grit SiC paper) and microhardness and surface roughness (Ra) were assessed (Initial). According to treatment group, the specimens were water stored or submitted to pH cycling and microhardness and surface roughness were assessed. All specimens were submitted to 250 cycles/min with toothbrush and dentifrice slurry in a cycling machine (30,000 mechanical cycles, 200 gF load) and after that, microhardness and surface roughness were assessed. Data were submitted to repeated measures three-way ANOVA and Tukey-Kramer's tests ( $p < 0.05$ ). *Results:* pH-cycling provided the lowest microhardness values regardless surface protection or toothbrush abrasion. The highest microhardness values were obtained when KM was protected and submitted to water storage and toothbrush abrasion. The highest roughness values were obtained when KM, with no protection was submitted to water immersion and/or toothbrush abrasion compared with KM submitted to pH cycling. *Conclusion:* Microhardness and surface roughness were influenced by surface protection and storage media (Chemical degradation). There was an increasing in surface roughness when KM was unprotected and a decreasing in the surface hardness when it was protected. *Keywords:* Glass ionomer cement; surface roughness; Knoop hardness.

#### 1. Introdução

Os cimentos de ionômero de vidro (CIV) são derivados de solução aquosa de ácidos poliacrílicos e componentes de vidro, usualmente um fluoraluminiosilicato. Apresentam propriedades de adesão às estruturas dentárias biocompatibilidade, baixa citotoxicidade, efeito anticariogênico atribuído à capacidade de liberação e captação de

flúor (McClean, 1988; Xie *et al.*, 2000; Mount, 2002). Apesar disso, como materiais restauradores, os cimentos de ionômero de vidro convencionais (CIV-Cs) apresentam indicações limitadas como: dentes decíduos, áreas sujeitas à baixa tensão em dentes permanentes e, principalmente, como material restaurador temporário (Xie *et al.*, 2000; Wang *et al.*, 2007). Isto se deve às propriedades mecânicas inferiores e a sensibilidade à exposição prematura à água, durante ou após o início da reação de presa, que pode comprometer o equilíbrio hídrico, ocasionando sorção de água, dissolução e perda de íons cálcio e alumínio, fundamentais para a formação do cimento (Wilson, McClean; 1988) e sua completa maturação; além de ser também suscetível à desidratação, causando a formação de trincas que afetam adversamente as propriedades mecânicas, a translucidez e o desempenho clínico do material (Earl *et al.*, 1985; Mount, 2002; Nicholson & Czarnecka, 2007; Nicholson, 2010).

Os CIV-Cs tomam presa por meio de uma reação ácido-base entre os ácidos carboxílicos e as partículas de vidro de silicato de alumínio (Walls, 1986; McClean, 1988). As propriedades físico-químicas dos cimentos de ionômero de vidro são dependentes da formação da matriz de polissais relativamente insolúvel (Wilson & McClean, 1988) que ocorre durante as primeiras 24 horas (McClean & Wilson, 1977). Mesmo após este período, ocorrerá uma maturação adicional lenta e em poucos dias haverá aumento da translucidez, resistência à perda de água e ao ataque ácido, e em período de meses o cimento torna-se mais rígido e resistente (Wilson & McClean, 1988). A água tem um importante papel na reação de presa do cimento, inicialmente ela serve como um meio de reação que é imprescindível para a ionização do ácido poliacrílico, na qual os cátions formadores do cimento (cálcio e alumínio) são lixiviáveis e transportados para reagir com o poliácido formando a matriz de policarboxilato. Além disso, ela também irá compor a estrutura do cimento, hidratando lentamente a matriz formada de ligações cruzadas, dessa maneira, permite a formação de uma estrutura gel mais resistente e menos suscetível à umidade (Wilson & McLean, 1988; Mount, 2002).

Torna-se imprescindível a proteção de superfície do material, que atuará como uma barreira à perda de água (Earl *et al.*, 1985; Mount; 2002), principalmente durante as fases iniciais da reação e na fase de maturação (Wilson & McClean, 1988). Como agentes de proteção de superfície podem ser utilizados vernizes cavitários,

sistemas adesivos fotoativáveis, vaselina ou esmalte para unha (Brito *et al.*, 2010; Nicholson, 2010). Com o tempo esta proteção será perdida como consequência da atrição ou desgaste no ambiente bucal, porém, quando isto ocorrer, não implicará em significativo dano ao cimento, uma vez que a maturação final já terá ocorrido (Mount, 2002).

Com a introdução das Técnicas de Mínima Intervenção (MID) e a Restauração Atraumática (TRA), modificações foram introduzidas na formulação dos CIV-Cs para melhorar suas propriedades mecânicas iniciais, através da remoção do excesso de íons cálcio das partículas de vidro, diminuindo o tamanho das partículas e aumentando a proporção pó-líquido, resultando em um cimento de ionômero de vidro de alta viscosidade (Guggenberg *et al.*, 1998; Yap *et al.*, 2003). Para a técnica TRA o material de eleição preconizado na técnica de tratamento restaurador atraumático (TRA) para proteção de superfície é a vaselina sólida (Frencken *et al.*, 1994).

Todos os materiais restauradores inseridos na cavidade bucal estão sujeitos a desafios químicos relacionados às enzimas salivares, atividade bacteriana, ácidos provenientes de bebidas e alimentos (Øilo, 1992; Okada *et al.*, 2001; Fucio *et al.*, 2008). Em combinação com a degradação química, a degradação mecânica decorrente da higienização diária, ação abrasiva dos dentífricos e cerdas da escova pode intensificar os danos ocorridos na superfície do material previamente degradada, remover a matriz amolecida da superfície e expor ou deslocar as partículas do material restaurador (Heintze & Forjanic, 2005), modificando sua rugosidade e morfologia. O armazenamento do cimento de ionômero de vidro altamente viscoso (CIV-AV) em meio de ciclagem de pH (Featherstone *et al.*, 1986; Carvalho & Cury, 1999) permite simular um ambiente bucal de alto desafio cariogênico (desmineralização e remineralização). O objetivo deste estudo *in vitro* foi avaliar a influência da proteção de superfície na dureza, rugosidade de um cimento de ionômero de vidro submetido à degradação química e mecânica.

## 2. Materiais e métodos

### 2.1. Confeção dos espécimes

Foram confeccionados 32 espécimes de Ketac Molar Easy Mix (KM) (3M ESPE, Seefeld, Germany), utilizando matrizes metálicas (6 mm de diâmetro por 2 mm de espessura), de acordo com as instruções do fabricante. O material foi manipulado por um único operador, inserido na matriz em um único incremento, com seringa Centrix sobre uma placa de vidro, coberto com tira de poliéster e pressionado por uma lâmina de vidro. Os espécimes foram mantidos em estufa por uma hora a 37°C, apenas após este período foram removidos da matriz, identificados e aleatoriamente separados em 4 grupos (n=8) de acordo com a proteção da superfície e o meio de armazenagem. Os materiais pertencentes ao grupo com proteção receberam vaselina sólida, por ser o material preconizado na técnica de tratamento restaurador atraumático (TRA) (Frencken *et al.*, 1994). A seguir foram armazenados em ambiente com 100% de umidade relativa a 37°C, durante 24 horas. Todos os espécimes foram submetidos aos procedimentos de polimento úmido com lixa de carvão de silício com granulação 1200 previamente à avaliação inicial de rugosidade e dureza de superfície, 24 horas após o início da mistura.

### 2.2. Mensuração da rugosidade

A rugosidade foi medida utilizando-se o rugosímetro Surfscorder SE 1700 (Surface Roughness Measuring Instrument, Kosakalab, Tokyo, Japão), Foi considerado o parâmetro Ra em um trecho de 2 mm de extensão, com Cut-off de 0,25 mm. Foram efetuadas três leituras de rugosidade em cada espécime sempre na metade direita (identificada por entalhe na borda). Assim, a rugosidade de cada espécime foi equivalente à média das três leituras.

### 2.3. Mensuração da dureza

A dureza Knoop foi mensurada utilizando o durômetro (Shimadzu Micro Hardness Tester HMV-2000, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan) com carga de 50 gF por 10 s. Três endentações foram realizadas na superfície de cada amostra, sempre na metade esquerda, com 1 mm de distância entre as mesmas.

### 2.4. Degradação química - Armazenagem em soluções por imersão dos espécimes

Os espécimes foram aleatoriamente colocados em tubos falcon, identificados por seus respectivos grupos, suspensos por fios de aço inoxidável. Os espécimes do grupo água deionizada foram armazenados em 18 mL de água e a cada 24 horas as soluções foram trocadas, durante 15 dias. Os espécimes do grupo ciclagem de pH permaneceram 6 horas em 9 mL de solução desmineralizadora (De) (2,0 mmol L<sup>-1</sup> Ca e P, em meio tampão acetato 75 mmol L<sup>-1</sup>, pH 4,3), então colocados em um novo tubo falcon contendo 18 mL de solução remineralizadora (Re) (1,5 mmol L<sup>-1</sup> Ca, 0,9 mmol L<sup>-1</sup> P, 150 mmol L<sup>-1</sup> KCl in Tris buffer 20 mmol L<sup>-1</sup>, pH 7,0) por 18 horas (Featherstone et al, 1986 e modificado por Carvalho & Cury, 1999). Entre as soluções De e Re, os espécimes eram lavados com água deionizada. Ao final do período de 15 dias de armazenagem foi realizada a análise de rugosidade e dureza de superfície pós-degradação química, seguindo os mesmos parâmetros das leituras iniciais.

### 2.5. Degradação mecânica - Abrasão

Todos os espécimes foram submetidos a 30.000 ciclos de escovação, com carga de 200 gF a frequência de 250 ciclos/min na máquina de escovação, com escova de dente cerdas macias (Medfio Ind. e Com. De Artigos Odontológicos Ltda Pinhais Pr. O dentífrico Colgate (Colgate Palmolive Ind. e Com. Ltda, S.B. do Campo, São Paulo, Brazil) diluído em água destilada na proporção de 1:2 foi utilizado nesse estudo como terceiro corpo. Após a ciclagem mecânica as amostras foram lavadas em banho de ultrassom por 10 minutos e levemente secas e foram realizadas as mensurações da dureza e rugosidade de superfície, sendo que esta foi mensurada na direção oposta ao movimento de escovação.



## 2.6. Análise da morfologia de superfície

Para cada grupo experimental, espécimes adicionais (n=3) foram confeccionados e revestidos por camada de 20 nm de ouro em máquina SCD 050 machine (BAL-TEC S/A, Balzers, Liechtenstein). Após este procedimento, os espécimes foram analisados em microscópio eletrônico de varredura (MEV) com magnitude de 1.000x (Digital Scanning Microscope DSM-960, Zeiss, Munich, Germany).

## 2.7. Análise estatística

Os dados foram analisados utilizando-se o programa SAS versão 9.2 (SAS Institute Inc., Cary, NC, USA, 2008). Após a análise exploratória dos dados, foi aplicada a metodologia de modelos mistos pelo procedimento PROC MIXED, usando ANOVA a 3 critérios para medidas repetidas, depois da seleção da estrutura de covariância adequada. As médias dos tratamentos foram comparadas usando o comando LSmeans e teste de Tukey-Kramer, considerando o nível de significância de 5%.

## 3. Resultados

Os valores de dureza para todos os grupos testados estão descritos na tabela 1. Não houve interação significativa entre os três fatores em estudo para a dureza superficial (proteção – 2 níveis: com e sem; meio de armazenagem – 2 níveis: água e ciclagem de pH); tratamento: 3 níveis: sem tratamento/Baseline, degradação química- ciclagem de pH e mecânica -abrasão). Observou-se efeito significativo para o fator proteção (com/sem proteção;  $p=0,0076$ ), para o fator meio de armazenagem (água/ciclagem de pH;  $p<0,0001$ ) e para o fator tratamento (inicial, pós armazenagem e pós abrasão;  $p<0,0001$ ).

**Tabela 1. Valores das médias (desvio padrão) de Dureza Knoop (KHN) em função do meio de armazenagem, proteção superficial e tratamento.**

<b>Proteção x Meio</b>		<b>p=0,0004</b>	
	<b>Proteção</b>	<b>Sem Proteção</b>	
<b>Água</b>	*56,1 (8,42) A	46,9 (9,78) B	
<b>pH</b>	43.2 (13,91) A	44.8 (15,40) A	
<b>Proteção x Tratamento</b>		<b>p= 0,0047</b>	
	<b>Inicial</b>	<b>Pós Armazenagem</b>	<b>Pós Abrasão</b>
<b>Com proteção</b>	61.8 A	#45.7 B	41.8 B
<b>Sem proteção</b>	61.0 A	36.0 B	40.6 B
<b>Meio x Tratamento</b>		<b>p&lt;0.0001</b>	
	<b>Inicial</b>	<b>Pós Armazenagem</b>	<b>Pós Abrasão</b>
<b>Água</b>	60.1 (8,10) A	*47.0 (10,08) B	*47.4 (6,20) B
<b>pH</b>	62.6 (5,87) A	34.5 (6,96) B	34.9 (5,02) B

Médias seguidas de letras distintas na horizontal diferem entre si ( $\leq 0,05$ ). \*Difere do meio pH nas mesmas condições de proteção e ciclagem ( $p \leq 0,05$ ). # Difere do grupo sem proteção nas mesmas condições de ciclagem e meio ( $p \leq 0,05$ ).

Não houve diferença nos valores de dureza inicial do Ketac Molar Easy Mix (Ketac) com proteção ou sem proteção com vaselina. O Ketac protegido com vaselina apresentou significativamente maiores valores de dureza superficial quando imerso em água comparado à ciclagem de pH, tanto após o armazenamento quanto após à abrasão ( $p \leq 0,05$ ).

Os valores de rugosidade estão descritos na tabela 2. Houve interação significativa entre os três fatores em estudo para a rugosidade de superfície. Nota-se que não houve diferença significativa para o fator proteção ( $p=0,7528$ ), entretanto houve diferença para o fator meio de armazenagem ( $p=0,0414$ ) e para o fator tratamento ( $p<0,0001$ ).

O Ketac sem proteção superficial apresentou maiores valores de rugosidade superficial quando imerso em água comparado à ciclagem de pH, tanto após o armazenamento quanto após a abrasão ( $p \leq 0,05$ ).

**Tabela 2. Rugosidade média ( $\mu\text{m}$ ) (desvio padrão) em função do meio de armazenagem, proteção superficial e tratamento.**

Meio	Proteção superficial	Tratamento		
		Inicial	Pós Armazenagem	Pós Abrasão
Água	Ketak protegido	0,63 (0,21) Aa	0,64 (0,39) Aa	0,72 (0,41) Aa
	Ketak sem proteção	0,43 (0,14) Ba	*0,76 (0,28) ABa	*1,16 (0,46) Aa
pH	Ketak protegido	0,48 (0,09) Ba	0,50 (0,20) ABa	1,00 (0,27) Aa
	Ketak sem proteção	0,52 (0,21) Aa	0,46(0,17) Aa	0,74 (0,24) Aa

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical dentro de cada meio) diferem entre si ( $p \leq 0,05$ ). \*Difere do grupo ciclagem de pH ( $p \leq 0,05$ ).

As microscopias eletrônicas de varredura estão apresentadas na fig.1. Nas imagens iniciais tanto no material com proteção ou sem proteção verifica-se a presença de trincas na microestrutura, provavelmente causadas por desidratação durante o preparo para a análise em MEV. As imagens pós armazenagem em meio aquoso (E e F) revelam a exposição de partículas inorgânicas em ambos os grupos. O efeito da abrasão por escovação após a armazenagem em água do Ketac com proteção está evidenciado na imagem (I) com uma superfície com irregularidades menos profundas, exposição de muitas partículas e porosidades. A imagem do Ketac sem proteção (J) em meio aquoso revela uma superfície menos irregular, com maior número de partículas expostas.

As imagens de MEV após ciclagem de pH ilustram o aspecto de severa corrosão da matriz ionomérica, com grande número de porosidades em toda a superfície do material protegido (G) e também do material que não recebeu proteção (H), podendo ser observadas extrusão de partículas de carga. As imagens da abrasão por escovação demonstraram superfícies com algumas trincas e extrusão de partículas de carga para Ketac com proteção (K) e superfície com menores irregularidades, ausência de trincas, presença de porosidades e extrusão de partículas de carga para o Ketac sem proteção.

#### 4. Discussão

Os materiais restauradores quando submetidos ao ambiente bucal podem sofrer degradação química, além de desgastes causados pela ação dos alimentos, mastigação, escovação dentária (Øilo, 1992, Okada *et al.*, 2001). Conseqüentemente, ao longo do tempo podem ocorrer alterações em propriedades de superfície destes materiais, como aumento da rugosidade (Willershausen *et al.*, 1999; Turssi *et al.*, 2003), diminuição da dureza (Gömeç *et al.*, 2004; Silva *et al.*, 2007) e erosão da estrutura dentária (Eisenburger *et al.*, 2003), tornando-os mais susceptíveis ao desgaste, alteração de cor (Bollen *et al.*, 1997; Bagueri *et al.*, 2005) e retenção do biofilme bacteriano (Quirynen & Bollen, 1995).

A avaliação da dureza inicial 24 horas após o preparo dos espécimes, evidenciou que a falta de proteção não interferiu nos valores das médias observados, possivelmente em função do criterioso protocolo de preparo e armazenamento dos espécimes conforme descrito anteriormente. Devendo ser ressaltado que as primeiras 24 horas foi em ambiente de umidade relativa a 100%, só depois deste período é que os espécimes foram imersos nos seus respectivos meios.

A comparação entre os dois grupos estudados (Ketac com e sem proteção) armazenados em água evidenciou que o grupo sem proteção teve diminuição significativa na dureza logo após esta primeira etapa de degradação, corroborando com os resultados de Forsten (1998), Moor *et al.* (1998) e Yap *et al.* (2003) que verificaram que o amolecimento poderia estar relacionado à inibição da reação secundária de presa (endurecimento) na superfície do cimento (Fig.1E e F), uma vez que a reação ácido-base é lenta e contínua por um período de várias semanas a meses (Crisp *et al.*, 1980; Mitra & Kedrowski, 1994). Os resultados evidenciaram que o CIV-AV protegido com vaselina apresentou maior resistência a degradação hidrolítica que o material não protegido. O fator proteção com vaselina foi significativo para o período de maturação do CIV-AV dentro das condições estabelecidas para o preparado e armazenagem dos espécimes. Não houve variação nos valores de dureza pós abrasão em nenhum dos dois grupos armazenados em água, possivelmente em função das partículas vítreas de fluoralumínio silicato serem muito finas e serem dispostas em grânulos com tamanho do

pó menor de 14  $\mu\text{m}$ , proporcionando uma alta proporção pó/líquido que reduz a abrasão, uma vez que as partículas protegem a matriz do cimento (Behr *et al.*, 2006).

Os CIVs são propensos à erosão em pH 4 e neste estudo o pH da solução desmineralizante foi de 4,3, promovendo em ambos os grupos (com e sem proteção) diminuição de dureza, sem diferença entre si, evidenciando que o fator proteção com vaselina não interferiu nos valores de dureza em meio de ciclagem de pH. Quando submetidos a desafio ácido, os íons hidrogênio do meio podem difundir no interior do cimento e dissociar as ligações cruzadas das moléculas do ácido policarboxílico com os cátions metálicos da matriz e os substituir na matriz do material. De acordo com o gradiente de concentração, os cátions metálicos livres vão se difundir do interior da massa para as porções externas e serem lixiviados pela superfície (Fukazawa *et al.*, 1990), aumentando a degradação hidrolítica da interface matriz/partícula de vidro (Behrend & Geurtsen, 2001) e diminuindo a dureza (Nomoto *et al.*, 2003). Não houve variação nos valores de dureza pós abrasão em nenhum dos dois grupos armazenados em ciclagem de pH, provavelmente porque a degradação promovida pelo ácido tenha sido tão intensa e em profundidade que a escovação não removeu toda a camada amolecida.

No grupo 1 (com proteção) não apresentou diferença significativa de rugosidade nem após 15 dias de imersão em água (Fig.1E) ou mesmo após degradação pós escovação mecânica (Fig.1F). A degradação em meio de armazenagem aquosa não promoveu alterações na superfície do material suficiente para promover degradação da interface matriz/carga, com conseqüente deslocamento da partícula e aumento de rugosidade. A abrasão pode ter causado apenas um polimento, possivelmente por desgastar a matriz formada em torno e sobre as partículas de vidro sem o deslocamento das mesmas (Gladys *et al.* 1997, Wang *et al.* 2009).

O Ketac (sem proteção) apresentou aumento significativo de rugosidade apenas pós abrasão. Possivelmente o material sofreu um amolecimento durante o período de armazenagem na água relacionado à inibição da reação secundária de presa na superfície do cimento, favorecendo o desprendimento das partículas e aumento da rugosidade (De Moor & Verbeeck, 1998; Yap *et al.*, 2003).

A armazenagem em ciclagem de pH não alterou os valores de rugosidade independentemente do fator proteção, apesar das imagens em MEV (Fig.1) evidenciarem superfícies com aspecto de severa corrosão (Fig. 1G e Fig. 1H). Houve aumento significativo da rugosidade apenas pós abrasão por escovação para o grupo Ketac com proteção (Fig. 1K). Um fator que poderia estar associado seria que a matriz de polissais e sílica amolecida após a ciclagem de pH seria removida pela escovação, expondo as partículas e bolhas, aumentando a rugosidade de superfície. O grupo do Ketac sem proteção não apresentou diferença significativa na rugosidade em nenhuma etapa do ensaio. Uma justificativa seria a relevante capacidade anticariogênica do CIV ao interagir com o meio e elevando o pH, neutralizando soluções ácidas (Nicholson et al,1999), levando muitas vezes a uma mínima perda de material que pode ser relacionada ao processo erosivo, sem contudo ser estatisticamente significante, o qual poderia ser compreendido como ausência do fenômeno.

## 5. Conclusão .

- O CIV-AV protegido com vaselina apresentou maior resistência a degradação hidrolítica que o material não protegido.

## Referências

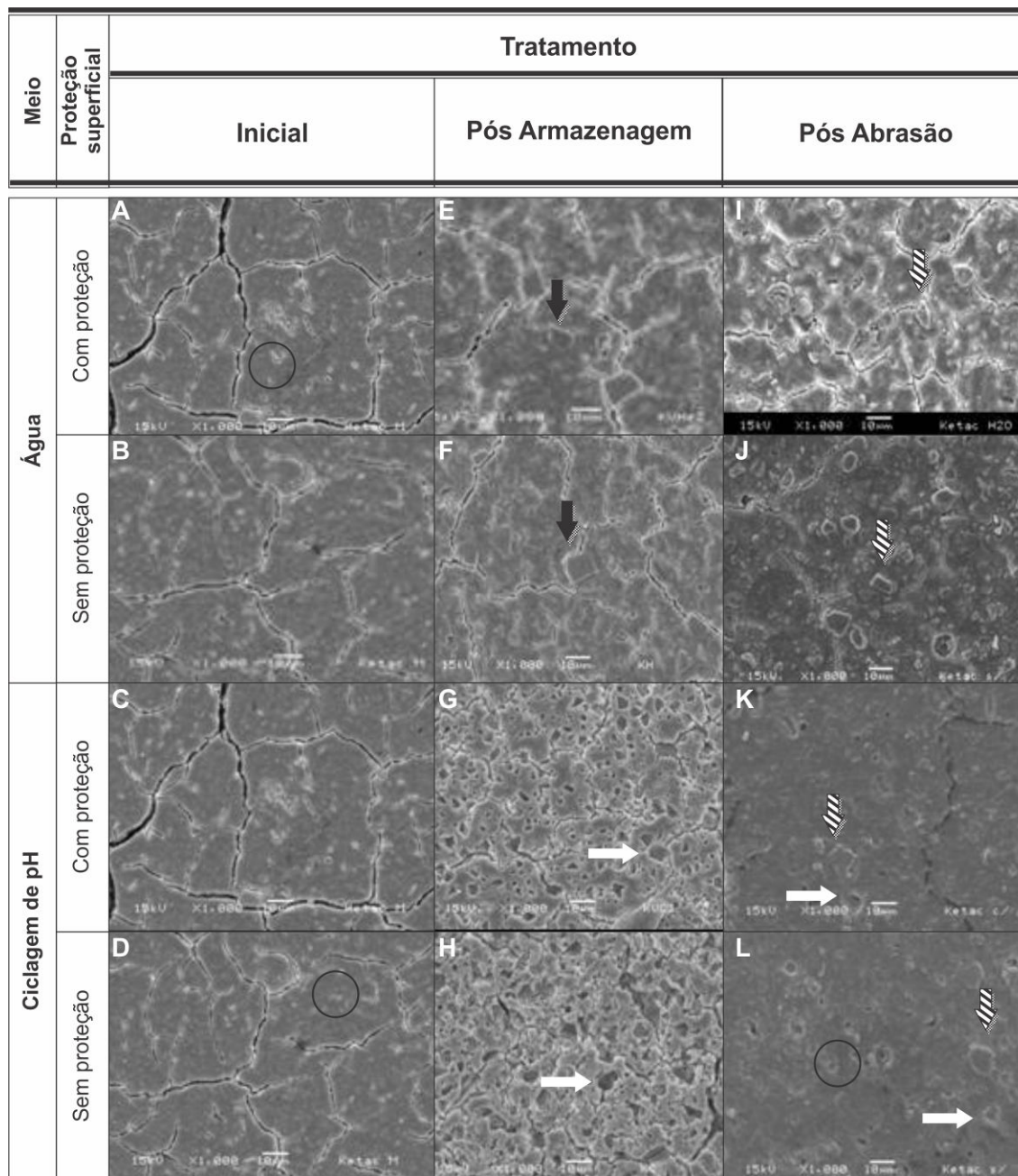
1. Bagheri R, Burrow MF, Tyas M. Influence of food-simulating solutions and surface finish on susceptibility to staining of aesthetic restorative materials. *J Dent.* 2005; 33 (5): 389-98.
2. Behr M, Rosentritt M, Loher H, Handel G. Effect of variations from the recommended powder/liquid ratio on some properties of resin-modified cements. *Acta Odontol Scand.* 2006; 64: 214-220.
3. Behrend B, Geurtsen W. Long-term effects of four extraction media on fluoride release from four polyacid-modified composite resins (compomers) and one resin-modified glass-ionomer cement. *J Biomed Mater Res.* 2001; 58: 631-7.
4. Bollen CM, Lambrechts P, Quirynen M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature. *Dent Mater.* 1997; 13(4): 258-69.

5. Brito CR, Velasco LG, Bonini GAVC, Imperato JCP, Raggio DP. Glass ionomer cement hardness after different materials for surface protection. *J Biomed Mater Res A*. 2010; 93: 243–246.
6. Carvalho AS, Cury JA. Fluoride release from some dental materials in different solutions. *Oper Dent*. 1999; 24(1): 14-9.
7. Crisp S, Lewis BJ, Wilson AD. Characterization of glass-ionomer cements: A study of erosion and water absorption in both neutral and acidic media. *J Dent*. 1980; 8(1): 68-74.
8. De Moor RJG, Verbeeck RMH. Changes in surface hardness of conventional restorative glass ionomer cements. *Biomaterials*. 1998; 19(24): 2269-75.
9. Earl MSA, Hume WR, Mount, GJ. Effect of varnishes and other surface treatments on water movement across the glass-ionomer cement surface. *Aust Dent J*. 1985; 30: 298–301.
10. Eisenburger M, Addy M, Rossbach A. Acidic solubility of luting cements. *J Dent*. 2003; 31(2): 137-42.
11. Featherstone JDB, O'Really MM, Shariati M, Brugler S. Enhancement of remineralization in vitro and in vivo. In: Leach, SA. Factors relating to demineralization and remineralization of the teeth Oxford: IRL Press; 1986. p. 23-34.
12. Forsten L. Fluoride release and uptake by glass-ionomers and related materials and its clinical effect. *Biomaterials*. 1998; 19(6): 503-8.
13. Frencken JE, Songpaisan Y, Phantumvanit P, Pilot T. An atraumatic restorative treatment (ART) technique: evaluation after one year. *Int Dent J*. 1994; 44(5): 460-4.
14. Fucio SBP, Carvalho FG, Correr Sobrinho L, Sinhorette MAC, Puppim-Rontani RM. The influence of 30-day-old *Streptococcus mutans* biofilm on the surface of esthetic restorative materials—An in vitro study. *J Dent*. 2008; 36:833–839.
15. Fukazawa M, Matsuya S, Yamane M. The Mechanism for Erosion of Glass-ionomer Cements in Organic-Acid Buffer Solutions. *J Dent Res*. 1990; 69: 1175.
16. Gladys S, Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative physico-mechanical characterization of new hybrid restorative materials with conventional glass-ionomer and resin composite restorative materials. *J Dent Res*. 1997; 76(4): 883-94.

17. Gömeç Y, Dorter C, Ersev H, Guray Efes B, Yildiz E. Effects of dietary acids on surface microhardness of various tooth-colored restoratives. *Dent Mater J*. 2004; 23: 429-435.
18. Guggenberg R, May R, Stefan KP. New trends in glass-ionomer chemistry. *Biomaterials*. 1998; 19: 479-483.
19. Heintze SD, Forjanic M. Surface roughness of different dental materials before and after simulated tooth-brushing *in vitro*. *Oper Dent*. 2005; 30: 617-626.
20. Mclean JW, Wilson AD. The clinical development of the glass-ionomer cements. 1. Formulations and properties. *Aust Dent J*. 1977; 22 (1): 31–36.
21. Mclean JW. Glass ionomer cements. *Brit Dent J*. 1988; 164 (9): 239- 300.
22. Mitra SB, Kedrowski BL. Long-term mechanical properties of glass ionomers. *Dent Mater*. 1994; 10:78–82.
23. Mount GJ. Color atlas of glass-ionomer cements.3 rd ed. London: Dunitz; 2002.
24. Nicholson JW, Czarnecka B, Limanowska-Shaw H. Effect of glass-ionomer and related dental cements on the pH of lactic acid storage solutions. *Biomater*. 1999; 20: 1555-8.
25. Nicholson JW, Czarnecka B. Kinetic studies of the effect of varnish on water loss by glass-ionomer cement. *Dent Mater*. 2007; 23(12):1549-52.
26. Nicholson JW. Glass ionomer dental cements: update. *Materials Technology: Advanced Performance Materials*. 2010; 25(1): 8-13.
27. Nomoto R, Uchida K, Momoi Y, McCabe JF. Erosion of water-based cements evaluated by volumetric and gravimetric methods. *Dent Mater*. 2003; 19(3): 240-4.
28. Øilo G. Biodegradation of dental composites/glass-ionomer cements. *Adv Dent Res*. 1992; 6: 50-4.
29. Okada K, Tosaki S, Hirota K, Hume WR. Surface hardness change of restorative filling materials stored in saliva. *Dent Mater*. 2001; 17: 34-39.
30. Quirynen M, Bollen CML. The influence of surface roughness and surface-free energy on supra- and subgingival plaque formation in man. *J Clin Periodontol*. 1995; 22: 1–14.
31. Silva KG, Pedrini D, Delbem AC, Cannon M. Effect of pH variations in a cycling model on the properties of restorative materials. *Oper Dent*. 2007; 32(4): 328-35.



32. Turssi CP, Hara AT, Magalhães CS, Serra MC, Rodrigues Jr AL. Influence of storage regime prior to abrasion on surface topography of restorative materials. *J Biomed Mater Res Appl Biomater B*. 2003; 65: 227-232.
  33. Walls AWG. Glass polyalkenoate (glass-ionomer) cements: a review. *J Dent*. 1986; 14:231-46.
  34. Wang L, Cefaly DF, Santos JL, Santos JR, Lauris, JR, Mondelli, RF, Atta MT. In vitro interactions between lactic acid solution and art glass-ionomer cements. *J Appl Oral Sci*. 2009; 17 (4): 274-279.
  35. Wang XY, Yap AU, Ngo HC, Chung SM. Environmental degradation of glass-ionomer cements: a depth-sensing microindentation study. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2007; 82(1): 1-6.
  36. Willershausen B, Callaway A, Ernst CP, Stender E. The influence of oral bacteria on the surfaces of resin-based dental restorative materials – an *in vitro* study. *Int Dent J*. 1999; 49: 231-239.
  37. Wilson AD, Mclean JW. Glass-ionomer cement. Chicago: Quintessence; 1988. p.43-55.
  38. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater*. 2000, 16:129-138.
- Yap AUJ, Pek, YS, Cheang, P. Physico-mechanical properties of a fast-set highly viscous GIC restorative. *J Oral Rehabil*. 2003; 30:



**Figura 1** – Microscopia Eletrônica de Varredura do material Ketac Molar Easy Mix (A, B, C, D, E, F, G, H, I, J, K, L.) com aumento de 1000X, sob os tratamentos empregados. A primeira coluna mostra imagens iniciais do material utilizado (A,B,C,D). Pode-se observar trincas aparentemente profundas na superfície do material (artefatos da técnica) e algumas porosidades (círculo preto). A segunda coluna apresenta as imagens das superfícies após armazenagem em meio aquoso, em ciclagem de pH, com e sem proteção da superfície. E e F - As imagens revelam a exposição das partículas inorgânicas (seta preta). G e H - Grande número de porosidades em toda a superfície do material, independente de ser protegido ou não, podem ser observadas, com extrusão de partículas de carga (seta branca). A terceira coluna mostra imagens da superfície do material após armazenagem em meio aquoso ou ciclagem de pH e abrasão por escovação, com e sem proteção superficial. I - a superfície apresenta irregularidades como trincas menos profundas (seta preta/branca), exposição de muitas partículas e porosidades. J - Observa-se superfície menos irregular, com maior número de partículas expostas (seta preta/branca). K- Observa-se algumas trincas e extrusão de partículas de carga (seta branca). L – superfície com menores irregularidades, ausência de trincas e extrusão de partículas de carga (seta branca), presença de porosidades.

## Capítulo 2

### EFEITO DA CICLAGEM DE PH E ABRASÃO POR ESCOVAÇÃO NA SUPERFÍCIE DE MATERIAIS RESTAURADORES ESTÉTICOS DIRETOS.

#### ABSTRACT

***Purpose:*** the effect of chemical challenges (pH-cycling) and mechanical degradation (toothbrush abrasion) in hardness and roughness surface of different restorative materials. ***Methods:*** Sixteen specimens obtained from each material (Ketac Molar Easy Mix, Vitremer, Ketac N100 and Filtek Z350) divided into 8 groups (n= 8) according to the material and the storage medium: pH cycling and deionized water. All specimens were submitted to the measurement of hardness and roughness values (Ra) in three different times: initial, after storage for 15 days and after toothbrush abrasion. The data were submitted to repeated measures three-way ANOVA and Tukey-Kramer's tests ( $p < 0.05$ ). ***Results:*** All materials presented decrease of the original values of hardness after pH cycling. The Filtek Z350 after abrasion presented the highest surface hardness values and the others did not present any statistically significant difference. The Ketac N100 was the only material that showed no change in hardness when submitted to pH cycling and abrasion, the others, Ketac Molar Easy Mix, Vitremer and Filtek Z350 showed a decrease on hardness values. The Ketac molar Easy Mix did not change the values of roughness after chemical and mechanical degradation, while Ketac N100, Filtek Z350 and Filtek Vitremer increased surface roughness values. The nanofilled composite Filtek Z350 was the material that showed the best resistance to chemical and mechanical degradation.

Keywords: Composite resin; glass ionomer cement; surface roughness; Knoop hardness.

#### 1. Introdução

A cavidade bucal é um ambiente complexo, onde ocorrem processos de desintegração e dissolução de materiais restauradores e da estrutura dental pela saliva, desgaste e erosão causados por fatores extrínsecos como alimentos, bebidas ácidas,

mastigação e atividade bacteriana (Øilo, 1992; Okada *et al.*, 2001; Fucio *et al.*, 2008). Os materiais restauradores estéticos têm uma grande importância na clínica odontológica, e o avanço científico têm impulsionado um aumento substancial do seu emprego (Wang *et al.*, 2007; Fucio *et al.*, 2008; Suzuki *et al.*, 2009).

O desgaste corrosivo ocorre por reação com o meio circundante e resulta da ação química em conjunto com as forças mecânicas, levando à remoção da camada amolecida da superfície. Dessa forma, expõe ou desloca as partículas de carga do material restaurador, modificando a rugosidade e morfologia da superfície (Sarkar, 2000; Heintze & Forjanic, 2005). Conseqüentemente, ao longo do tempo, podem ser observadas alterações da superfície, como diminuição da dureza (Yap *et al.*, 2001; Silva *et al.*, 2007), aumento da rugosidade (Turssi *et al.*, 2002; Fucio *et al.*, 2008), tornando-as mais suscetíveis ao desgaste, a perda de componentes, além de favorecerem a retenção do biofilme bacteriano (Bollen *et al.*, 1997).

A degradação dos cimentos de ionômero de vidro é um processo complexo de absorção, desintegração e lixiviação de íons (Øilo, 1992). A resistência à degradação depende da estabilidade hidrolítica, a qual está relacionada com os elementos iônicos que irão compor a matriz: redes de polissais no caso dos cimentos de ionômero de vidro convencionais (CIV-Cs), ou com adição de redes poliméricas para os cimentos de ionômero de vidro modificados por resina (CIV-MR) (Cattani-Lorente *et al.*, 1999). Além disso, devem ser considerados os tipos de ligações presentes entre os componentes, proporção pó/liquido e o estágio da reação de presa (Kanchanasita *et al.*, 1998; Xie *et al.*, 2000).

No caso dos materiais restauradores poliméricos, a degradação do material inicia-se com a absorção de água, que se difunde através da matriz resinosa e degrada a união entre as partículas de carga e o silano, induzindo defeitos microestruturais. Conseqüentemente, vários componentes são lixiviados: monômero residual, oligômeros e outros produtos de degradação, podendo causar erosão e perda de massa pelo polímero (Sarkar, 2000).

A resistência à degradação é influenciada pelas características dos monômeros que formarão a matriz, grau de conversão da matriz resinosa e estabilidade do agente de ligação silano (Kanchanasita *et al.*, 1997; Percq *et al.*, 2008). Além

disso, as características hidrófilas/ hidrófobas dos monômeros podem contribuir para maior ou menor degradação hidrolítica do polímero (Dulik *et al.*, 1981; Anseth *et al.*, 1996; Rueggeberg, 2002).

Além da influência da matriz, a resistência abrasiva está relacionada a quantidade, formato, tamanho, volume ocupado pelas partículas inorgânicas e à interação matriz/partículas, fator também afetado pela manipulação e inserção do material (Gladys *et al.*, 1997; Turssi *et al.*, 2002). Dessa forma, as características específicas de cada material restaurador, a interação com as forças mecânicas e ação química do meio bucal resultam em diferentes qualidades de superfície (Fucio *et al.*, 2008).

Apesar das características positivas, relativas a prevenção da cárie secundária, diversos fatores restringem o uso clínico dos CIV-Cs, especialmente o alto potencial de solubilidade e erosão, propriedades mecânicas inferiores, como tenacidade, resistência à tração diametral, resistência à abrasão especialmente em áreas de esforços mastigatórios, susceptibilidade à sinérese e à embebição, e acúmulo de bolhas de ar, tornando o material relativamente poroso (Xie *et al.*, 2000). Na tentativa de diminuir estas deficiências, foram efetuadas modificações na formulação dos CIV, incorporação de monômeros resinosos e partículas nanométricas, ampliando as indicações clínicas (Guggenberg *et al.*, 1998; Nicholson, 2010).

Inúmeras alterações foram feitas nos compósitos, especialmente para obter melhor estabilidade de cor, adequada resistência ao desgaste e lisura da superfície clinicamente aceitável. A partir de 2003, foram introduzidas as resinas nanoparticuladas, com 100% de partículas inorgânicas nanométricas da ordem de 20 a 75 nm (Mitra *et al.*, 2003). Outro aspecto na inovação das resinas com nanopartículas, foi o desenvolvimento dos nanoaglomerados, ou seja, massas de partículas homogêneas que impediriam o desprendimento das mesmas e a formação de poros na superfície do material, além de aumento no conteúdo de carga incorporada e maior resistência ao desgaste (Beun *et al.*, 2007; Bolzan *et al.*, 2011).

A simulação do ambiente bucal tem sido realizada pelo uso de ciclagem de pH, permitindo analisar o desempenho de materiais sob desafio ácido em condições similares aos ocorridos *in vivo*, simulando um ambiente com alto desafio cariogênico.

Da mesma forma, considerando-se que o método químico/mecânico de higiene bucal é o mais difundido entre os indivíduos, a simulação da escovação associada aos dentífricos tem sido amplamente utilizada como um método de abrasão por três corpos, determinando padrões diversos de abrasão em decorrência da dureza, tamanho, forma e espaçamento entre as partículas de carga dos materiais restauradores (Heath & Wilson, 1976; Sarkar, 2000; Suzuki *et al.*, 2009).

Considerando estes fatores, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do desafio químico (ciclagem de pH) e mecânico (abrasão por escovação) na dureza e rugosidade de diferentes materiais restauradores estéticos diretos.

## **2. Materiais e métodos**

### **2.1. Confeção dos espécimes**

Os fabricantes, composição e forma de apresentação dos materiais empregados neste estudo estão descritos no Quadro 1. Os espécimes foram confeccionados em matriz metálica de 6 mm de diâmetro e 2 mm espessura, colocada sobre uma lâmina de vidro, seguindo as especificações do fabricante para manipulação e inserção, cobertos com uma tira de poliéster e por outra lâmina de vidro e fotoativados, de acordo com o material, sendo esses procedimentos realizados em ambiente com temperatura de 23°C e 50% de umidade relativa. Os materiais ionoméricos foram inseridos nas matrizes em incremento único com seringa Centrix (Centrix Inc., Shelton, CT, EUA) e pontas Accudose posterior (Centrix Inc., Shelton, CT, EUZ); o molde foi preenchido com leve excesso para melhor escoamento do cimento e evitar bolhas. Os espécimes do Ketac Molar Easy Mix foram mantidos sob pressão de 200 gF por 10 min. Matriz e espécime foram levados a estufa por uma hora a 37°C, quando então foram removidos da matriz, identificados e protegidos com vaselina, e armazenados em 100% de umidade relativa a 37°C, durante 24 horas.

**Quadro 2:** Grupos avaliados, de acordo com o meio de armazenagem

GRUPOS	MATERIAIS	ARMAZENAGEM
GI	Ketac EM	Água Deionizada
GII	Ketac EM	Ciclagem de pH
GIII	Vitremer	Água Deionizada
GIV	Vitremer	Ciclagem de pH
GV	Ketac N100	Água Deionizada
GVI	Ketac N100	Ciclagem de pH
GVII	Filtek Z350	Água Deionizada
GVIII	Filtek Z350	Ciclagem de pH

Os materiais foram fotoativados com a unidade fotoativadora Elipar Tri-light (ESPE- America Co. Seefeld 82229 – Germany) com densidade de potência de 800 mW/cm<sup>2</sup>. Após a confecção, os espécimes foram removidos da matriz e os espécimes de Vitremer foram protegidos com Finishing Gloss, indicado pelo fabricante para evitar a sorção de água durante as primeiras 24 horas. Em seguida foram também armazenadas por 24 horas a 37°C em 100% de umidade relativa. Após 24 horas, os espécimes foram polidos com lixa de papel com granulação 1200 e separados em 8 grupos (n=8), de acordo com o material e meio de armazenagem (Quadro 2). Os espécimes foram submetidos à avaliação inicial de rugosidade (Ri) e dureza superficial (Di).

## 2. 2. Mensuração da rugosidade e dureza

Todos os espécimes foram analisados utilizando um rugosímetro Surfcoorder SE 1700 (Surface Roughness Measuring Instrument, Kosakalab, Tokyo, Japão). Em cada operação de leitura considerada, a rugosidade média (Ra), representada pela média aritmética entre os picos e vales registrados, foi avaliada após a agulha do rugosímetro ter percorrido um trecho de 2 mm de extensão, com cut-off ( $\lambda_c$ ) de 0,25 mm, para maximizar a filtragem da ondulação superficial, comprimento de leitura (Ln) 1.250 mm, velocidade 0,1 mm/s e sensibilidade do aparelho 500 V. Cada espécime foi

submetido a três leituras, realizadas em direções diferentes às do polimento, sendo considerada como rugosidade do espécime a média aritmética das três medidas. As medidas de rugosidade foram realizadas sempre na metade direita da superfície, identificada por entalhe no espécime.

Na outra metade da superfície do espécime foi mensurada a dureza Knoop, com microdurômetro (Shimadzu Micro Hardness Tester HMV-2000, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan), totalizando 3 endentações para cada espécime, sempre na metade esquerda, a 1 mm de distância entre as mesmas, com carga de 50 gF por 10 s. A média dos cinco valores obtidos determinou o valor de dureza Knoop de cada espécime.

### 2.3. Degradação Química

Os espécimes foram imersos nas respectivas soluções em tubos Falcon (50 mL), suspensos por fios de aço inoxidável. As soluções eram trocadas a cada ciclo de armazenagem de 24 horas. Os espécimes pertencentes aos Grupos I, III, V e VII foram armazenados em 18 mL de água deionizada durante 15 dias, sendo trocada a solução a cada 24 horas. Os demais grupos foram submetidos à ciclagem de pH e permaneceram 6 horas em 9 mL de solução desmineralizante (Des) (2,0 mmol L<sup>-1</sup> Ca e P, em meio tampão acetato 75 mmol L<sup>-1</sup> pH 4,3) e 18 horas em 18 mL de solução remineralizante (Re) (Ca 1,5 mmol L<sup>-1</sup>, P 0,9 mmol L<sup>-1</sup>, KCl 150 mmol L<sup>-1</sup> em tampão Tris 20 mmol L<sup>-1</sup>, pH 7,0) (Featherstone *et al*, 1986 e modificado por Carvalho & Cury 1999).

Os tubos foram agitados em mesa vibratória (TE-420 Orbital–Tecnal, Piracicaba, SP, Brazil), em temperatura ambiente. A cada troca de solução os espécimes eram lavados com água deionizada e secos com papel absorvente antes de serem posteriormente imersos em nova solução. Ao final do período de 15 dias foram feitas as análises da rugosidade e dureza pós degradação química em todos os espécimes, seguindo os mesmos parâmetros das leituras iniciais.



#### **2.4. Abrasão por três corpos**

Após os procedimentos de análise pós-armazenagem, os espécimes foram submetidos a 30.000 ciclos de escovação, com carga de 200 gF e frequência de 250 ciclos/min com aparelho para escovação simulada. O dentífrício Colgate (Colgate Palmolive Ind. E Com Ltda, S.B. do Campo, São Paulo, Brazil) foi utilizado diluído em água destilada na proporção 1:2. Os espécimes foram lavados em banho de ultrassom por 10 minutos e levemente secos. Após a abrasão, foram realizadas novas mensurações de dureza final e rugosidade de superfície utilizando os parâmetros mencionados.

#### **2.5. Análise da Morfologia Superficial**

Após procedimento de secagem, espécimes representativos de cada grupo foram revestidos com uma camada de 20 nm de ouro na máquina SCD 050 Machine (BAL-TEC S/A, Balzers, Liechtenstein) e analisados em microscópio eletrônico de varredura com aumento de 1.000x (Digital Scanning Microscope DSM-960, Zeiss, Munich, Germany). As superfícies foram avaliadas qualitativamente e os detalhes foram registrados como observações.

#### **2.6. Análise estatística**

Os dados foram analisados utilizando-se o SAS versão 9.1 (SAS Institute Inc., Cary, NC, USA, 2008). Após a análise exploratória dos dados, os valores de rugosidade foram transformados em logaritmo e a dureza em raiz quadrada para normalizar a distribuição dos resíduos. Após a seleção da estrutura de covariância adequada, foi aplicado o procedimento PROC MIXED para medidas repetidas. As médias dos tratamentos foram comparadas usando o comando LSmeans e teste de Tukey-Kramer considerando o nível de significância de 5%.

### **3. Resultados**

Em relação aos dados de dureza a análise de variância mostrou que houve diferença significativa entre os materiais ( $p < 0,0001$ ), os meios de armazenagem (água/ciclagem de pH;  $p < 0,0001$ ) e os tratamentos (início/após armazenagem/após

abrasão;  $p < 0,0001$ ). Houve interação entre os 3 fatores em estudo ( $p = 0,0019$ ). Os valores médios de dureza inicial, após a armazenagem em água ou ciclagem de pH e após escovação mecânica estão expressos na tabela 1.

**Tabela 1. Valores das médias de Dureza Knoop (KHN) (desvio padrão) em função do meio de armazenagem, proteção superficial e tratamento.**

Armazenagem	Material	Tratamento		
		Inicial	Pós Armazenagem	Pós Abrasão
Água	Ketac EM	63,35(7,86) Ab	*55,40(5,69)ABa	*49,62(5,51) Ba
Água	N100	31,95(6,52) ABc	25,36(3,62) Bb	37,26(2,29) Ab
Água	Vitremer	51,09(7,29) Ab	32,48(3,67) Bb	35,74(2,28) Bb
Água	Z350	83,20(9,54) Aa	44,21(6,16) Ba	47,40 (4,72) Ba
Ciclagem pH	Ketac EM	60,19(4,32) Ab	35,81(8,91) Bb	33,67(6,46) Bb
Ciclagem pH	N100	32,01(3,21) Ac	22,29(2,36) Bc	32,77(1,67) Ab
Ciclagem pH	Vitremer	48,57(7,14) Ab	23,47(2,63) Cc	36,82(2,45) Bb
Ciclagem pH	Z350	84,94(8,76) Aa	50,03(8,36) Ba	48,78(5,06) Ba

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical dentro de cada meio) diferem entre si ( $p \leq 0,05$ ). \* Difere do grupo ciclagem ( $p \leq 0,05$ ).

Ao comparar os valores de dureza inicial entre os materiais, o Filtek Z350 apresentou os maiores valores de dureza inicial, seguido de Vitremer e Ketac EM, que não diferiram entre si e o Ketac N100 que apresentou os menores valores de dureza inicial.

Os valores de dureza do Ketac EM em água foram superiores aos encontrados em ciclagem de pH. O Ketac EM foi o único material que apresentou diferença significativa dos valores de dureza ao se comparar os meios água e ciclagem de pH.

Para rugosidade superficial, a análise de variância mostrou que houve diferença significativa entre os materiais ( $p < 0,0001$ ) e entre os tratamentos ( $p < 0,0001$ ). Não houve diferença significativa entre os meios ( $p = 0,8302$ ). A comparação dos valores

médios de rugosidade inicial, após a armazenagem em água ou ciclagem de pH e a escovação mecânica estão expressos na tabela 2.

**Tabela 2. Rugosidade média ( $\mu\text{m}$ ) (desvio padrão) em função do meio de armazenagem, proteção superficial e tratamento.**

Armazenagem	Material	Tratamento		
		Inicial	Pós Armazenagem	Pós Abrasão
Água	Ketac EM	0,63 (0,21) Aa	0,64 (0,41) Aab	0,72 (0,39) Ab
Água	N100	0,50 (0,30) Ba	0,80 (0,37) ABab	1,47 (0,56) Aa
Água	Vitremer	0,75 (0,31) Aa	0,81 (0,56) Aa	1,11 (0,44) Aab
Água	Z350	0,14 (0,04) Ab	0,27 (0,07) Ab	0,27 (0,11) Ac
<b>Ciclagem pH</b>	Ketac EM	0,48 (0,09) Aa	0,50 (0,27) Aa	1,00 (0,20) Ab
<b>Ciclagem pH</b>	N100	0,52 (0,29) Ba	0,43 (0,20) Ba	1,61 (0,66) Aab
<b>Ciclagem pH</b>	Vitremer	0,47 (0,20) Ba	0,46 (0,23) Ba	2,87 (0,60) Aa
<b>Ciclagem pH</b>	Z350	0,15 (0,05) Bb	0,40 (0,27) Aa	0,34 (0,12) ABc

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical dentro de cada meio) diferem entre si ( $p \leq 0,05$ ). Não houve diferença significativa entre os meios ( $p > 0,05$ ).

Entre os materiais, o menor valor de rugosidade inicial foi mostrado pelo Filtek Z350, todos os demais materiais estudados apresentaram rugosidade inicial equivalente. Após armazenagem em água nenhum material estudado apresentou diferença nos valores de rugosidade. A abrasão por escovação associada a armazenagem em água promoveu aumento de rugosidade para o Ketac N100. A comparação entre os materiais após a abrasão indicou os maiores valores rugosidade para o Ketac N100 e Vitremer, não houve diferença significativa entre Vitremer e o Ketac EM, e os menores valores foram observados para o Filtek Z350.

Após a ciclagem de pH apenas o Z350 apresentou diferença de valores de rugosidade, os demais grupos apresentaram valores similares, sem diferença estatística significativa. Após abrasão por escovação os maiores valores de rugosidade foram apresentados pelo Vitremer e Ketac N100, não houve diferença significativa entre o Ketac N100 e Ketac EM. Os menores valores de rugosidade foram apresentados pelo Filtek Z350.

## 4. Discussão

### 4.1 Dureza

Entre os materiais estudados o compósito Filtek Z350 foi o que apresentou os maiores valores de dureza inicial, podendo ser atribuído ao alto conteúdo de carga inorgânica (58-60% em volume), composto pela combinação de cargas de nanopartículas de sílica não aglomeradas com tamanho de 20 nm, com partículas aglomeradas de sílica-zircônia/sílica. As combinações dessas cargas formam aglomerados com tamanhos que variam entre 0,6 e 1,4 µm, reduzindo o espaço interparticular, o que permite melhora nas propriedades mecânicas (3M ESPE) (Figura 2L).

Os diferentes valores de dureza inicial encontrados entre os materiais estão principalmente relacionados com a composição e microestrutura (Xie *et al.*, 2000). O Ketac EM apresenta partículas de vidro com menor tamanho, maior número e alta proporção pó-líquido, resultando em alta dureza superficial para os CIV-AV (Xie *et al.*, 2000), sem diferença do Vitremer. A dureza superior inicial do Vitremer em relação ao Ketac N100 pode estar relacionada a presença adicional de radicais livres para polimerização por reação de oxi-redução para completar a presa, sendo considerado um cimento de tripla ativação (Anusavice, 2005). Adicionalmente, pode ser observado que a característica de dureza inicial não foi afetada pela presença de nanopartículas para o CIV-MR Ketac N100, pois este apresentou os menores valores de dureza superficial.

#### 4.1. 1 Meio aquoso

A comparação de microdureza de superfície após o armazenamento em água evidencia maiores valores para o compósito Filtek Z350 e Ketac EM, seguidos pelo Vitremer e Ketac N100. Resultados similares foram obtidos por Xie *et al.*, (2000) que também encontraram microdureza significativamente superior para o Ketac EM em relação ao Vitremer.

O comportamento do compósito Filtek Z350 em meio aquoso pode ser descrito por uma redução da microdureza inicial, tornando os valores de dureza equivalentes aos encontrados pelo Ketac EM. A redução da dureza pode ser decorrente

do processo de absorção de água, que se difunde através da matriz resinosa e degrada a união entre as partículas de carga com o silano, induzindo defeitos microestruturais, lixiviação de monômeros residuais, oligômeros e outros produtos de degradação, podendo causar erosão e perda de massa pelo polímero (Sarkar, 2000) (Figura 2B).

O Ketac EM não apresentou diferença significativa dos valores de dureza após 15 dias em meio aquoso, este resultado é similar aos encontrados por Xie *et al.* (2000), Okada *et al.* (2001), Wang *et al.* (2007). A redução do conteúdo de cálcio na composição dos CIVs-AV limita a produção de cadeias de polialcenoato de cálcio que são mais solúveis em meio aquoso do que o sal de alumínio equivalente. Dessa forma, permite a maturação mais rápida da reação de presa, menor solubilidade que o CIV-C (Mount, 2002) e aumento de dureza (Yap *et al.*, 2003).

Em meio aquoso, o Vitremer apresentou diminuição de dureza, pois a presença de matriz resinosa hidrófila 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) contida no cimento interfere na absorção de água (Kanchanasavita *et al.*, 1998). O polímero HEMA pode retardar a mobilidade do  $H^+$ , inibindo posteriormente a reação ácido-base, e dessa forma impedindo a completa formação da matriz de policarboxilato (Bourke *et al.*, 1992; De Moor & Verbeeck, 1998). Nos CIVs-MR a interpenetração de redes entre a matriz de policarboxilato e as cadeias poliméricas parece ter menor resistência mecânica devido às propriedades elásticas do poliHema, reduzindo a rigidez da rede de polialcenoato (De Gee, 1999, Yap *et al.*, 2001b; Ellakuria *et al.*, 2003). Este tipo de matriz pode justificar a diminuição da dureza quando o espécime é imerso em água e ocorre a sua absorção, que facilitada pela natureza hidrófila do HEMA, promove hidrólise e plasticização na matriz de polialcenoato-poliHEMA e assim, diminuição de suas propriedades mecânicas (Yap *et al.*, 2001b; Ellakuria *et al.*, 2003).

O Ketac N100 não apresentou diferença nos valores da dureza inicial após 15 dias em meio aquoso, com a incorporação de nanopartículas e nanoaglomerados, aumento no conteúdo de carga, conseqüente diminuição no volume de matriz orgânica. Em adição, este material contém além do HEMA, Bis-GMA e TEGDMA como monômeros resinosos, apresentando menor hidrofília que os outros CIV-MR (Momoi *et al.*, 1997).

Ao comparar todos os materiais após abrasão por escovação associada à armazenagem em meio aquoso, o compósito Z350 e o Ketac EM apresentaram os maiores valores de dureza. Este fato pode ser atribuído ao alto conteúdo de partículas inorgânicas e pequeno tamanho das mesmas, o que reduz o espaço intersticial, protegendo a matriz, reduzindo a incidência de partículas esfoliadas e aumentando a resistência do material a abrasão (Turssi *et al.*, 2005) (Figura 2C e 2L). O Ketac EM apresentou valores equivalentes de dureza ao Filtek Z350 após abrasão por escovação por apresentar uma densa textura de superfície com firme condensação de partículas de vidro, diferentes tamanhos e formas de partículas de vidro dispersas na matriz (Guggenberg *et al.*, 1998; Yap *et al.*, 2003).

#### 4.1. 2 Ciclagem de pH

A degradação dos cimentos de ionômero de vidro (CIV-C e CIV-MR) é um processo complexo de absorção, desintegração e liberação de íons/ monômeros (Öilo, 1992). Os CIV-Cs são materiais que podem demonstrar comportamentos diferentes em soluções iônicas e ácidas (Nicholson *et al.*, 2001). Eles têm a habilidade de alterar o pH das soluções de imersão, por meio do mecanismo de neutralização e liberação dos íons formadores da matriz, como o cálcio, sódio, estrôncio, alumínio e flúor (Czarnecka *et al.*, 2002; Nicholson, 2010). Esta liberação depende da composição química, partículas de vidro, composição do meio circundante e pH (Fukazawa *et al.*, 1990, Eisenburger *et al.*, 2003). O grau de degradação dos diferentes CIVs-MR sujeitos a condições similares de armazenagem depende grandemente da composição química, particularmente do grupo funcional hidrófilo presente no material e das reações de polimerização (Percq *et al.*, 2008; Fano *et al.*, 2004)

O Vitremer foi o material que apresentou maior diminuição nas médias de dureza em relação aos valores iniciais. Segundo Smith (1988), a matriz de polissais dos CIVs-MR é facilmente degradável em condições ácidas. O Vitremer apresenta na sua composição o monômero resinoso altamente hidrófilo (HEMA), já o Ketac N100 apresenta outros monômeros resinosos em adição ao HEMA, como o bisfenol glicidil metacrilato (Bis-GMA), e o trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA). A diminuição da dureza inicial do Vitremer quando submetido à ciclagem de pH está em concordância com os resultados obtidos por Silva *et al.* (2007). O Ketac N100 também apresentou diminuição nos valores de dureza, apesar das modificações na microestrutura com a

introdução de nanopartículas e nanoaglomerados e na composição com a presença adicional de Bis-GMA e TEGDMA (3M ESPE), evidenciando que elas não foram suficientes para impedir a redução da dureza neste CIV-MR.

O meio ácido de armazenagem conduz a maiores quantidades de íons liberados e também à mudança relativa na natureza e concentração de íons liberados (Czarnecka & Nicholson, 2006). Em relação à habilidade do material em resistir à dissolução foi ressaltado que ela também varia de acordo com a composição do meio, e não se relacionando simplesmente ao pH do mesmo (Geurtsen *et al.*, 1999; McKenzie *et al.*, 2003), pois, também é fortemente influenciado pela titulação, pelas propriedades de quelação do ácido e pela frequência e duração deste contato.

Após abrasão associada à ciclagem de pH, o compósito Filtek Z350 foi o material que apresentou o maior valor de dureza. A resistência à degradação deste nano compósito pode estar relacionada à composição química, alto conteúdo de partículas inorgânicas, combinação de nanopartículas com nanoaglomerados e a redução do espaço intersticial, protegendo a matriz, reduzindo a incidência de partículas esfoliadas (Turssi *et al.*, 2005), e mesmo quando as partículas são esfoliadas, o espaço remanescente é menor, e as alterações estruturais são muito pequenas (Mitra *et al.*, 2003).

## 4.2 Rugosidade

A análise da rugosidade inicial evidenciou que o compósito Filtek Z350 apresentou a menor rugosidade inicial, o que estaria justificado pelas características estruturais das nanopartículas esféricas e nanoaglomerados que favorecem a acomodação na superfície do material (Mitra *et al.*, 2003). Todos os cimentos de ionômero de vidro estudados apresentaram equivalentes valores de rugosidade inicial. Os resultados tornaram evidente que a incorporação de nanopartículas ao CIV-MR não conduziu a menor rugosidade inicial de superfície do Ketac N100.

### 4.2.1 Meio aquoso

O Ketac N100 foi o único material que apresentou aumento de rugosidade após a escovação mecânica. Segundo alguns estudos, em presença da água o BisGMA/HEMA sofre separação de fases, a amina terciária hidrófila e a canforoquinona hidrófoba tendem a existir na fase hidrófila do HEMA e hidrófoba do BisGMA,

respectivamente (Wang *et al.*, 2006; Guo *et al.*, 2008). Com a diminuição das chances de contato, poucos radicais serão gerados e menor grau de conversão será encontrado na matriz do Ketac N100, podendo afetar a rugosidade da superfície.

#### 4.2.2 Ciclagem de pH

O Ketac EM, não apresentou diferença nos valores de rugosidade em nenhuma etapa do experimento. Dessa forma, a redução do conteúdo de cálcio na composição permite a maturação mais rápida da reação de presa, enquanto as modificações introduzidas na formulação dos CIV-AV promovem um ligeiro aumento na resistência à abrasão (Yip *et al.* 2001).

O compósito Filtek Z350 foi o único material que teve aumento de rugosidade após a ciclagem de pH, porém não apresentou diferença de rugosidade quando analisado após a abrasão por escovação em associação a ciclagem de pH, fato este que pode estar relacionado com a silanização das partículas de carga, formando os chamados nanoaglomerados ou massas de partículas homogêneas que impedem o desprendimento das mesmas, o que poderia aumentar a rugosidade (Mitra *et al.*, 2003). O compósito nanoparticulado Z350 foi o material que apresentou a menor média de rugosidade final, representando alta resistência à abrasão por escovação associada ao desafio químico, em concordância com os resultados de Bolzan (2011), uma vez que ambos os testes promoveram a exposição das pequenas e regulares partículas de carga inorgânica.

#### 5. Conclusão:

- O Ketac N100 não apresentou diminuição da dureza quando submetido à abrasão por escovação associada a ciclagem de pH, os demais, KM, Vitremer e Filtek Z350 apresentaram diminuição.
- O Ketac EM não apresentou alteração nos valores de rugosidade após a degradação química e mecânica, enquanto o Ketac N100, Vitremer e Filtek Z350 aumentaram a rugosidade.
- O compósito nanoparticulado Filtek Z350 foi o material que exibiu a maior resistência à degradação química e mecânica.



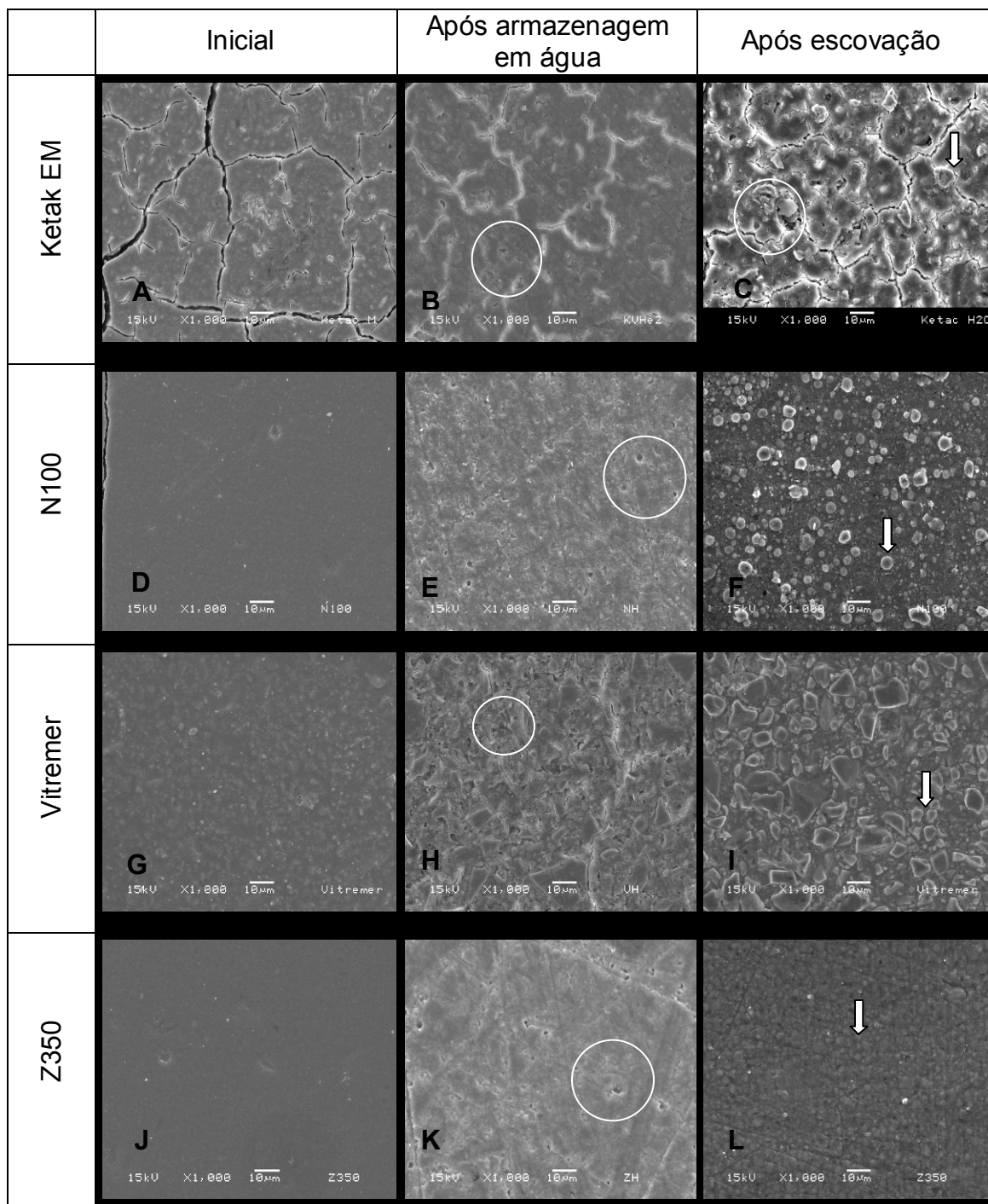
## Referências

- Anseth KS; Goodner MD; Reil MA; Kannurpatti AR; Newman SM; Bowman CN. The Influence of comonomer composition on dimethacrylate resin properties for dental composites J Dent Res. 1996; 75: 1607.
- Anusavice KJ. Propriedades mecânicas dos materiais dentários. In: Anusavice Philips Materiais Dentários. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005. p. 69-7.
- Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. Dent Mater. 2007; 23(1): 51-9.
- Bollen CM, Lambrechts P, Quirynen M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature. Dent Mater. 1997; 13 (4): 258-69.
- Bolzan AP, Fucio SB, Ambrosano G, Alonso RC, Sardi J, Puppini-Rontani RM. Biodegradation and abrasive wear of nano restorative materials. Operative Dentistry. In Press
- Bourke AM, Walls, AW, McCabe, J F. Light-activated glass polyalkenoate (ionomer) cements: the setting reaction. J Dent. 1992; 20 (2): 115-120.
- Carvalho AS & Cury JA Fluoride release from some dental materials in different solutions Oper Dent. 1999; 24(1) 14-19.
- Cattani-Lorente MA, Dupuis V, Payan J, Moya F, Meyer JM. Effect of water on the physical properties of resin-modified glass ionomer cements. Dent Mater. 1999; 15(1): 71-8.
- Czarnecka B, Limanowska-Shaw, H, Nicholson, JWH. Buffering and ion-release by glass-ionomer cement under near-neutral and acidic conditions Biomaterials. 2002; 23 (13): 2783-88.
- Czarnecka B, Nicholson JW. Ion release by resin-modified glass-ionomers into water and lactic acid solutions. J Dent. 2006; 34: 539–543.
- De Gee AJ. Physical properties of glass-ionomer cements: setting shrinkage and wear. In: Davidson CL, Mjor IA, editors. Advances in glass-ionomer cements. Chicago: Quintessence; 1999. p. 51-65.
- De Moor RJG, Verbeeck RMH (A). Effect of acetic acid on the fluoride release profiles of restorative glass ionomer cements. Dental Materials. 1998; 14: 261-268.
- Dulik D; Bernier R; Brauer GM. Effect of diluent monomer on the physical properties of BIS-GMA-based composites. J Dent Res. 1981; 60: 983-989.
- Eisenburger M, Addy M, Rossbach A. Acidic solubility of luting cements. J Dent. 2003; 31(2): 137-42.
- Ellakuria J, Triana R, Mínguez N, Soler I, Ibaseta G, Maza J et al. Effect of one-year water storage on the surface micro- hardness of resin-modified versus conventional glass ionomer cements. Dent Mater. 2003; 19 (4): 286-90.
- ESPE/3M.[acesso em maio 2010]. Disponível em: [http://solutions.3m.com/wps/portal/3M/en\\_US/3M-ESPE-NA/dental-professionals/products/](http://solutions.3m.com/wps/portal/3M/en_US/3M-ESPE-NA/dental-professionals/products/)
- Fano L, Fano V, Ma W, Wang X, Zhu F. Hydrolytic degradation and cracks in resin-modified glass-ionomer cements. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2004; 69B: 87-93.
- Featherstone JDB, O'Reilly MM, Sheriati M, Brugler S. Enhancement of

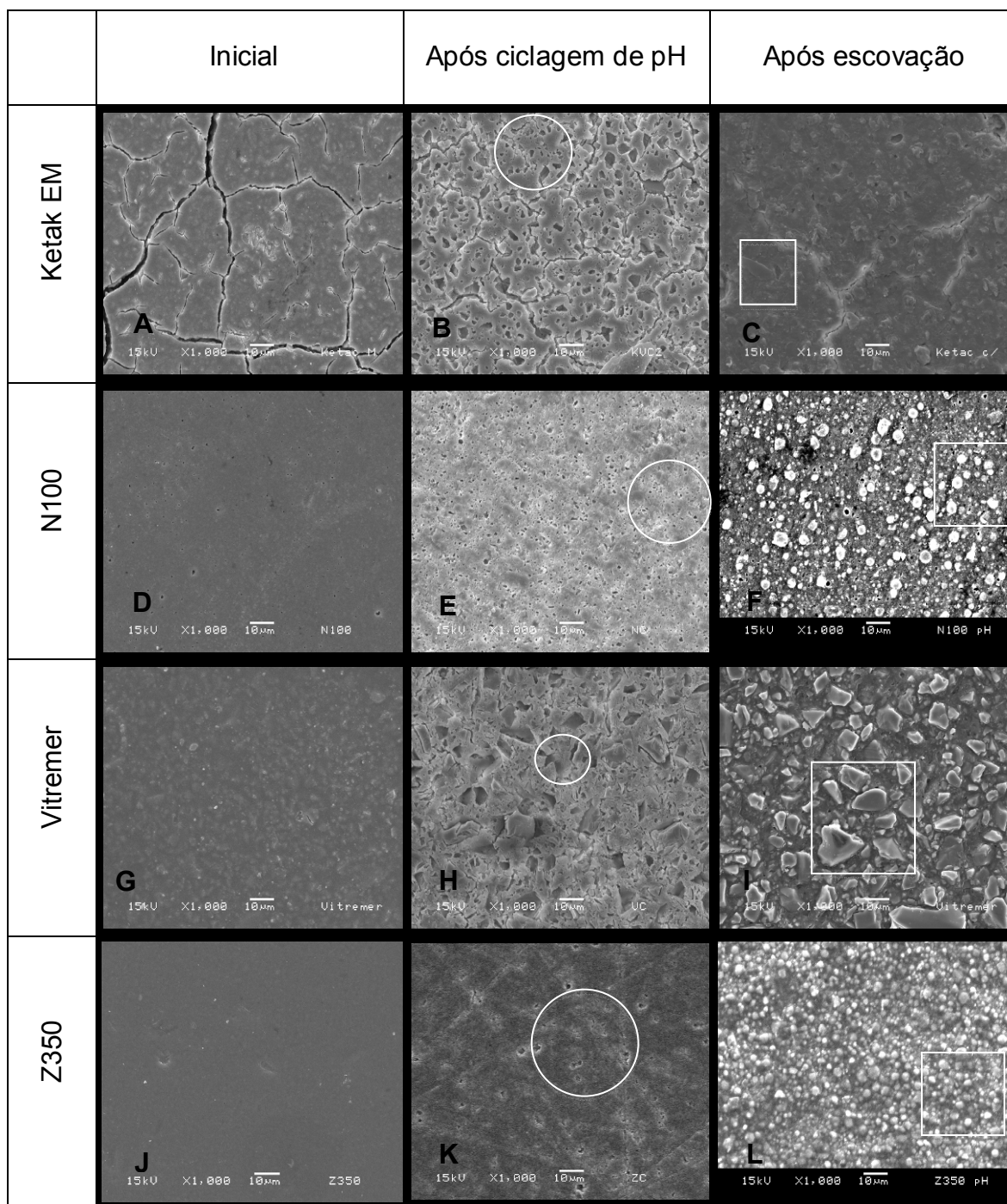
remineralization in vitro and in vivo. In: Leech SA, ed. Factors Relating To Demineralization and Remineralization of The Teeth. Oxford, England: IRL Press; 1986, pp 23-34.

- Fucio SBP, Carvalho FG, Correr Sobrinho L, Sinhorette MAC, Puppim-Rontani RM. The influence of 30-day-old *Streptococcus mutans* biofilm on the surface of esthetic restorative materials—An *in vitro* study. J Dent. 2008; 36: 833–839.
- Fukazawa M, Matzuya S, Yamane M. The mechanism for erosion of glass-ionomer cements in organic-acid buffer solutions. J Dent Res. 1990; 69: 1175-1179.
- Geurtsen W, Leyhausen G, Garcia-Godoy F. Effect of storage media on the fluoride release and surface microhardness of four polyacid-modified composite resins (“compomers”). Dent Mater. 1999; 15: 196–201.
- Gladys S, Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative physico-mechanical characterization of new hybrid restorative materials with conventional glass-ionomer and resin composite restorative materials. J Dent Res. 1997; 76(4): 883-94.
- Guggenberg R, May R, Stefan KP. New trends in glass-ionomer chemistry. Biomater. 1998; 19: 479-483.
- Guo X, Wang Y, Spencer P, Ye Q, Yao X. Effects of water content and initiator composition on photopolymerization of a model BisGMA/HEMA resin. Dent Mater. 2008; 24: 824-831.
- Heath JR, Wilson HJ. Abrasion of restorative materials by toothpaste. J Oral Rehabil. 1976; 3:121-38.
- Heintze SD, Forjanic M. Surface roughness of different dental materials before and after simulated tooth-brushing *in vitro*. Oper Dent. 2005; 30: 617-626.
- Kanchanasita W, Anstice HM, Pearson GJ. Water sorption characteristics of resin-modified glass-ionomer cements. Biomaterials. 1997; 18; 343-349.
- Kanchanasita W, Anstice HM, Pearson GJ. Long-term micro-hardness of resin-modified glass-ionomer cements. J Dent. 1998; 26: 707- 12.
- McKenzie MA, Linden RWA, Nicholson JW. The physical properties of conventional and resin modified glass-ionomer dental cements stored in saliva, proprietary acidic beverages, saline and water. Biomaterials. 2003; 24(22): 4063-9.
- Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. JADA. 2003; 134(10): 1382-90.
- Momoi Y, Hirotsuki K, Kohno A, McCabe JF. In vitro toothbrush-dentifrice abrasion of resin-modified glass ionomers. Dent Mater. 1997; 13(2): 82-8.
- Mount GJ. Color atlas of glass-ionomer cements. London: Dunitz; 2002.
- Nicholson JW, McKenzie MA, Goodridge R, Wilson AD. Variations in the compressive strength of dental cements stored in sonic or acidic solutions. J. Mater Sci; Mater Med. 2001; 12: 647-652.
- Nicholson JW. Glass ionomer dental cements: update. Materials Technology: Advanced Performance Materials. 2010; 25(1): 8-13.
- Øilo G. Biodegradation of dental composites/glass-ionomer cements. Adv Dent Res. 1992; 6: 50-4.
- Okada K, Tosaki S, Hirota K, Hume WR. Surface hardness change of restorative filling materials stored in saliva. Dent Mater. 2001; 17: 34-39.
- Percq A, Dubois D, Nicholson, JW. Water transport in resin-modified glass-ionomer

- dental cement. *J Biomater Appl.* 2008; 23: 263-73.
- Rueggeberg FA. From vulcanite to vinyl, a history of resins in restorative dentistry. *J Prosthet Dent.* 2002; 87(4): 364-79.
  - Sarkar, N. K. Internal corrosion in dental composite wear. *J Biomed Mater Res.* 2000; 53 (4): 371–380.
  - Silva KG, Pedrini D, Delbem, ACB, Cannon, M. Effect of pH Variations in a Cycling Model on the Properties of Restorative Materials. *Oper Dent.* 2007, 32(4): 328-335.
  - Smith GE. Surface deterioration of glass-ionomer cement during acid etching: an SEM evaluation. *Oper Dent.* 1988; 13: 3-7.
  - Suzuki T, Kyoizumi H, Finger WJ, Kanehira M, Endo T, Utterodt A, Hisamitsu H, Komatsu M. Resistance of nanofill and nanohybrid resin composites to toothbrush abrasion with calcium carbonate slurry. *Dent Mater J.* 2009; 28(6): 708-16.
  - Turssi CP, Hara AT, Serra MC, Rodrigues AL. Effect of storage media upon the surface micromorphology of resin-based restorative materials. *J Oral Rehabil.* 2002; 29: 864–871.
  - Turssi CP, Ferracane JL, Vogel K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites *Biomater.* 2005: (26) 4932–4937.
  - Wang XY, Yap AU, Ngo HC, Chung SM. Wang XY, Yap AU, Ngo HC, Chung SM. Environmental degradation of glass-ionomer cements: a depth-sensing microindentation study. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2007; 82(1): 1-6.
  - Wang XY, Yap AU, Ngo HC. Effect of early water exposure on the strength of glass ionomer restoratives. *Oper Dent.* 2006; 31(5): 584-589.
  - Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2000; 17: 129-138.
  - Yap AU, Tan SHL, Wee SSC, Lee CW, Lim ELC, Zeng KY. Chemical degradation of composite restoratives. *J Oral Rehabil.* 2001; 28(11): 1015-1021.
  - Yap AU, Mudambi S, Chew CL, Neo JC. Mechanical properties of an improved visible light-cured resin-modified glass ionomer cement. *Oper Dent.* 2001b; 26(3): 295-301.
  - Yap AUJ, Pek, YS, Cheang, P. Physico-mechanical properties of a fast-set highly viscous GIC restorative. *J Oral Rehabil.* 2003; 30: 1–8.
  - Yip HK, Peng D, Smales RJ. Effects of APF gel on the physical structure of compomers and glass ionomer cements. *Oper Dent.* 2001; 26: 231-238.



**Fig. 1** – Microscopia Eletrônica de Varredura do Ketac Molar Easy Mix (A, B, C), Ketac N100 (D, E, F), Vitremer (G, H, I) e Filtek Z 350 (J, K, L), com aumento de 1000X. A primeira coluna mostra a imagem inicial dos materiais (A, D, G e J). A segunda coluna representa as imagens após armazenamento em meio aquoso (B, E, H e K), com porosidades na matriz apontadas por círculos. A terceira coluna corresponde ao momento pós abrasão, com efeito cumulativo do armazenamento em meio aquoso mais abrasão, dos grupos (C, F, I e L), com partículas expostas na superfície do material (setas).



**Fig. 2** – Microscopia Eletrônica de Varredura do Ketak Molar Easy Mix (A, B, C), Ketac N100 (D, E, F), Vitremer (G, H, I) e Filtek Z 350 (J, K, L), com aumento de 1000X. A primeira coluna mostra a imagem inicial dos materiais (A, D, G e J). A segunda coluna representa as imagens após ciclagem de pH (B, E, H e K), com severo aspecto corroído da matriz apontado pelos círculos. A terceira coluna corresponde ao momento pós-abrasão, com efeito cumulativo do armazenamento mais abrasão dos grupos (C, F, I e L), com muitas partículas expostas na superfície do material (quadrados).

**Quadro 1.** Materiais e respectivos fabricantes, apresentação e composição utilizados para confecção dos corpos de prova

Material (Fabricante)	Categoria	Composição	Tamanho partícula	Apresentação
<b>Ketac Molar Easy mix</b> (3M ESPE)	Cimento de ionômero de vidro convencional de alta viscosidade	Pó: vidro de fluoralumínio silicato, estrôncio e lantânio Líquido: Ácido poliacarbônico, ácido tartárico e água	<14 µm	3,0g/1,0g
<b>Ketac N100</b> (3M ESPE)	Cimento de ionômero de vidro modificado por resina com nanopartículas ou “nano-ionômero”	Pasta A: vidro de fluoralumínio silicato, copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico, nanopartículas de sílica e zircônia, HEMA (1 a 10%), Bis-GMA(<5%), TEGDMA (<5%) Pasta B: HEMA (1 a 10%), água, copolímero do ácido poliacrílico e itaconico, nanopartículas de sílica Pó: Vidro de fluoralumínio silicato, estrôncio e lantânio	5-25 ηm	Partes iguais da pasta A e B (sistema clicker)
<b>Vitremer</b> (3M ESPE)	Cimento de Ionômero de Vidro Modificado por resina	Líquido: Ácido poliacarbônico, ácido tartárico e água, HEMA (15 a 20%)	3,0 µm	2,5g/1,0g
<b>Filtek Z350</b> (3M ESPE)	Compósito Nanoparticulado	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA, nanosílica (20ηm) nanoaglomerados Zircônia/sílica (5-20ηm)	5-20ηm 0,6-1,4µm agrupamentos	Pasta única

Abreviaturas HEMA: hidroxietil metacrilato; TEGDMA: dimetacrilato de trietilenoglicol; BisGMA: bisfenol glicidil metacrilato; UDMA: dimetacrilato de uretana

CONCLUSÕES GERAIS:

Baseando-se nos resultados obtidos pôde-se concluir que:

- O CIV-AV Ketac Molar Easy Mix apresentou diminuição na dureza após abrasão e ciclagem de pH, independente da proteção superficial com vaselina.
- O CIV-AV Ketac Molar Easy Mix protegido com vaselina apresentou maior resistência a degradação hidrolítica que o material não protegido.
- A influência da abrasão por escovação mecânica e da ciclagem de pH na degradação de superfície dos materiais restauradores estéticos está relacionada ao tipo de material:
  - O compósito Filtek Z350 foi o material que exibiu a maior resistência a degradação química e mecânica em relação a rugosidade e dureza, apresentando menores índices de rugosidade.
  - O CIV-MR com nanopartículas Ketac N100 apresentou valores equivalentes de dureza e rugosidade ao CIV-MR Vitremer após abrasão e ciclagem de pH.

REFERÊNCIAS<sup>2</sup>

1. Asmussen E, Peutzfeldt A. Long-term fluoride release from glass ionomer cement, a compomer, and from experimental resin composites. *Acta Odontol Scand.* 2002; 60:93-97
2. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dent Mater.* 2007; 23 (1): 51-9.
3. Bollen CM, Lambrechts P, Quirynen M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature. *Dent Mater.* 1997; 13 (4): 258-69.
4. Burgess JO. Fluoride-Releasing materials and their adhesive characteristics. *Compend Contin Educ Dent.* 2008; 29 (2): 82-91.
5. Burke FM, Ray NJ, McConnell RI. Fluoride-containing restorative materials. *Int Dent J.* 2006; 56:33-44.
6. Carvalho AS, Cury JA. Fluoride release from some dental materials in different solutions. *Oper Dent.* 1999; 24 (1): 14-19.
7. Cattani-Lorente MA, Dupuis V, Payan J, Moya F, Meyer JM. Effect of water on the physical properties of resin-modified glass ionomer cements. *Dent Mater.* 1999; 15 (1): 71-8.
8. Crisp S, Lewis BJ, Wilson AD. Characterization of glass-ionomer cements: A study of erosion and water absorption in both neutral and acidic media. *J Dent.* 1980; 8(1): 68-74.
9. Earl MSA, Hume WR, Mount, GJ. Effect of varnishes and other surface treatments on water movement across the glass-ionomer cement surface. *Aust Dent J.* 1985; 30: 298–301.
10. Ellakuria J, Triana R, Mínguez N, Soler I, Ibaseta G, Maza J, García-Godoy F. Effect of one-year water storage on the surface microhardness of resin-modified versus conventional glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2003; 19: 286-290.
11. Endo T, Finger WJ, Kanehira M, Utterodt A, Komatsu M. Surface texture and roughness of polished nanofill and nanohybrid resin composites. *Dent Mater J.* 2010; 29 (2): 213-23.
12. Forsten L. Fluoride release and uptake by glass-ionomers and related materials and its clinical effect. *Biomaterials.* 1998; 19(6): 503-8.
13. Frencken JE, Songpaisan Y, Phantumvanit P, Pilot T. An atraumatic restorative treatment (ART) technique: evaluation after one year.. *Int Dent J.* 1994; 44(5): 460-4.
14. Fucio SB, Carvalho FG, Sobrinho LC, Sinhoretí MA, Puppín-Rontani RM. The influence of 30-day-old *Streptococcus mutans* biofilm on the surface of esthetic restorative materials-an in vitro study. *J Dent.* 2008; 36(10): 833-9.
15. Gömeç Y, Dörter C, Ersev H, Guray Efes B, Yıldız E. Effects of dietary acids on surface microhardness of various tooth-colored restoratives. *Dent Mater J.* 2004; 23: 429-435.

---

<sup>2</sup> De acordo com as normas da FOP/UNICAMP, baseada na norma do International Committee of Medical Journal Editors-Grupo Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o MEDLINE.



16. Heintze SD, Forjanic M. Surface roughness of different dental materials before and after simulated tooth-brushing *in vitro*. Oper Dent. 2005; 30: 617-626.
17. Kahler B, Kotousov A, Swain MV. On the design of dental resin-based composites: A micromechanical approach. Acta Biomaterial. 2008; 4(1) 165-172.
18. Markovic DLJ, Petrovic BB, Peric TO. Fluoride content and recharge ability of five glassionomer dental materials. BMC Oral Health. 2008; 8: 21.
19. Mclean JW, Wilson AD. The clinical development of the glass-ionomer cements. I. Formulations and properties. Aust Dent J. 1977; 22: 31–36.
20. Mitra SB, Kedrowski BL. Long-term mechanical properties of glass ionomers. Dent Mater. 1994;10: 72–82.
21. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. JADA. 2003; 134(10): 1382-90.
22. Moszner N, Klapdohr S. Nanotechnology for dental composites International Journal of Nanotechnology. 2004; 1(1/2) 130-156.
23. Mount GJ, Makinson, OF. Glass restorative cements: clinical implications of the setting reaction. Oper Dent. 1982; 7 (4): 134- 41.
24. Ngo H. Glass-ionomer cements as restorative and preventive materials 2010. Dent Clin N Am. 2010; 54 (3): 551-563.
25. Nicholson JW, Anstice HM, Mclean JW. A preliminary report on the effect of storage in water on the properties of commercial light-cured glass-ionomer cements. Br Dent J. 1992; 173(3): 98-10.
26. Nicholson JW, Czarnecka B. Kinetic studies of water uptake and loss in glass-ionomer cements. J Mater Sci Mater Med. 2008; 19(4): 1723-7.  
Nicholson JW. Glass ionomer dental cements: update. Materials Technology: Advanced Performance Materials. 2010; 25(1): 8-13.
27. Serra MC, Navarro MFL, Freitas SFT, Carvalho RM, Cury JA, Retief H. Glass ionomer cement surface protection. Am J Dent. 1994; 7(4):203-6.
28. Silva KG, Pedrini D, Delbem AC, Cannon M. Effect of pH variations in a cycling model on the properties of restorative materials. Oper Dent. 2007; 32(4): 328-35.
29. Soh MS, Sellinger A, Yap AU. Dental nanocomposites Current Nanoscience. 2006; 2(4): 373-381.
30. Suzuki T, Kyoizumi H, Finger WJ, Kanehira M, Endo T, Utterodt A, Hisamitsu H, Komatsu M. Resistance of nanofill and nanohybrid resin composites to toothbrush abrasion with calcium carbonate slurry. Dent Mater J. 2009; 28(6): 708-16.
31. Turssi CP, Ferracane JL, Ferracane LL. Wear and fatigue behavior of nanostructured dental resin composites J Biomed Mater Res B: Appl Biomater. 2006; 78(1) 196-203.
32. Turssi CP, Hara AT, Magalhães CS, Serra MC, Rodrigues Jr AL. Influence of storage regime prior to abrasion on surface topography of restorative materials. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2003; 65: 227-232.
33. Wang XY, Yap AU, Ngo HC, Chung SM. Environmental degradation of glass-ionomer cements: a depth-sensing microindentation study. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2007; 82(1): 1-6.
34. Willershausen B, Callaway A, Ernst CP, Stender E. The influence of oral bacteria on the surfaces of resin-based dental restorative materials – an *in vitro* study. Int Dent J. 1999; 49: 231-239.
35. Wilson AD, Mclean JW. Glass-ionomer cement. Chicago: Quintessence; 1988.

36. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2000; 17: 129-138.
37. Yap AU, Tan SHL, Wee SSC, Lee CW, Lim ELC, Zeng KY. Chemical degradation of composite restoratives. *J Oral Rehabil.* 2001; 28(11): 1015-1021.

APÊNDICE

Legendas e Figuras

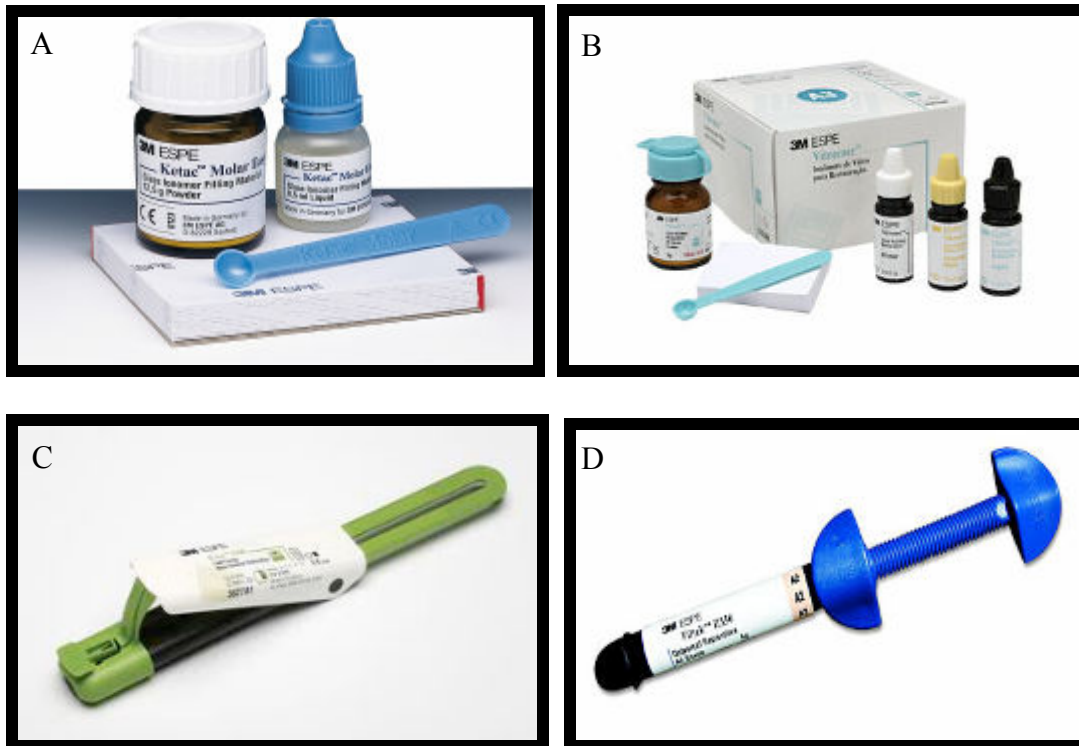


Figura 1. Ilustrações dos materiais utilizados na tese para a confecção dos espécimes dos capítulos 1 e 2

A – Cimento de ionômero de vidro modificado por resina Vitremer

B – Cimento de ionômero de vidro convencional (altamente viscoso) Ketac Molar Easy Mix

C- Cimento de ionômero de vidro modificado por resina com nanopartículas Ketac N100

D- Compósito restaurador nanoparticulado Filtek Z35L0

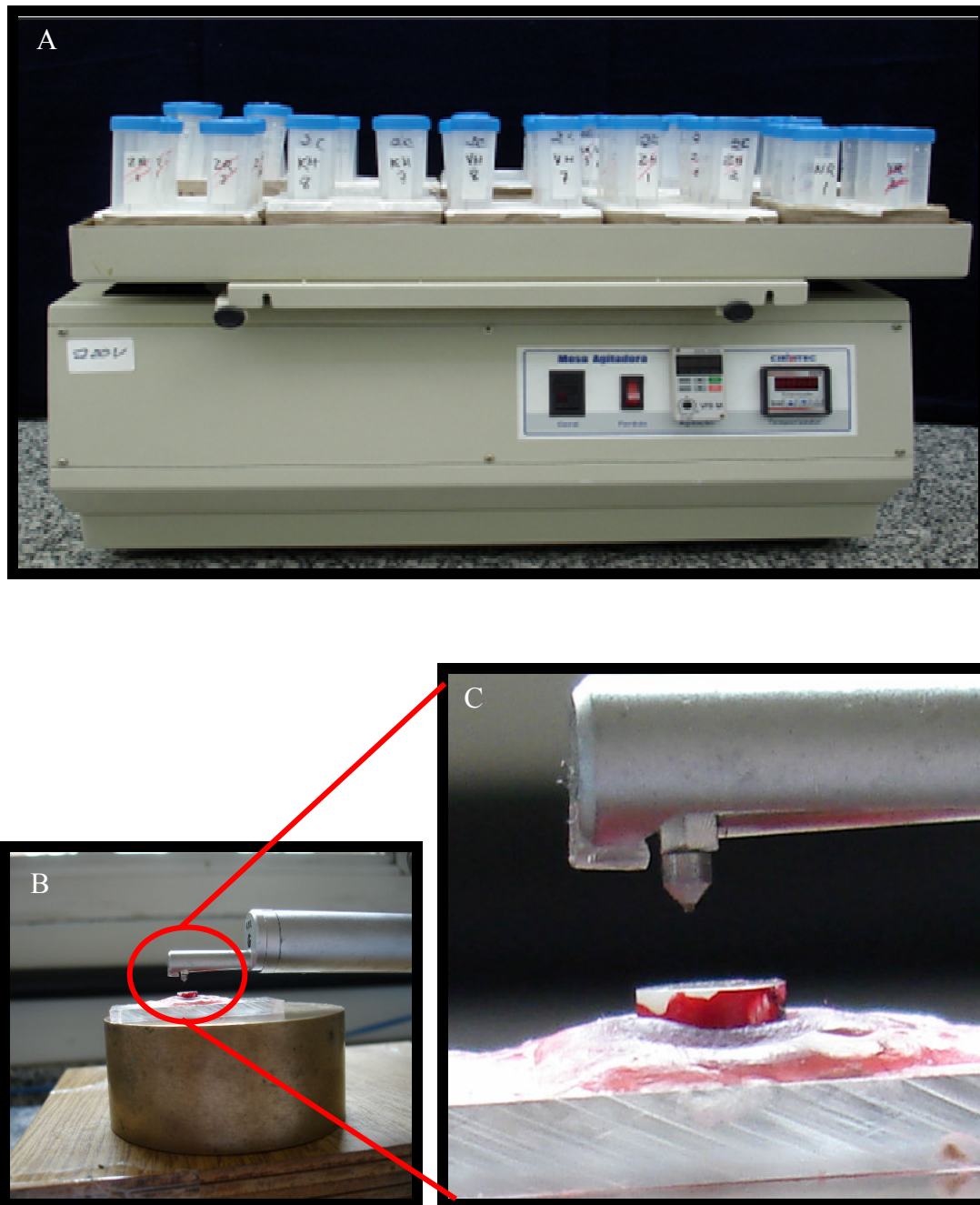


Figura 2. Ilustrações dos equipamentos utilizados na tese para a confecção dos espécimes dos capítulos 1 e 2

A – Mesa agitadora (utilizada somente para o capítulo 2)

B – Rugosímetro SURFCORDER SE 1700 KOSAKA CORP, TOKYO JAPAN

C- Espécime posicionado no rugosímetro

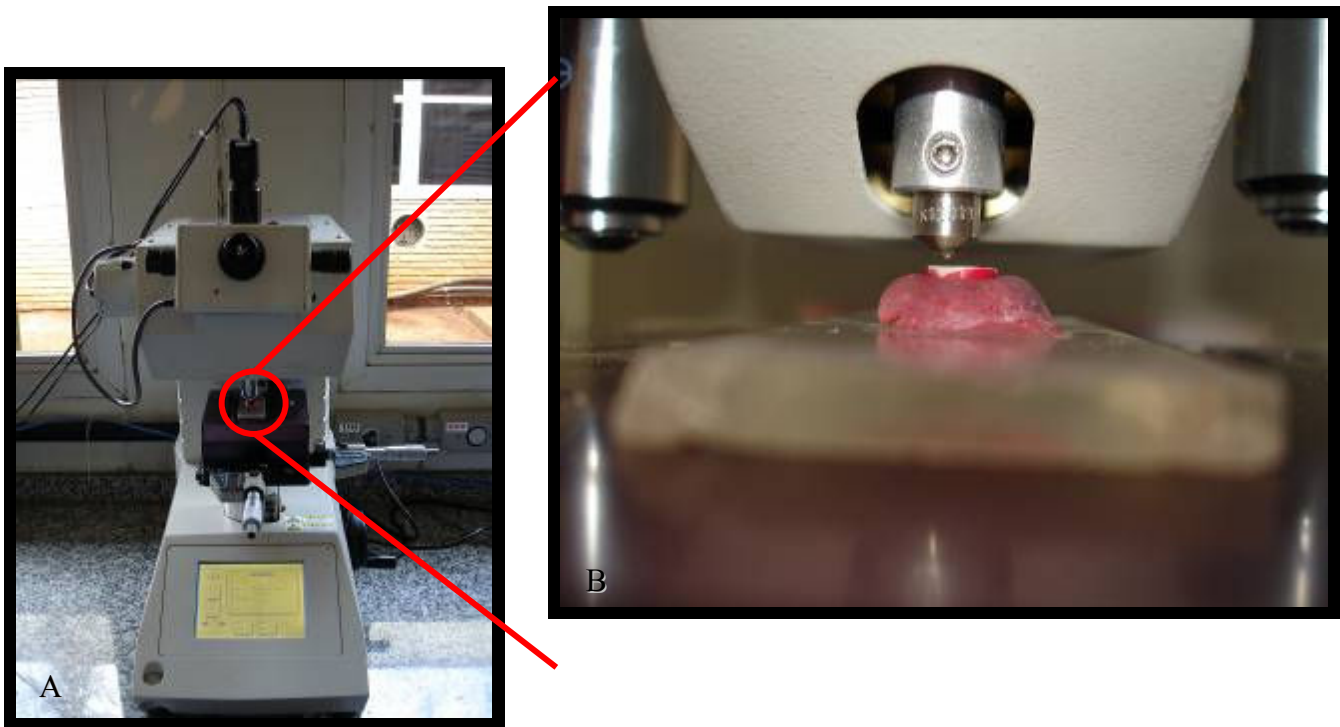


Figura 3. Ilustrações dos equipamentos utilizados na tese para a confecção dos espécimes dos capítulos 1 e 2

A – DURÔMETRO Modelo HMV2 SHIMADZU, MICROHARDNESS TESTER (SHIMADZU, TÔQUIO, JAPÃO)

B- Espécime posicionado no durômetro

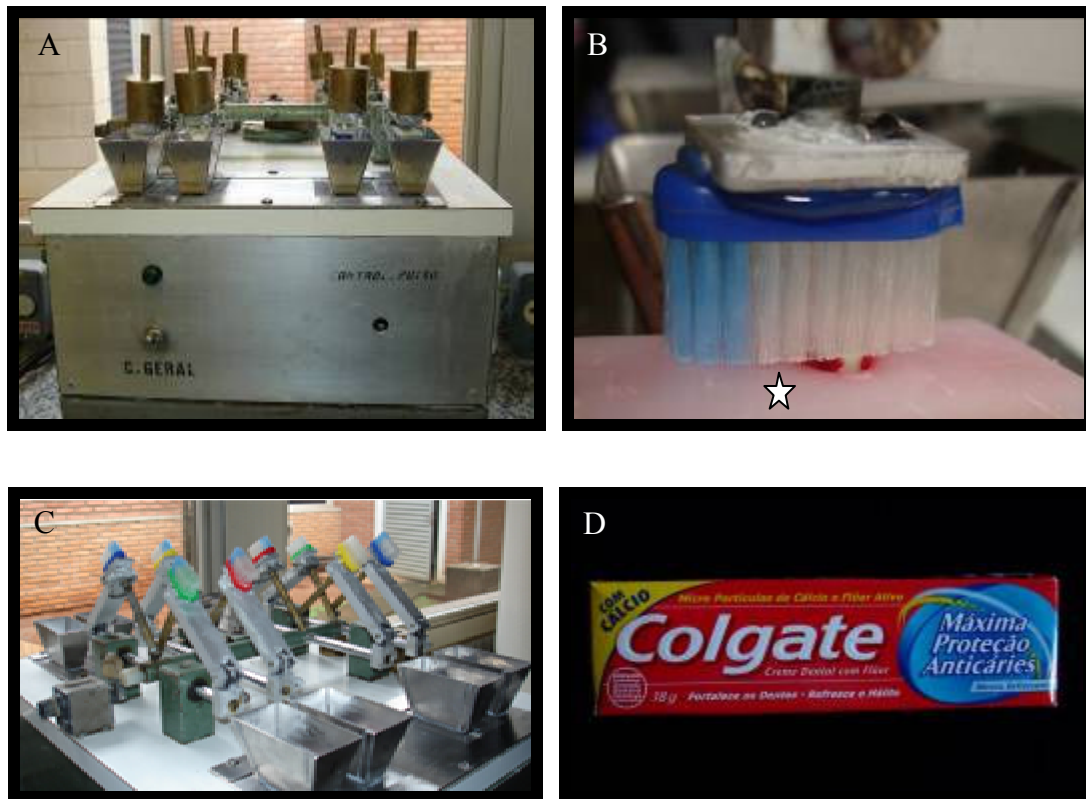


Figura 4. Ilustrações dos equipamentos utilizados na tese para a confecção dos espécimes dos capítulos 1 e 2

A – Máquina de Escovação

B – Espécime posicionado na máquina (estrela)

C- Escovas de dentes cerdas macias (MEDFIO INDUSTRIA E COMERCIO DE ARTIGOS ODONTOLÓGICOS LTDA PINHAIS PR posicionadas na máquina de escovação

D- Creme Dental COLGATE PALMOLIVE IND. E COM. LTDA, S.B. CAMPO, SP, BRASIL.

## ANEXO

**De:** "jdaividoff" <jdaividoff@uol.com.br>  
**Data:** quarta-feira, 17 de agosto de 2011 11:21  
**Para:** "Profa Regina" <mpupp@fop.unicamp.br>  
**Anexar:** logoCSP.jpg  
**Assunto:** Fwd: Novo artigo (CSP\_1068/11)

**Mensagem original**

**De:** Cadernos de Saude Publica <cadernos@ensp.fiocruz.br >  
**Para:** jdaividoff@uol.com.br  
**Assunto:** Novo artigo (CSP\_1068/11)  
**Enviada:** 17/08/2011 11:07

Prezado(a) Dr(a). Denise Cesar de Oliveira Davidoff:

Confirmamos a submissão do seu artigo "EFEITO DA PROTEÇÃO DE SUPERFÍCIE NA MICRODUREZA E RUGOSIDADE DE UM CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO SUBMETIDO À DEGRADAÇÃO QUÍMICA E MECÂNICA" (CSP\_1068/11) para Cadernos de Saúde Pública. Agora será possível acompanhar o progresso de seu manuscrito dentro do processo editorial, bastando clicar no *link* "Sistema de Avaliação e Gerenciamento de Artigos", localizado em nossa página <http://www.ensp.fiocruz.br/csp>.

Em caso de dúvidas, envie suas questões através do nosso sistema, utilizando sempre o ID do manuscrito informado acima. Agradecemos por considerar nossa revista para a submissão de seu trabalho.

Atenciosamente,

Prof. Carlos E.A. Coimbra Jr.  
Prof. Mario Vianna Vettore  
Editores