

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

*Este exemplar foi  
devolvido ao autor.  
Assinatura CCPG/032/83  
Piracicaba, 18/07/96  
H. Marini*

KELLE CRISTINA GARCIA  
CIRURGIÃ DENTISTA

***INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ARMAZENAGEM SOBRE A  
DUREZA SUPERFICIAL E A RESISTÊNCIA À  
COMPRESSÃO DE CIMENTOS IONOMÉRICOS  
RESTAURADORES.***

*Tese apresentada à Faculdade de Odontologia  
de Piracicaba, da Universidade Estadual de  
Campinas, para obtenção do "Título de Mestre  
em Ciências: Área Materiais Dentários".*

PIRACICABA

1996

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

**KELLE CRISTINA GARCIA**  
*CIRURGIÃ DENTISTA*

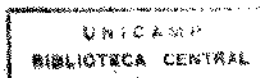
***INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ARMAZENAGEM SOBRE A  
DUREZA SUPERFICIAL E A RESISTÊNCIA À  
COMPRESSÃO DE CIMENTOS IONOMÉRICOS  
RESTAURADORES.***

Orientador: Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI - FOP/UNICAMP

*Tese apresentada à Faculdade de Odontologia  
de Piracicaba, da Universidade Estadual de  
Campinas, para obtenção do "Título de Mestre  
em Ciências: Área Materiais Dentários".*

PIRACICABA

1996



UNIDADE	-BC
N.º CHAMADA	UNICAMP
	G165i
V.	Ex. 01
TOMBO BC	28395
PROC.	667/96
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	29/08/96
N.º CPD	

CX-00091596-1

Ficha Catalográfica Elaborada pela Biblioteca da FOP/UNICAMP

G165i Garcia, Kelle Cristina.  
 Influência do tempo de armazenagem sobre a microdureza superficial e a resistência à compressão de cimentos ionoméricos restauradores / Kelle Cristina Garcia. - Piracicaba: [s.n.], 1996.  
 63f.: il.  
 Orientador : Simonides Consani.  
 Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.  
 I. Materiais dentários. 2. Cimentos dentários - Armazenagem.  
 I. Consani, Simonides. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.  
 19.CDD - 617.695

Índices para o Catálogo Sistemático

1. Materiais dentários	617.695
2. Cimentos dentários - Armazenagem	617.695

DEDICO ESTE TRABALHO

*Aos meus pais GARCIA e ROSALINA pelo apoio, carinho e amizade,  
que sempre estiveram presentes em minha vida.*

*A meu irmão KLEVER e minha cunhada CARMEM LUCIA  
pelo grande incentivo e apoio.*

*Ao meu namorado ORLANDO, pelo amor, carinho e compreensão.*

COM CARINHO

*Agradeço a Deus, pela presença viva em minha vida.*

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

*Ao Doutor SIMONIDES CONSANI, Professor Titular do Departamento de Odontologia Restauradora - Área Materiais Dentários, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela amizade, inestimável colaboração, incentivo e exemplo de humildade, competência e seriedade sempre presentes durante a orientação deste trabalho e no transcorrer do Curso de Pós-Graduação.*

*Ao Doutor MARIO FERNANDO DE GOES, Professor Livre Docente do Departamento de Odontologia Restauradora - Área Materiais Dentários, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pelo apoio, incentivo e sugestões apresentadas.*

## AGRADECIMENTOS

*Aos Profs. Drs. LUIZ ANTÔNIO RUHNKE, WOLNEY LUIZ STOLF e LOURENÇO CORRER SOBRINHO, da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela amizade, atenção e conhecimentos transmitidos durante o Curso de Pós Graduação.*

*Aos funcionários da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, Sra. SELMA A. BARBOSA SEGALLA, Eng. MARCOS BLANCO CANGIANI e a estagiária do Centro de Integração Empresa e Escola, Srta. FABIANA AGOSTINHO COLOMBINI, pela valiosa amizade e pelo auxílio em todos os momentos.*

*Ao ex-funcionário da Área de Materiais Dentários da faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, Sr. ADÁRIO CANGIANI, pela ajuda prestativa e amizade durante o período de nossa convivência.*

*À Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (PIC-CAPES), pela concessão da bolsa de estudo.*

*Aos Sr. ANTONIO ANDREAZZI FILHO, Supervisor e Srtas. ANA MARIA LOPES e ANGELA ANTONIO, Promotoras, Produtos Dentários da 3M do Brasil Ltda., pelo apoio e prestatividade no fornecimento do produto VITREMER.*

*Ao Professor Assistente MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI, da Área de Materiais Dentários, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela elaboração da análise estatística.*

*À colega de mestrado ROSANA ONO, pela amizade e apoio sempre presente, durante o Curso de Pós-Graduação.*

*Aos demais colegas de Pós-Graduação (Mestrado e Doutorado) pela amizade, colaboração e troca de informações acadêmicas.*

*À Sra. SUELI DUARTE DE OLIVEIRA SOLIANI, bibliotecária da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela orientação nas referências bibliográficas.*

*E a todos que direta ou indiretamente, participaram do meu desenvolvimento durante este Curso de Pós-Graduação.*

*Se não houver frutos, valeu a beleza das flores...  
Se não houver flores, valeu a sombra das folhas...  
Se não houver folhas, valeu a intenção da semente.*

*Henfil*



## SUMÁRIO

# SUMÁRIO

	FOLHA
LISTAS .....	1
1. Tabelas .....	2
2. Figuras .....	2
3. Abreviaturas e siglas .....	3
RESUMO .....	4
1 - INTRODUÇÃO .....	6
2 - REVISÃO DA LITERATURA .....	10
3 - PROPOSIÇÃO .....	31
4 - METODOLOGIA .....	33
4.1. MATERIAIS .....	34
4.2. MÉTODO .....	35
4.2.1 Condições ambientais do laboratório .....	35
4.2.2 Relação pó/líquido .....	35
4.2.3 Preparação das amostras para o ensaio de microdureza superficial .....	35
4.2.4 Condições de armazenagem das amostras .....	37
4.2.5 Ensaio de microdureza superficial .....	37
4.2.6 Preparação das amostras para o ensaio de resistência à compressão .....	38
4.2.7 Condições de armazenagem das amostras .....	39
4.2.8 Ensaio de resistência à compressão .....	40
5 - RESULTADOS .....	41
5.1 Microdureza superficial .....	42
5.2 Resistência à compressão .....	43
6 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS .....	44
7 - CONCLUSÃO .....	49
8 - APÊNDICE .....	51
9 - SUMMARY .....	57
10 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	59

# LISTAS

1 - Materiais avaliados neste estudo.	34
2 - Relação pó/líquido dos cimentos de ionômero de vidro.	35
3 - Valores de microdureza Knoop obtidos nos diferentes períodos de armazenagem para os produtos VITREMER e VIDRION R.	42
4 - Valores de resistência à compressão (MPa) nos diferentes períodos de armazenagem para os produtos VITREMER e VIDRION R.	43

## 2. FIGURAS

1 - Materiais, instrumental e matrizes utilizadas na confecção dos corpos de prova para o ensaio de microdureza Knoop.	36
2 - Corpos de prova para o ensaio de microdureza superficial	37
3 - Microdurômetro	38
4 - Matriz utilizada para a confecção dos corpos de prova para o ensaio de resistência à compressão.	39
5 - Corpo de prova durante o ensaio de resistência à compressão na máquina universal LOS	40
6 - Gráfico representativo dos resultados de microdureza superficial (Knoop), nos tempos de armazenagem propostos, para os produtos VIDRION R e VITREMER.	42
7 - Gráfico representativo dos resultados de resistência à compressão (MPa), nos tempos de armazenagem propostos, para os produtos VIDRION R e VITREMER.	43

### 3. ABREVIATURAS E SIGLAS

Abreviaturas	Significado
Zn	Zinco
kg/cm <sup>2</sup>	Quilograma por centímetro quadrado
VHN	Número de dureza Vickers
KHN	Número de dureza Knoop
WHN	Número de dureza Woxen
kg/min	Quilograma por minuto
MPa	Mega Pascal
Ca	Cálcio
Al	Alumínio
HDMA	Hidroxi-dimetacrilato
HEMA	Hidroxietil metacrilato
BIS-GMA	Bisfenol - A glicidil metacrilato
A.D.A.	Associação Dentária Americana
µm	Micrometro
°C	Grau Celsius
mm	Milímetro
cm	Centímetro
BTUs	Unidade térmica inglesa
ml	Mililitro
g	Grama
kg	Quilograma
mw/cm <sup>2</sup>	Miliwatts por centímetro quadrado
RC	Resistência à compressão
Fa	Força aplicada
A	Área da secção transversal das amostras
%	Por cento
G.L	Grau de liberdade
S.Q	Soma dos quadrados
Q.M	Quadrado médio
Prob. > F	Probabilidade maior que a frequência
Valor F	Valor da frequência
Mat*Tem	Material x tempo
x	Vezes
Na	Sódio
F	Flúor
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
µ mol/l	Micro mol por litro
RTA	Reflectância total atenuada
COOH	Ácido poliacrílico
COO <sup>-</sup>	Grupo carboxílico
P	Fósforo
Si	Silício
O	Oxigênio
H	Hidrogênio

## RESUMO

## RESUMO

A proposta deste trabalho foi verificar a microdureza superficial e a resistência à compressão de cimentos de ionômero de vidro, Tipo II, conhecidos comercialmente como VIDRION R (SS WHITE) e VITREMER (3M), em intervalos de armazenagem de 15 minutos, 1 hora e 24 horas à temperatura de 37°C e 100% de umidade relativa. Para o ensaio de microdureza superficial foram confeccionados cinco corpos de prova para cada material, em ambiente controlado de temperatura ( $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e umidade relativa do ar ( $50 \pm 10\%$ ). Os materiais foram proporcionados e espatulados de acordo com as instruções dos fabricantes e colocados em matrizes plásticas cilíndricas, com 6 mm de diâmetro interno por 1,8 mm de altura. Os corpos de prova foram confeccionados e armazenados em estufa a 37°C e 100% de umidade relativa. Os valores de microdureza Knoop (KHN) foram determinados utilizando um microdurômetro (DURIMET). As penetrações foram feitas sob carga de 50 gramas, por 30 segundos, totalizando cinco penetrações em cada corpo de prova. Para o ensaio de resistência à compressão foram confeccionados 10 corpos de prova para cada intervalo proposto, de acordo com a especificação nº9 da Associação Dentária Americana, proporcionados e confeccionados em ambiente de trabalho com temperatura e umidade controladas. A espatulação e a proporção pó/líquido foram realizadas de acordo com as instruções dos fabricantes. Os corpos de prova do cimento de ionômero de vidro VITREMER (ativação tripla) foram polimerizados pela luz visível por meio de um fotopolimerizador VISILUX 2 (3M), por 40 segundos e, em seguida, armazenados em estufa a 37°C e 100% de umidade relativa. A resistência à compressão foi obtida através de uma máquina universal LOS (Alemanha), com carga de 100 kg/minuto e os resultados obtidos em  $\text{kg/cm}^2$  foram transformados em unidade MPa. Após a realização do teste de microdureza superficial e resistência à compressão, os valores obtidos foram submetidos ao Teste de Tukey ao nível de 5% de significância. O tempo de armazenagem aumentou os valores de microdureza superficial para os dois materiais, com resultados estatisticamente significativos ao nível de 5% de probabilidade. Em cada período de armazenagem, os valores de microdureza superficial não apresentaram diferenças estatisticamente significativas para os dois materiais. Com relação aos valores de resistência à compressão, o tempo de armazenagem aumentou os valores de resistência dos cimentos com resultados estatisticamente significativos ao nível de 5% de probabilidade. Porém, em todos os períodos, os valores apresentados pelo cimento de ionômero de vidro VITREMER foram estatisticamente superiores aos do cimento VIDRION R.

Palavras Chave: *Materiais Dentários, Cimentos Dentários - Armazenagem*

# 1. INTRODUÇÃO



## I. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos ocorreram modificações radicais nos procedimentos restauradores devido, principalmente, ao avanço tecnológico dos materiais dentários e ao desenvolvimento de novos sistemas adesivos empregados em diversas situações clínicas. Devido ao grande número de produtos restauradores apresentados atualmente, o cirurgião dentista encontra dúvidas na escolha do material de que dispõe para cada caso clínico em particular. Entretanto, dentre os diversos materiais encontrados à disposição dos clínicos nenhum foi tão promissor como o cimento de ionômero de vidro. Segundo PHILLIPS<sup>30</sup>, tal fato deve-se ao grande número de marcas comerciais de cimentos ionoméricos colocados à venda, às diversas modificações realizadas em sua composição e à fenomenal expansão de seu uso em relativamente poucos anos.

O cimento de ionômero de vidro foi desenvolvido por WILSON & KENT<sup>36</sup>, em 1971, no laboratório de Química Governamental de Londres, onde foram combinadas as propriedades de resistência e liberação de flúor do pó vítreo do cimento de silicato dental, com a biocompatibilidade e a adesividade encontradas no ácido poliacrílico, utilizado no cimento de poliacrilato de zinco.

Os primeiros cimentos de ionômero de vidro, conhecidos como polialcenoato de vidro, apresentavam-se na forma de pó/líquido, acondicionados em frascos separados, onde o pó era essencialmente composto por partículas de vidro (silicato de alumínio e cálcio) com alto conteúdo de flúor, formado pela fusão de quartzo, alumina, criolita, fluorita, trifluoreto de alumínio e fosfato de alumínio, e o líquido era o ácido poliacrílico ou polimaléico e outros ácidos polialcenóicos secundários, como os ácidos tartárico e itacônico (BARATIERI et al.<sup>2</sup>; BARRY et al.<sup>3</sup>; COHEN & SCHULMAN<sup>7</sup>; NAVARRO et al.<sup>25</sup>; WILSON & KENT<sup>37</sup>; CRISP & WILSON<sup>11</sup>; ZYTKIEVITZ & PIAZZA<sup>39</sup>).

Nesta classe de cimentos, a geleificação ocorre através de uma reação ácido-base entre a solução aquosa de ácido poliacrílico (ácido) e o pó vítreo composto pelo alumino-silicato de cálcio (base), liberando cations de  $\text{Ca}^{+2}$  e  $\text{Al}^{+3}$ , através do ataque ácido promovido sobre as partículas vítreas e formando ligações cruzadas com as cadeias do poliânion, resultando em sal hidratado. Os sais de cálcio são formados na fase inicial da geleificação, permitindo a adesão inicial à estrutura dental que posteriormente são substituídos pelos sais de alumínio, responsáveis pela geleificação final e pelo desenvolvimento da resistência do cimento geleificado (CRISP & WILSON<sup>12</sup>; CRISP et al.<sup>14</sup>; WALLS<sup>33</sup>). Além disso, a concentração do líquido pode alterar a resistência à compressão (CRISP et al.<sup>8</sup>).

Segundo COHEN & SCHULMAN<sup>7</sup>, os cimentos de ionômero de vidro sofreram, desde 1970, alterações básicas de formulação na tentativa de melhorar o desempenho clínico. Por exemplo, a grande viscosidade apresentada pelo líquido foi diminuída pela adição de copolímeros menos viscosos ou pela incorporação do ácido poliacrílico liofilizado ao pó e aglutinado à uma solução de ácido tartárico ou apenas água, obtendo assim algumas vantagens na manipulação, em relação aos primeiros cimentos (CRISP et al.<sup>13</sup>; MARTINS et al.<sup>23</sup>). De acordo com KENT et al.<sup>17</sup>, estes materiais apresentam baixa resistência mecânica e altos índices de solubilidade que estão diretamente relacionados com a geleificação inicial do cimento, causando controvérsias quanto a sua indicação como material restaurador. Na geleificação ocorre a formação do policarboxilato de cálcio, cujo potencial de constituição das cadeias cruzadas com os poliânions é inferior àquelas criadas no policarboxilato de alumínio, que são formadas posteriormente e que conferem resistência final ao cimento. O contato da fase inicial da reação com a água solubiliza o sal formado primeiramente, podendo lixiviar os íons de cálcios formados e também os íons de alumínio que estariam sendo transferidos ao poliânion, limitando a reação de presa.

Portanto, a presença de umidade no meio oral é crítica, sendo necessária uma proteção superficial imediatamente após a confecção da restauração. Além disso, a umidade do ar e a temperatura do ambiente de trabalho durante a confecção da restauração, juntamente com alterações que podem ocorrer na proporção pó/líquido durante o preparo do material, podem provocar alterações das propriedades físicas do cimento, diminuindo a durabilidade destas restaurações no meio bucal (EARL & IBBETSON<sup>16</sup>).

Pesquisas anteriores, como as de CRISP & WILSON<sup>12</sup>, PIZZORNO & RIBAS<sup>28</sup> e OILO<sup>27</sup>, mostraram que a fragilidade do cimento de ionômero de vidro do Tipo II (restaurador) pode ser notada já nas etapas iniciais da reação, como consequência da sua alta solubilidade que, no entender de MOUNT & MAKINSON<sup>24</sup>, é decorrente do longo tempo que o material requer para completar a reação química e desenvolver as propriedades físicas adequadas.

Recentemente foi introduzido no comércio odontológico o cimento de ionômero de vidro modificado por resina fotoativada, conhecido comercialmente como cimentos híbridos, contendo elementos resinosos como HEMA, HDMA e BIS-GMA, e também fluorapatita na sua composição. Segundo McLEAN et al.<sup>22</sup>, nestes materiais existe uma porcentagem significativa de reação ácido-base convencional, o que os caracterizam como cimentos ionoméricos propriamente ditos. A estrutura destes cimentos reforçados com resina apresenta-se com uma interpenetração da cadeia polimérica na matriz do cimento, diminuindo o tempo de presa e a solubilidade e aumentando os valores de suas propriedades físicas. Estes cimentos apresentam duas ou três reações de presa: a reação ácido-base convencional, uma reação por

fotoativação dos radicais livres do monômero, podendo continuar reagindo por meio dos radicais disponíveis na fase resinosa, ou seja, uma reação química de polimerização por oxi-redução.

Os cimentos de ionômero de vidro fotopolimerizáveis contêm uma resina hidrofóbica de dimetacrilato ou um copolímero de ácido poliacrílico com grupos metacrilatos e hidroxietil metacrilato. A vantagem apresentada por estes materiais é uma rápida reação de presa quando irradiados pela luz visível (WILSON et al.<sup>38</sup> e SMITH<sup>32</sup>). Esses materiais têm criado um significativo impacto na prática de restaurações odontológicas, desde de sua introdução em 1992. Não foi somente o componente fotopolimerizável destes materiais que melhorou a produtividade dos dentistas, mas alguns relatos descrevem melhora nas propriedades clínicas, conservando os muitos benefícios clínicos dos cimentos ionoméricos convencionais. Ao contrário do cimento de ionômero de vidro tradicional, este novo material não requer proteção da contaminação pela umidade depois do início da reação de presa do componente fotopolimerizável, apresentando melhores propriedades físicas quando comparados com o cimento de ionômero de vidro convencional (CROLL<sup>15</sup> e KNIGHT<sup>18</sup>).

Assim sendo, devido à grande variedade na composição química apresentada pelos cimentos ionoméricos existentes atualmente, julgamos válido estudar algumas propriedades mecânicas dos cimentos de ionômero de vidro convencional e modificado por resina fotoativada, nos diferentes tempos de armazenagem.

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

Em 1971, no laboratório de Química Governamental de Londres, WILSON & KENT<sup>36</sup> desenvolveram um novo material, que foi denominado de cimento de ionômero de vidro, onde os autores combinaram as propriedades de resistência e liberação de flúor do pó vítreo do cimento de silicato dental, com a biocompatibilidade e a adesividade apresentadas pelo ácido poliacrílico, utilizado na composição do cimento de poliacrilato de zinco.

WILSON & KENT<sup>37</sup>, em 1972, registraram o desenvolvimento de um novo cimento, denominado ionômero de vidro. Este cimento era baseado na reação de ions lixiviáveis de partículas vítreas de alumino-silicato e uma solução de ácido poliacrílico ou polímeros e copolímeros de ácido acrílico denominado comercialmente como ASPA (alumino-silicato-poliacrílico). Segundo os autores este material apresentava certas vantagens quando comparado ao cimento de silicato, tais como: resistência à compressão comparável ao cimento de silicato, maior resistência à tração e menor solubilidade em ácidos fracos e com a vantagem adicional da utilização do ácido poliacrílico, que é menos tóxico que o ácido fosfórico usado para reagir com o pó do cimento de silicato. Além disso foi conferido teoricamente ao cimento de ionômero de vidro melhores propriedades físicas e químicas. Era indicado para restaurações em dentes anteriores, cáries por erosão, cimentações e forramento cavitário.

KENT et al.<sup>17</sup>, em 1973, analisaram algumas propriedades do cimento de ionômero de vidro do tipo II (ASPA), tais como resistência à compressão, solubilidade, tempo de presa, consistência e desintegração, comparando-as com as dos cimentos de silicato, poliacrilato de zinco, fosfato de zinco e óxido de zinco e eugenol. As amostras de todos os cimentos utilizados para a análise das propriedades citadas foram confeccionadas em ambiente com temperatura e umidade relativa do ar controladas ( $23 \pm 1^\circ\text{C}$  e  $50 \pm 2\%$ ), e de acordo com as instruções dos fabricantes todos os cimentos foram preparados na mesma consistência, ou seja, aquela utilizada para restaurações. Os testes de resistência à compressão e tração foram realizados após os períodos de armazenagem de 24 horas e 7 dias, e a solubilidade foi determinada pela pesagem das amostras dos cimentos antes e depois de ficarem imersas em água. Testes adicionais foram realizados para avaliar o efeito das condições ácidas e aquosas sobre a superfície do cimento de ionômero de vidro e do cimento de silicato. Os autores observaram que os valores de resistência à compressão foram semelhantes aos valores encontrados para o cimento de silicato, porém, em algumas das outras propriedades analisadas, como resistência à tração diametral e

translucidez, os valores do cimento de ionômero de vidro foram superiores aos outros cimentos que usam o ácido fosfórico em sua composição. Porém nos testes de solubilidade e erosão, os resultados foram melhores para o cimento de ionômero de vidro, quando comparados aos valores obtidos para o cimento de silicato. Portanto, os autores concluíram que em condições ácidas, o cimento de ionômero de vidro foi menos solúvel que o cimento de silicato em 24 horas e 7 dias de armazenagem.

Em 1974, CRISP & WILSON<sup>12</sup> analisaram os íons solúveis em água dos cimentos de ionômero de vidro, através dos métodos de condutância elétrica e análise química. A medida da condutância elétrica indica o número de íons solubilizados e sua mobilidade no cimento. Para a realização da análise química, após o cimento ser misturado foi envolvido por um filme de polietileno para prevenir a perda de umidade, sendo estocado à temperatura de 20°C. Após decorrido o tempo exigido, o cimento foi triturado e passado em tamis com malha de 0,09 mm, sendo removido com 3 porções de 10 ml de água destilada e centrifugado por 1, 5 e 15 minutos respectivamente. Em seguida uma quarta porção de água foi adicionada à mistura e deixada assentar durante uma noite. Para a condutância elétrica, o cimento foi preparado, colocado em uma célula especialmente desenhada e avaliado de acordo com a variação de tempo de 3 minutos a 3 meses. Neste estudo concluiu-se que na primeira fase da reação de presa, os íons liberados da partícula de vidro precipitavam para formar a matriz geleificada. A união dos íons metálicos ao poliânion talvez fosse formada por pontes iônicas intermoleculares. Os íons cálcio reagiam com o ácido poliacrílico nos primeiros minutos. Fluoretos e fosfatos competiam com o poliânion para formar sais insolúveis e complexos, formando a sílica gel. A resistência e a insolubilidade dessa matriz formada foi o resultado da união covalente entre as cadeias do polímero e a ligação cruzada promovida pela ponte iônica.

CRISP et al.<sup>14</sup>, em 1974, analisaram a reação entre a solução de ácido poliacrílico e os vidros de alumino-silicato do cimento de ionômero de vidro ASPA I, através de técnicas de condutância elétrica e espectrometria por infravermelho. Estas técnicas indicam o número de íons e sua mobilidade no cimento. Na fase inicial da reação ocorre o ataque ácido sobre as partículas de vidro liberando os íons metálicos para a solução. O íon de cálcio é liberado mais rapidamente, pois possui uma velocidade de difusão mais baixa e carga iônica trivalente, depois ocorre a liberação do íon alumínio. Numa segunda fase ocorre o processo de precipitação, com reação entre os íons metálicos e os grupos carboxílicos do ácido promovendo ligações cruzadas entre as cadeias do políácido. Estas ligações são inicialmente realizadas pelo cálcio, num estágio em que a viscosidade da mistura está aumentada, sendo responsável pela presa inicial. Em seguida, as ligações cruzadas são predominadas pelo alumínio em forma de íons trivalentes que

produzem ligações mais estáveis, conferindo ao cimento melhores propriedades mecânicas e químicas. A terceira e última fase envolve reações de longa duração e a difusão de íons por um longo período. Dessa forma os autores demonstraram que na formação do cimento de ionômero de vidro, o pó de alumínio-silicato é degradado a um gel silícico e são formados sais de cálcio e sódio. O sal de cálcio formado inicialmente é responsável pela geleificação e presa inicial e o sal de alumínio, formado posteriormente é responsável pela presa final. A diferença na proporção de formação do sal é explicado pela baixa mobilidade do íon de alumínio devido à conseqüente hidratação, morfologia dos cátions na superfície do vidro e às exigências para a ligação cruzada dos íons  $Al^{+3}$ . Observou-se também que alguns grupos carboxílicos permaneciam sem reagir, provavelmente por serem inacessíveis e também porque a cadeia poliacrílica é ionizada e o hidrogênio remanescente torna-se unido por forças eletrostáticas, ocorrendo diminuição na função acidificante.

Em 1975, CRISP et al.<sup>13</sup>, analisaram as propriedades de consistência, tempo de presa, resistência à compressão, solubilidade, desintegração, tempo de trabalho, tração diametral, dureza Vickers e opacidade do cimento de ionômero de vidro ASPA (I, II, III, IV) de acordo com as especificações do Padrão Britânico para os cimentos de silicato e silico-fosfato. De acordo com os autores, as modificações ocorridas na formulação do cimento de ionômero de vidro ASPA, tentaram melhorar a manipulação e as propriedades de presa. O pó do cimento foi obtido através de uma mistura de sílica, alumina, fluoretos de sódio, cálcio, alumínio e fosfatos fundidos à temperatura de 1000 a 1300°C, obtendo partículas vítreas de até 45 µm. Para cada variável do cimento ASPA (I,II,III,IV) foi preparada uma solução aquosa de ácido poliacrílico. Para o cimento ASPA I, foi utilizado uma solução aquosa com 50% de ácido poliacrílico, para ASPA II, foi adicionado um ácido quelante (ácido tartárico) à solução polieletrólítica; para ASPA III, foi adicionado metanol, para diminuir a geleificação através da redução do número de grupos carboxílicos dos ácidos; e, para o ASPA IV, o líquido foi preparado com um copolímero do ácido polialcenóico de ácidos acrílicos e itacônicos. Para o teste de tempo de trabalho, os autores utilizaram uma agulha de Gillmore, em ambiente de trabalho com temperatura e umidade relativa controladas (21°C e 50%). Amostras com 4 mm de comprimento por 8 mm de diâmetro foram confeccionadas e submetidas aos testes de resistências à compressão e tração diametral, e amostras com 20 mm de diâmetro por 1,5 mm de espessura foram submetidas ao teste de dureza Vickers, utilizando uma ponta de diamante com carga de 300 gramas por 5 segundos, ensaiadas 15 minutos após o início da mistura. Os resultados demonstraram que o cimento ASPA I apresentou maior tempo de presa e menor dureza, o que foi atribuído à ausência do ácido tartárico. A consistência e as características de manipulação do cimento ASPA IV foram diferentes das outras formulações. A resistência e solubilidade das várias formulações não foram

significativamente diferentes, com exceção do ASPA III, que apresentou-se significativamente mais frágil. Os valores obtidos para a opacidade foram maiores do que o valor máximo especificado para o cimento de silicato. As propriedades do cimento de ionômero de vidro ASPA foram influenciadas pela natureza do líquido polieletrólítico, onde a incorporação do ácido tartárico ao poliácido aumentou a velocidade de presa sem afetar o tempo de trabalho. A substituição do homopolímero de ácido acrílico por um copolímero de ácido acrílico/itacônico, que apresenta menor viscosidade quando em solução aquosa, prolongou o tempo de trabalho. Além disso, este líquido por ser estável na concentração de 50 %, não geleificando como o homopolímero do ácido acrílico.

CRISP et al.<sup>9</sup>, em 1976a, analisaram a relação entre a proporção pó/líquido e as propriedades físicas (consistência, tempo de presa, resistência à compressão, dureza e solubilidade) de 4 tipos de cimentos de ionômero de vidro, conhecidos comercialmente como ASPA (I,II,III,IV). Neste estudo a aglutinação do pó ao líquido dos cimentos foi realizada à temperatura controlada de 21°C e 50 % de umidade relativa, variando-se a proporção pó/líquido (g/ml). Todas as variações do cimento ASPA empregaram o pó baseado no vidro de alumínio silicato G200 com tamanho de partícula de 45 µm . Somente duas proporções pó/líquido diferentes foram analisadas, e após a aglutinação do pó ao líquido foram mantidas em água ou parafina para a medida da resistência à compressão. A determinação de todas as propriedades foram realizadas de acordo com o Padrão Britânico BS 3365. Dentre as propriedades ensaiadas, a microdureza superficial foi medida por meio de um microdurômetro Wallace, com ponta de diamante Vickers. Os resultados demonstraram que aumentando-se a proporção pó/líquido, houve um aumento na consistência da mistura e na velocidade da reação de presa para todos os cimentos. A resistência à compressão, dureza superficial e resistência à solubilidade foram maiores para as amostras dos cimentos ASPA III e IV. Segundo os autores, os cimentos de ionômero de vidro para restaurações deveriam ser aglutinados com altas proporções pó/líquido, o que proporcionariam uma massa de rápida geleificação, alta resistência à compressão e maior resistência ao efeito da umidade do meio bucal, embora, apresentassem a desvantagem da redução no tempo de trabalho, porém este fato dependeria das condições clínicas requeridas.

CRISP & WILSON<sup>11</sup>, em 1976, analisaram o efeito da incorporação do ácido tartárico ao líquido do cimento de ionômero de vidro, sobre a reação do cimento ASPA. Os autores estudaram os estágios da reação do cimento durante um período de 24 horas através da técnica de reflectância total atenuada (RTA) de espectroscopia de grupos COOH em grupos COO<sup>-</sup> e a formação de sílica gel. Um método químico também foi usado para seguir as variações, associadas à concentração de espécies iônicas solúveis presentes no cimento geleificado. O pó



do cimento utilizado foi um vidro de íons lixiviáveis designado G200, com tamanho de partículas de 45 µm. A solução de ácido poliacrílico foi preparada na concentração de 50 % v/v à vácuo (líquido I para o cimento ASPA I). Ao líquido I, foi adicionado o ácido tartárico (5 % v/v), apresentando na composição final 47,5 % v/v de ácido poliacrílico e 5 % v/v de ácido tartárico, chamando-se de líquido II para o cimento ASPA II. A proporção utilizada para a confecção das amostras foi de 3g de pó para 1ml de líquido e a aglutinação do pó ao líquido foi realizada a temperatura de 23°C. Uma quantia de pó foi diluída na proporção de 1:100 e agitada nas soluções dos líquidos I e II. As suspensões foram centrifugadas e as concentrações de Al, Ca, Na, F e fosfato foram determinadas pelo método químico. O cimento foi estudado através de um espectroscópio infravermelho. Os resultados demonstraram que a reação de presa do cimento ASPA II foi essencialmente a mesma do cimento ASPA I. O vidro de alumino-silicato de cálcio foi parcialmente decomposto pelo ataque ácido em sílica gel, enquanto os íons de Ca e Al liberados unem-se para formar a cadeia de poliacrilato. A principal diferença encontrada entre as duas variações está na evolução da taxa da reação. O ácido tartárico, incorporado facilita a extração de íons do pó de vítreo, ocorrendo, maior concentração de cátions para reagir com os poliânions e subsequente aumento na velocidade de geleificação. O tempo de trabalho não foi afetado, presumindo-se que a formação de complexos evitam a união prematura dos cátions para formar a cadeia de poliacrilato.

Em 1976b, CRISP et al.<sup>10</sup>, analisaram a resistência à compressão e a microdureza superficial de três variações do cimento de ionômero de vidro ASPA G200, denominadas de ASPA II, III e IV nos períodos de armazenagem de 15 minutos, 1 hora, 24 horas até decorrer 1 ano e comparadas com o cimento de silicato e cimento de policarboxilato de zinco. As amostras destes materiais foram confeccionadas em temperatura controlada de 21°C e 50 % de umidade relativa do ar, em forma de disco com 20 mm de diâmetro por 1,5 mm de espessura, e armazenadas em estufa a 37°C. Após decorrido 3 minutos do início da mistura foram removidas e submetidas ao ensaio de microdureza superficial proposto. As medidas iniciais de microdureza superficial foram feitas nos períodos de 15 minutos e 1 hora, através de um microdurômetro Wallace. Uma média de três leituras foram feitas em amostras separadas, para os dois tempos propostos. Os valores obtidos pela penetração Wallace foram convertidos em número de microdureza Woxen (WHN). Amostras para o ensaio de resistência à compressão foram preparadas em matrizes cilíndricas com 6 mm de diâmetro por 12 mm de comprimento e armazenadas a 37°C por 1 hora até o primeiro ensaio, de acordo com o padrão Britânico BS 3365/1. As amostras que foram confeccionadas para serem medidas após 1 hora até o período de 1 ano foram armazenadas em água ou parafina líquida não volátil. Atráves deste estudo, conclui-se que a microdureza

superficial dos cimentos analisados estava quase completamente desenvolvida no período de 24 horas, aumentando levemente após o período de 1 ano. Com relação à resistência à compressão, os cimentos ionoméricos tiveram seus valores aumentados sensivelmente após 24 horas e tenderam a atingir seu valor máximo após 1 ano, quando armazenados em água. A armazenagem das amostras em parafina aumentou a resistência à compressão. Este comportamento foi atribuído à remoção de alguns cátions metálicos das amostras, quando estas foram estocadas em água, com conseqüente redução do potencial de formação de ligações cruzadas.

CRISP et al.<sup>8</sup>, em 1977, analisaram o efeito da variação da concentração do poliácido do líquido do cimento de ionômero de vidro sobre suas propriedades físicas. Realizaram testes de consistência, tempo de presa, resistência à compressão e à tração, solubilidade e desintegração de acordo com o Padrão Britânico BS 3365/1. O pó vítreo utilizado foi baseado no alumínio-silicato de vidro (G 200) e o líquido foi derivado daquele usado na formulação do cimento ASPA IV. Os cimentos foram misturados usando uma conhecida proporção pó/líquido, para obter a mesma consistência de um disco com diâmetro de  $28 \pm 1$  mm, variando apenas as concentrações do poliácido e do ácido tartárico. A aglutinação do pó ao líquido foi realizada à temperatura de 21°C e 50 % de umidade relativa. Os autores concluíram que não houve efeito na consistência e no tempo de trabalho quando a concentração do poliácido estava abaixo de 38 % em peso, porém, acima deste valor houve um aumento na viscosidade e uma diminuição do tempo de trabalho, sendo necessário a redução da proporção pó/líquido para que a mesma consistência do cimento se mantivesse. Ocorreu uma diminuição no tempo de presa com o aumento da concentração do poliácido até 38 % (peso/peso). Quando esta concentração foi aumentada de 38 para 43 % (peso/peso), a viscosidade do líquido aumentou retardando a reação e conseqüentemente aumentando o tempo de presa. Quando a concentração do poliácido aumentou de 43 para 48 % (peso/peso), houve uma redução no tempo de presa, que pode ser explicada pela ação do volume da massa, a despeito da diminuição da proporção pó/líquido. Houve um aumento das resistências à compressão e tração com o aumento da concentração do poliácido. A solubilidade e a desintegração para os cimentos preparados com altas concentrações também diminuiu com o aumento da concentração do poliácido. Para manter a mesma consistência do cimento, com concentrações acima de 38 % em peso, foi necessário reduzir a proporção pó/líquido, devido à dificuldade de manipulação, porém, o tempo de trabalho e o tempo de presa aumentaram. Esse aumento na concentração do líquido, com conseqüente redução na proporção pó/líquido, promoveu um aumento linear na resistência à compressão, diminuindo a solubilidade e desintegração.

BARRY et al.<sup>3</sup>, em 1979, descreveram a microestrutura e a microcomposição do vidro G 200 e do cimento formado pela mistura deste vidro com a solução aquosa do ácido poliacrílico.

Foram obtidos lotes do vidro através da fundição dos seguintes componentes:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ,  $\text{AlF}_3$ , e  $\text{AlPO}_4$  em proporções pré-determinadas à uma temperatura que variou de  $1150^\circ\text{C}$  a  $1300^\circ\text{C}$  durante 75 minutos. Com este procedimento foi obtido um pó vítreo com partículas de  $40\ \mu\text{m}$ . O líquido do cimento foi uma solução aquosa de 50 % de ácido poliacrílico. O pó e o líquido foram aglutinados na proporção de 4 g de pó para 1 ml de líquido e as amostras confeccionadas foram observadas em microscopia de luz incidente e microscopia eletrônica de transmissão. Um microscópio eletrônico de varredura adaptado com um analisador de energia dispersiva de Rx também foi usado para análise quantitativa dos componentes do vidro e do cimento aglutinado. Os autores concluíram que durante o resfriamento da massa vítrea notava-se a presença de regiões circunscritas, semelhantes a gotas, ricas em cálcio e fluoretos apresentando-se ou de maneira totalmente amorfa, ou totalmente cristalina (presença de fluoretos), ou amorfa com núcleo cristalino, onde o tamanho e o grau de cristalização destas regiões dependia da temperatura e do tempo de fusão do vidro. O ácido atacava a parte não cristalina dessas gotas, o que demonstrava a diferença quantitativa no desenvolvimento da reação de presa nas diferentes obtenções do pó para o cimento. A zona externa não cristalina das gotas eram ricas em cálcio o que explicava o lixiviamento preferencial e a liberação deste componente nos primeiros estágios da reação. O processo vagaroso de geleificação dependia da velocidade de ataque na fase de liberação do alumino-silicato. O vidro preparado a  $1.300^\circ\text{C}$  apresentava maior conteúdo de alumina e perdia fluoretos. A composição do cimento, tendo influência da temperatura de obtenção do vidro, afetava as características de presa e o processo de geleificação.

A especificação nº 9 da ASSOCIAÇÃO DENTAL AMERICANA<sup>1</sup> para cimento de silicato dental, publicada em 1981, padronizou as amostras para o ensaio de resistência à compressão, com forma cilíndrica de 12 mm de altura por 6 mm de diâmetro, apresentando bases planas e paralelas entre si e em ângulo reto com o longo eixo do cilindro. A matriz para obtenção da amostra deve ser confeccionada com um material compatível com o cimento. A matriz deve ficar apoiada sobre uma placa de vidro e preenchida com o cimento em uma consistência padrão, após três minutos do início da mistura, uma segunda placa de vidro deve ser colocada para prensagem do material. A aglutinação do pó ao líquido deve ser realizada à temperatura ambiente e o conjunto (matriz-cimento-placa de vidro) transferido para uma atmosfera de 100 % de umidade relativa a  $37^\circ\text{C}$ . As amostras devem ser removidas da matriz e imersas em água destilada a  $37^\circ\text{C}$ . O tempo mínimo entre o início da mistura e o momento do ensaio deve ser de 24 horas. As amostras devem ser submetidas à carga de compressão à uma velocidade de  $225 \pm 50\ \text{Kg/minuto}$ . A força de compressão deve ser a média de no mínimo três amostras de um lote de cinco. A variação no valor da medida de compressão não deve ser

superior a 15 % da média registrada das 5 amostras. No caso da variação acontecer em mais de 2 amostras, o ensaio deverá ser repetido com um novo lote de 5 amostras.

O trabalho realizado por MOUNT & MAKINSON<sup>24</sup>, em 1982, demonstrou que o cimento de ionômero de vidro apresentava uma reação de presa longa, necessitando de proteção superficial após a sua inserção, para evitar o contato com a umidade e com o ar durante a primeira hora do início da mistura, o que garantiria as propriedades de resistência. Para que os autores chegassem a esta conclusão foram confeccionadas amostras de cimentos ionoméricos do tipo II restauradores com 5 mm de diâmetro por 1,5 mm de espessura, onde um grupo de amostras foi protegido com uma película de verniz ou protegido por uma tira matriz. Decorridos os períodos de 10, 20 e 40 minutos do início da aglutinação do pó ao líquido, as amostras foram colocadas em contato com a água e após 24 horas foram submetidas ao ensaio de microdureza superficial. Outro grupo foi exposto ao ar após o período de 10 minutos e em seguida imerso em água por 48 horas. Os resultados demonstraram que os cimentos de ionômero de vidro podem sofrer alterações devido ao contato com a umidade ou com o ar, durante os primeiros 60 minutos após a aglutinação do pó ao líquido, necessitando, portanto, de uma proteção superficial contra a hidratação ou desidratação. Os pesquisadores recomendaram não utilizar os vernizes à base de Copal, manteiga de cacau e vaselina porque são ineficazes. O acabamento e polimento das restaurações deveria ser realizado após decorrido o período de 24 horas.

PIZZORNO & RIBAS<sup>28</sup>, em 1984, avaliaram a solubilidade e a desintegração do cimento de ionômero de vidro (ASPA, Caulk) em diferentes meios de imersão. Oito amostras em forma de disco com 20 mm de diâmetro foram confeccionadas e submetidas ao teste gravimétrico. A porcentagem de desintegração foi calculada através da diferença do peso final e inicial dos frascos que continham as soluções eluídas. Segundo os autores, a desintegração em meio ácido foi maior para o cimento de ionômero de vidro tanto em ácido acético quanto em ácido láctico, porém o ácido láctico produziu maior desintegração do que o ácido acético. Quando o cimento de ionômero de vidro foi colocado em água, os resultados demonstraram menor solubilidade, porém, quando colocado em solução de hidróxido de sódio, o cimento de ionômero de vidro demonstrou ser mais solúvel, devido à ação de bloqueio dos íons sódio que se combinam com os grupos ácidos remanescentes, impedindo a combinação dos íons de cálcio e alumínio, provocando uma interrupção do processo de reação de presa.

Em 1985, PHILLIPS & BISHOP<sup>31</sup> avaliaram "in vitro" o efeito da umidade e o potencial de polimento sobre a superfície de restaurações confeccionadas com cimentos ionoméricos. Foram confeccionadas três amostras de três marcas comerciais de cimentos de ionômero de vidro do tipo II (FUJI IONOMER TYPE II, ASPA, KETAC), com 5mm de diâmetro por 3 mm

de profundidade, onde foram proporcionados e espatulados de acordo com as instruções dos fabricantes. A contaminação pela umidade foi verificada em oito períodos de armazenagem (5, 10, 15, 20, 30, 60, 120 e 240 minutos), após o início da espatulação. Em seguida, as amostras foram mantidas à temperatura ambiente de 37°C, cobertas com tiras mylar e então imersas em uma solução de 0,9% de cloreto de potássio a 37°C, por 24 horas. Em seguida foram examinadas a olho nú, num estereó microscópio e num calorímetro. Para melhorar a visualização das fendas que pudessem ocorrer, as amostras foram colocadas em uma solução aquosa de fuccina básica. Para avaliar o potencial de polimento, as amostras ficaram imersas na solução de cloreto de potássio (0,9%) a 37°C, por um período de tempo que variou de 10 minutos a 28 dias. Os resultados demonstraram que os três materiais tiveram comportamento distinto sob influência do tempo de armazenagem onde, em contato com a umidade, apresentaram uma superfície branca semelhante a giz e uma certa rugosidade superficial. Os resultados também mostraram a presença de fendas quando o material sofreu ressecamento pelo polimento, sendo este fato variável em função do tempo de armazenagem.

Em 1985, COHEN & SCHULMAN<sup>7</sup> publicaram um artigo na tentativa de esclarecer algumas vantagens e desvantagens dos cimentos de ionômero de vidro. O pó do cimento de ionômero de vidro apresenta algumas semelhanças com outros cimentos por ser composto por um vidro de alumínio-silicato, semelhante ao pó do cimento de silicato e o líquido, de uma solução aquosa de ácido poliacrílico, usado pelo cimento de policarboxilato de zinco. Dois grandes problemas dos cimentos ionoméricos eram a viscosidade excessiva do líquido, dificultando a manipulação do material e a tendência de espessar-se com o tempo, tornando o proporcionamento e a aglutinação mais crítica. O fabricante resolveu este problema substituindo o líquido por copolímeros menos viscosos ou incorporando o ácido poliacrílico ao pó (cimento anidro), onde este pó era misturado com água ou uma solução de ácido tartárico. Isto resultou em cimentos mais fáceis de manipulação e proporcionamento, maior tempo de trabalho, tempo de presa diminuído, maior translucidez, menor espessura de película, resistência adequada e propriedades compatíveis com as recomendações das especificações da A.D.A. Como resultado da reação, o cimento apresentava boa resistência, baixa solubilidade no ambiente oral, adesão à estrutura dental e liberação de flúor. O cimento nos primeiros estágios da reação deveria ser protegido contra a umidade, porque o gel do polissal de cálcio solúvel é formado antes do poliacrilato de alumínio, mais resistente e insolúvel.

BARATIERI et al.<sup>2</sup>, em 1986, fizeram algumas considerações sobre a composição, reação de presa, tipos e algumas das principais características dos cimentos de ionômero de vidro. Estes materiais apresentam um comprovado potencial de adesão por meios físicos-químicos ao esmalte e a dentina, o que possibilitava uma considerável economia de tecido dental sadio, apresentavam melhor compatibilidade biológica que outros cimentos e forneciam uma

comprovada liberação de flúor à estrutura dental adjacente. O líquido do cimento de ionômero de vidro além de conter ácido acrílico e ácido itacônico, também contém uma pequena quantidade de ácido tartárico, na proporção de 5 %. O ácido itacônico reduz a viscosidade do líquido e também o torna mais resistente ao congelamento. O ácido tartárico melhora o tempo de trabalho e estabelece as características do cimento. O pó é um vidro de alumínio-silicato preparado com fluoretos. Contém uma maior proporção de óxido de alumínio, óxido de silício e fluoretos, sendo conseqüentemente mais básico que o vidro usado para o pó do cimento de silicato. Apresentam uma reação de presa prolongada que acontece em vários estágios simultâneos, onde os íons metálicos ( $\text{Ca}^{+2}$  e  $\text{Al}^{+3}$ ) são extraídos das partículas de vidro e formam sais insolúveis que levam à geleificação. Nos primeiros estágios a presença de ligações cruzadas, principalmente dos íons de cálcio, resulta em um material de baixa resistência e rigidez e alta plasticidade. É neste momento que o material pode ser afetado pela umidade devido à alta sensibilidade do poliacrilato de cálcio à água. Os íons de alumínio parecem combinar-se com grupos carboxílicos específicos de tal modo que, depois de um período de tempo decorrido, há uma melhora na resistência e na rigidez e também uma maior resistência à deformação plástica. A reação do cimento é essencialmente ácido-base, resultando em um sal hidratado, onde nos primeiros cinco minutos um gel de policarboxilato de cálcio é formado, permitindo a adesão inicial à estrutura dentária, e nas 24 horas seguintes um gel de policarboxilato de alumínio é formado, possibilitando que esta adesão seja maturada. Uma superfície dura e resistente aos ácidos será produzida depois que o policarboxilato de alumínio estiver formado.

Em 1986, EARL & IBBETSON<sup>16</sup> verificaram "in vivo" a efetividade dos vernizes cavitários utilizados para proteger restaurações de cimento de ionômero de vidro do contato prematuro com a umidade. Neste estudo o cimento de ionômero de vidro foi preparado de acordo com as instruções dos fabricantes e, em seguida, colocados no interior de tubos de aço inoxidável medindo 0,5 mm de diâmetro por 8 mm de comprimento. As amostras do grupo controle permaneceram expostas ao ar por 24 horas, enquanto que os grupos experimentais apenas 5 minutos, antes de serem inseridas em tubos fixados aos dentes. Um grupo foi protegido com duas camadas de verniz, outro com duas camadas de esmalte para unha e o grupo controle permaneceu sem aplicação de verniz. As amostras foram colocadas em molares de adultos e permaneceram "in situ" por seis meses. Em seguida, as amostras foram montadas em resina epóxica, cortadas longitudinalmente e polidas com pasta de granulação de 6 $\mu\text{m}$  e 1 $\mu\text{m}$ . A perda de material das extremidades das amostras foram medidas com um estereomicroscópio e analisadas por energia dispersiva de Raio X. Os resultados demonstraram que as amostras colocadas prematuramente em contato com a cavidade oral mostraram grande perda de material. As amostras protegidas com esmalte para unha demonstraram menor perda de material em

relação às não protegidas ou àquelas cobertas com verniz. De acordo com os autores, os vernizes de natureza hidrofóbica, podem fornecer uma cobertura à prova da água, permitindo uma maturação suficiente dos cimentos antes de que fossem expostos ao meio bucal.

Uma revisão sobre a história e o desenvolvimento dos cimentos de ionômero de vidro de 1960 até 1986 foi realizada por WALLS<sup>33</sup>. O autor descreveu que a reação de presa do cimento podia ser dividida em duas fases: sendo a primeira a fase de dissolução, onde nesta etapa as partículas de vidro eram atacadas pelo ácido poliacrílico liberando íons de cálcio, alumínio e fluoretos; e a segunda chamada de fase de geleificação onde ocorria as ligações cruzadas entre as cadeias de poliácidos levando à formação da matriz. A estrutura do cimento após completada a presa era constituída de partículas de vidro não atacadas pelo ácido, circundadas por um gel de sílica, unidas por uma matriz de ligações cruzadas entre as moléculas de poliácido. O conteúdo de água era de extrema importância para a reação de presa. Um problema de grande importância era a susceptibilidade à dissecação ou contaminação do material pela umidade, necessitando do uso do lençol de borracha no momento da restauração, seguida de uma proteção superficial. Com relação à solubilidade e erosão, de acordo com o Padrão Britânico, especificação BS 3365 relatada pelo autor, o cimento de ionômero de vidro ASPA IV apresentava valores de erosão em água de 0,4 %. Em condições ácidas o cimento sofreu perda de todos os íons da matriz para a solução de erosão e a severidade da erosão dependeu do pH da solução e da constante de estabilidade dos complexos formados entre o alumínio e ou o cálcio e dos ânions ácidos.

MARTINS et al.<sup>23</sup>, em 1987, descreveram as indicações e contra-indicações dos cimentos ionoméricos, bem como as técnicas utilizadas para aplicação clínica destes materiais. Segundo os autores, o pó do cimento de ionômero de vidro constituía-se de óxido de silício, alumina, fluorita, criolita, fluoreto de alumínio e fosfato de alumínio. O líquido possuía basicamente persulfato de amônia, ácido acrílico, propano e água destilada e a sua presa era essencialmente uma reação ácido-base. Algumas marcas comerciais de cimento de ionômero de vidro apresentam no líquido o ácido polimaléico em substituição ao ácido poliacrílico. A principal desvantagem do cimento era a dificuldade de manipulação e a longa reação de presa. As formulações com o sistema anidro, no qual o pó é misturado com água destilada ou solução de ácido tartárico, simplificava este aspecto e promovia uma rápida reação de presa. O cimento ionomérico, possuía como uma de suas mais edificantes propriedades a adesão à estrutura dentária e a liberação de íons flúor para o elemento dentário adjacente, onde esta liberação abrangia inclusive áreas mais distantes. Era considerado um material estético podendo ser aplicado em áreas sujeitas à esforços

mastigatórios de baixa intensidade, biologicamente mais compatíveis com o órgão pulpar que os demais cimentos, e possuíam adesividade à estrutura dentária.

OILO<sup>27</sup>, em 1988, analisou as propriedades físicas e químicas de cimentos de ionômero de vidro restauradores. Neste estudo, a estrutura das partículas do pó dos cimentos de ionômero de vidro foram analisadas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). A solubilidade dos cimentos foi comparada pela imersão de amostras confeccionadas em forma de discos com 20 mm de diâmetro por 1 mm de espessura, em água destilada 1 hora após o início da mistura. A dissolução foi quantificada através da medida da condutividade da água após 23 horas de armazenagem a 37°C. De acordo com os resultados, o valor de resistência à compressão dos cimentos de ionômero de vidro estudados foi maior que os demais tipos de cimentos, o mesmo ocorrendo com o tempo de trabalho e de presa.

McLEAN<sup>21</sup>, em 1988, descreveu a reação de geleificação dos cimentos de ionômero de vidro e suas aplicações clínicas como material restaurador no tratamento de lesões cariosas iniciais. As restaurações realizadas com este material apresentam a vantagem de liberação de ions flúor e adesão à estrutura dental, proporcionando uma ação anticariogênica. Porém, o cimento de ionômero de vidro apresentava uma desvantagem que devia ser observada cuidadosamente, ou seja, durante a sua reação de geleificação, o cimento era altamente influenciado pelo contato com a umidade ou com o ar, diminuindo consideravelmente as suas propriedades físicas e químicas. Este problema podia ser eliminado através do uso do isolamento absoluto durante a confecção da restauração, o que eliminava o contato do material com a saliva. Após terminada a inserção do material na cavidade, devia-se proteger a superfície da restauração com uma camada de resina composta fotopolimerizável, sem carga, o que evitaria a perda de água do cimento para o meio ambiente. De acordo com o autor, os cimentos ionoméricos foram classificados de acordo com a sua composição, em convencionais, sendo aqueles em que o pó era composto por partículas vítreas de flúor-alumínio-silicato e o líquido era uma solução de ácido poliacrílico; cimentos anidros, onde o ácido poliacrílico era desidratado à vácuo e incorporado ao pó, passando o líquido a ser composto apenas por água destilada; e, os cimentos conhecidos como Cermet, onde partículas de prata eram incorporadas ao pó, produzindo um material com maior resistência. Depois da introdução do cimento de presa rápida, outra classificação foi feita de acordo com as suas indicações em: Tipo I, indicado como agente de cimentação; Tipo II, para restaurações estéticas em geral; Tipo II-b (Cermet), para restaurações sem envolvimento estético; e, Tipo III, utilizado como selante de cicatrículas e fissuras e como material de base.



ZYTKIEVITZ & PIAZZA<sup>39</sup>, em 1988, fizeram um trabalho de atualização

sobre cimento de ionômero de vidro. O pó continha óxido de silício (29 %); óxido de alumínio (16,6 %), fluoreto de sódio (3 %); fluoreto de cálcio (34,3 %); fluoreto de alumínio (7,3 %) e fosfato de alumínio (9,9 %). O líquido consistia de uma solução aquosa de ácido poliacrílico (40-50 %); ácido itacônico e ácido tartárico. O ácido itacônico reduzia a viscosidade do líquido, tornando-o mais resistente ao congelamento. O ácido tartárico, aumentava o grau de endurecimento pós presa, sem afetar o tempo de trabalho. Em alguns produtos o ácido poliacrílico era substituído pelo ácido polimaléico, porém alguns estudos mostravam que os cimentos baseados no ácido poliacrílico pareciam ser menos solúveis e mais resistentes à erosão do que aqueles baseados no ácido polimaléico. O componente original do líquido, o ácido poliacrílico, foi liofilizado, seco à vácuo e incorporado ao pó, e o líquido passou a ser somente a água destilada. O ácido itacônico também foi removido da composição, já que este era menos efetivo em termos de adesão eliminando o risco do aumento da acidez do cimento, devido a um proporcionamento incorreto. Neste sistema, conseguia-se uma relação pó/líquido mais precisa e melhores propriedades do cimento após a presa. Os cimentos fotopolimerizáveis eram cimentos que continham fluorapatita e elementos resinosos. Como os outros cimentos ionoméricos estes também eram adesivos e continham flúor, que começavam a ser liberados tão logo fôssem inseridos na cavidade. O tempo de presa do cimento de ionômero de vidro do tipo II era em média de 4 a 5 minutos. As vantagens de todos os tipos de cimentos ionoméricos eram a biocompatibilidade, adesão físico-química a estrutura dental, resistência ao ataque ácido e ao manchamento e ação anticariogênica e cariostática e as desvantagens eram a falta de translucidez, estética deficiente, baixa resistência, sinérese e embebição e a falta de radiopacidade (exceto para aqueles cimentos que continham prata e para os cimentos fotopolimerizáveis). Por tratar-se de um gel, onde parte do seu volume é ocupado pela água, estava sujeito ao efeito de sinérese e embebição. A dureza era inferior a do cimento de silicato (dureza Knoop 60). A solubilidade em água, por 24 horas oscilava entre 0,3 a 0,4 %, dependendo da relação pó/líquido. O pó quando dispensado em quantidade insuficiente aumentava marcadamente a solubilidade do cimento. Os valores de resistência à compressão para o cimento do tipo I era de 65 MPa e para o cimento do tipo II era de 125 MPa.

WILSON et al.<sup>38</sup>, em 1989, analisaram "in vitro" as propriedades físicas consideradas relevantes clinicamente do cimento de ionômero de vidro dependendo do peso molecular do poliácido e com o objetivo de entender o processo físico envolvido. Os ácidos poliacrílicos dos cimentos analisados foram secos por congelamento, fragmentados em partículas de 45 µm que foram codificados e seu peso molecular determinado por cromatografia do gel. O pó foi a composição vítrea comercialmente usada com tamanho de partículas abaixo de 41 µm. Para o

preparo do cimento ao pó foi adicionada uma solução aquosa de ácido tartárico. Duas formulações de cimento foram usadas, uma chamada de “baixa formulação”, com concentração em volume de 31 % de ácido poliacrílico e outra denominada “alta concentração”, com volume de ácido poliacrílico de 50 %. O cimento foi colocado em matrizes de aço inoxidável e então levados a uma estufa a 37°C por 60 minutos, para depois serem estocados em água a 37°C por  $23 \pm 2$  % de umidade relativa 1 hora antes dos testes. A velocidade de presa e o tempo de trabalho foram medidos por um reômetro oscilatório. A resistência à compressão foi obtida através de uma máquina de ensaio INSTRON, utilizando amostras cilíndricas de 4 mm de diâmetro por 6 mm de altura. A resistência à compressão aumentou com o aumento do peso molecular do ácido poliacrílico, porém não sendo dependente deste. O maior módulo de elasticidade encontrado com o maior conteúdo de vidro e ácido poliacrílico do cimento pode ser provavelmente atribuído ao aumento do número de ligações cruzadas formadas como resultado da maior concentração do poliácido e área superficial do vidro avaliada para a reação. Falhas e ou defeitos inerentes ao material foram analisados, pois podem alterar a resistência dos materiais. Segundo os autores, a resistência à compressão aumentou com o aumento do peso molecular do ácido poliacrílico, porém, não sendo seu dependente. Porém, a resistência à fratura e à dureza estariam fortemente dependentes do peso molecular do poliácido.

Em 1989, O'HARA et al.<sup>26</sup> analisaram a microdureza superficial de cimentos de ionômero de vidro indicados para base e forramento, quando protegidos com verniz cavitário. Foram confeccionadas amostras com 1 mm de espessura por 5 mm de diâmetro, com o material manipulado de acordo com as instruções dos fabricantes. Após 1 hora do início da mistura foram aplicadas duas camadas de verniz cavitário à base copal, segundo o uso clínico. Os testes de microdureza Knoop foram realizados em três locais diferentes na mesma amostra, cuja média determinava o número de dureza Knoop. Os resultados obtidos demonstraram que os cimentos de ionômero de vidro indicados para base e forramento, tratados com verniz cavitário apresentaram uma significativa redução no valor de dureza.

WILLIAMS & BILLINGTON<sup>35</sup>, em 1989, avaliaram os valores de resistência à compressão de cimentos de ionômero vidro restauradores, após os períodos de armazenagem de 30 minutos, 1 hora e 24 horas, tempos necessários para que a maioria dos cimentos restauradores obtenham resistência adequada aos esforços ocorridos no meio oral. Cinco amostras para cada intervalo de tempo e para cada material foram confeccionadas com 4 mm de diâmetro por 6 mm de comprimento, de acordo com o Padrão Britânico e mantidas à temperatura de 37°C até o momento do ensaio de resistência à compressão, em uma máquina de teste

INSTRON. Os autores concluíram que a resistência à compressão dos cimentos de ionômero de vidro restauradores tem aumentado, quando comparado com a resistência do amálgama, especificada no Padrão Britânico.

BRACKETT & JOHNSTON<sup>5</sup>, em 1989, analisaram a dureza superficial de cimentos ionoméricos restauradores, como sendo um indicador do tempo ideal para a realização do acabamento final das restaurações. Seis materiais restauradores foram testados nos períodos de armazenagem de 1 hora e 24 horas, contados após o início da mistura. Todos os materiais foram aglutinados de acordo com as instruções dos fabricantes e colocados em moldes cilíndricos com 2 mm de altura por 6 mm em diâmetro. As amostras foram seladas com uma fita plástica para evitar desidratação das restaurações. O número de dureza Knoop foi determinado por meio de um microdurômetro (Leco, model M-400) onde as penetrações foram feitas com carga de 10 gramas aplicada por 10 segundos. Entre os dois períodos de teste, as amostras ficaram armazenadas a 37°C e 100 % de umidade. De acordo com os autores, todos os materiais analisados poderiam ser submetidos ao processo de polimento com sucesso sem causar dano aparente ao material, após a dureza relativa ter alcançado cerca de 24 a 29 % do valor total.

Em 1990, foi publicado por PHILLIPS<sup>29</sup> um artigo a respeito do grande avanço ocorrido nos últimos anos com os materiais dentários e com os procedimentos restauradores. Um dos grandes avanços mencionados foi o desenvolvimento do cimento de ionômero de vidro que apresentava características inerentes, como adesividade ao esmalte e à dentina, biocompatibilidade, liberação de flúor, além de oferecer um efeito anticariogênico. Porém, admitia-se que existiam muitas dúvidas em relação ao material, devido aos diferentes tipos de cimentos ionoméricos encontrados no mercado e às diferentes características e variáveis de manipulação, que deviam ser melhor exploradas, para um efetivo desempenho clínico.

As características e a composição dos cimentos ionoméricos foram descritas por SMITH<sup>32</sup>, em 1990. Este cimento foi desenvolvido no início dos anos 70, tentando conjugar as propriedades de resistência, rigidez e liberação de flúor do cimento de silicato, com a biocompatibilidade e adesividade à estrutura dentária do cimento de policarboxilato. Desde o início, os pesquisadores vinham tentando aprimorar as propriedades deste cimento através de modificações no pó e no líquido. Uma desvantagem observada pelos pesquisadores foi a grande sensibilidade destes cimentos à umidade. Foram adicionados polímeros e monômeros ao pó, como o HEMA onde os sistemas de polimerização por luz visível foram incorporados. Neste

tipo de cimento de ionômero de vidro, verificou-se um mecanismo de presa dupla, ocorrendo uma reação química do tipo ácido-base do poliácido com o vidro e uma reação física de polimerização do componente resinoso, por luz visível. A estrutura destes cimentos reforçados com resina apresentam-se com uma interpenetração da cadeia polimérica na matriz do cimento, diminuindo o tempo de presa e a solubilidade, porém aumentando os valores de suas propriedades físicas. Um tempo de trabalho maior para o cimento e um decréscimo na sensibilidade à exposição a água pode ser obtido pelo esgotamento do cálcio das partículas de vidro pelo tratamento com ácido hidrocloreto. O vidro pode ser misturado ou fundido com o pó metálico como prata, ligas de prata, ouro, platina ou paládio, resultando em uma maior resistência ao desgaste que os vidros de cálcio. Quanto ao líquido além do uso dos copolímeros (ácido acrílico-ácido itacônico, ácido acrílico-ácido maleico e ácido acrílico 3 butano-ácido 123 tricarboxílico), foram introduzidos ácidos dicarboxílicos ou tricarboxílicos que previnem a geleificação e fornecem maior reatividade, por aumentar o número de grupos carboxílicos por unidade de cadeia, e maior acidez, melhorando assim as propriedades físicas. Estes também podem ser melhorados incorporando o ácido poliacrílico de alto peso molecular ao pó vítreo, limitando a viscosidade do líquido que passa a ser água ou solução aquosa de ácido tartárico. A velocidade de presa, viscosidade e propriedades iniciais e finais são determinadas pelo ajuste da composição do vidro e tamanho de partículas do pó e a composição do poliácido, tais como, peso molecular, distribuição e concentração. A presença do ácido tartárico prolonga o tempo de trabalho e aumenta a velocidade de presa. Para reduzir a sensibilidade à água e encontrar um material mais resistente foi sugerido a incorporação de polímeros compatíveis à água ou sistemas polimerizáveis, envolvendo a formação de uma malha polimérica interpenetrante combinando reação de ligação cruzada do sistema monomérico com iniciação química ou fotoativada, obtendo um material híbrido que apresenta fratura do tipo quebradiça com alguma deformação plástica. A estrutura final dos cimentos reforçados com polímeros é um compósito onde as partículas de vidro são unidas pelo hidrogel de poliacrilato de íons metálicos que se arranja com o hidrogel polihidroxietil metacrilato tendo áreas hidrofílicas presentes. Ao contrário do compósito original que apresenta as partículas de vidro cobertas pelo gel silício, estas são unidas à matriz de poliacrilatos de alumínio e cálcio fluoretados e hidratados.

Segundo LAMBERT<sup>19</sup>, em 1990, a reação de geleificação dos cimentos de ionômero de vidro atingia o grau máximo de maturação após 24 horas da aglutinação do pó ao líquido, devido a formação do policarboxilato de alumínio. O íon flúor era um dos componentes liberado da partícula vítrea do pó, junto com os íons de cálcio e alumínio que eram atacados pelos íons de hidrogênio do poliácido, formando um sal de poliacrilato de flúor alumínio, como parte de sua reação de geleificação. Os íons flúor ficavam ligados fracamente a matriz do cimento

geleificado e eram liberados continuamente, tornando-se, portanto, responsáveis pelas propriedades anticariogênicas do material e eram liberados por toda a vida útil da restauração. Este fenômeno ocorria para todos os tipos de cimentos ionoméricos.

Em 1991, WILLIAMS & BILLINGTON<sup>34</sup> avaliaram se as alterações ocorridas na resistência à compressão de cimentos ionoméricos restauradores em intervalos de tempo de 24 horas e 4 meses afetavam o uso clínico. Neste estudo foram analisados cimentos de ionômero de vidro do tipo II convencional, cuja reação de presa era iniciada pela água, e outro cimento fornecido em cápsulas pré-dosadas. Os corpos de prova foram confeccionados de acordo com o Padrão Britânico para o cimento de ionômero de vidro, sendo removidos das matrizes após 1 hora do início da mistura e armazenados em água a 37°C. As medidas de resistência à compressão foram realizadas em amostras selecionadas aleatoriamente nos intervalos propostos de 24 horas e 4 meses. Segundo o Padrão Britânico, o valor mínimo de resistência à compressão exigido é de 125 MPa, após 24 horas. Os resultados encontrados pelos autores demonstraram alterações consideráveis dos valores de resistência à compressão, com o decorrer do tempo. Observou-se que os materiais à base de ácido poliacrílico mantiveram a sua resistência inicial com o decorrer do tempo, enquanto que os cimentos que empregaram copolímeros do ácido poliacrílico apresentaram alguma deteriorização. Portanto, a matriz na qual esses copolímeros foram agregados era menos resistente quando exposta à água, preferindo-se utilizar as matrizes que empregavam ácido poliacrílico.

CROLL<sup>15</sup>, em 1991, descreveu que o cimento de ionômero de vidro polimerizado por luz visível, indicado como base forradora, tem sido utilizado como material restaurador. O material apresenta todas as vantagens dos cimentos de ionômero de vidro convencionais e a vantagem adicional de uma rápida geleificação pela fotoativação. A composição do pó do cimento VITREBOND (3M) é feita por vidro de fluoraluminossilicato, radiopaco, com íons lixiviáveis. O líquido consiste de água e polímeros fotoativados pela luz (2-hidroxietilmetacrilato). O material enrijece através de dois tipos de reação de presa. A geleificação é o resultado dos cátions do vidro que reagem com o grupo carboxilato do polímero. Isto representa a reação de geleificação do cimento de vidro convencional, que continua por muitas horas após o pó e o líquido terem sido misturados. A geleificação ocorre imediatamente após o material ter sido exposto ao raio de luz visível. A polimerização da cadeia do polímero de metacrilato através de ligações cruzadas foi iniciada pela fonte de luz. O cimento VITREBOND tem todas as propriedades dos cimentos

de ionômero de vidro: liberação de flúor sem alteração da massa endurecida, coeficiente de expansão térmica similar a estrutura dental, boa compatibilidade aos tecidos dentais, união química ao esmalte e dentina, solubilidade nos fluidos orais e a formação de calor durante a geleificação é insignificante. Embora este material apresente características semelhantes aos outros tipos de cimentos de ionômero de vidro, apresenta-se com a desvantagem de pobre resistência à fratura, baixa resistência ao desgaste. Em adição, a dureza superficial das restaurações é adquirida a longo prazo, que pareceu ser equivalente à dureza das restaurações com cimentos de ionômero de vidro convencionais.

Em 1992, LEWIS et al.<sup>20</sup>, compararam as propriedades de resistência à compressão de quatro cimentos de ionômero de vidro, um convencional triturado mecanicamente e os outros três reforçados por polímeros fotoativados. Doze amostras com 9 mm de comprimento e 4 mm de diâmetro foram confeccionadas para cada material em cada período de teste e ensaiadas após os períodos de armazenagem de 7 minutos, 24 horas e 90 dias. Antes dos testes, as amostras foram polidas e levadas à máquina de teste Universal INSTRON. A curva tensão/deformação foi dada na tela do computador quando o material foi submetido ao teste de resistência à compressão. Os resultados demonstraram que os materiais de base resinosa apresentaram maior resistência quando comparado ao convencional. Os autores destacaram a importância da resistência à compressão durante a colocação de uma restauração definitiva, sendo este fator relevante após a restauração ter sido realizada e submetida aos esforços mastigatórios.

BOSCARIOLI<sup>4</sup>, em 1993, avaliou a resistência à compressão de dois cimentos ionoméricos restauradores, conhecidos comercialmente como CHELON-FIL e VIDRION R, com e sem proteção superficial e manipulados sob diferentes condições de temperatura e umidade relativa do ar em períodos de armazenamento de 1 hora e 24 horas. Oitenta amostras foram confeccionadas em ambiente controlado de temperatura ( $23 \pm 1^\circ\text{C}$ ) e umidade relativa ( $50 \pm 10\%$ ) e não controlado, com e sem proteção superficial. Os resultados demonstraram não haver diferença estatisticamente significativa entre os dois tipos de cimentos ionoméricos, com exceção dos que foram manipulados em ambiente controlado, armazenados por 24 horas e sem proteção superficial. A proteção superficial reduziu os valores de resistência à compressão do CHELON-FIL, exceto para o grupo manipulado em ambiente não controlado e armazenado por 1 hora. Com o VIDRION R, somente o grupo armazenado em 24 horas e manipulado em ambiente controlado apresentou diferença estatisticamente significativa, quando comparados com os grupos armazenados pelo período de 1 hora.

PHILLIPS<sup>30</sup>, 1993, tecendo comentários sobre o cimento de ionômero de vidro relatou que este material tornou-se de uso promissor devido ao grande número de produtos comerciais colocados à venda, às diversas modificações realizadas em sua composição para melhoria de suas propriedades e à fenomenal expansão de uso em relativamente poucos anos, gerando um grande destaque desse produto perante a classe odontológica.

McLEAN et al.<sup>22</sup>, 1994, propuseram uma nomenclatura para os cimentos ionoméricos conhecidos comercialmente como híbridos, ou seja, cimentos ionoméricos modificados por resina. Nestes materiais existia uma porcentagem significativa de reação ácido-base convencional, o que os caracterizava como cimentos ionoméricos propriamente ditos. Já, os materiais que apresentavam níveis insuficientes dos componentes essenciais para a reação ácido-base convencional na ausência de luz, deviam ser considerados como resinas compostas modificadas por poliácidos. Portanto, existia um grande número de materiais que podiam ser classificados desde um verdadeiro cimento de ionômero de vidro convencional até uma verdadeira resina composta e, entre eles, encontramos os materiais que continham diferentes proporções de reações do tipo ácido-base e de radicais livres de metacrilato.

NAVARRO et al.<sup>25</sup>, em 1994, relataram que os primeiros cimentos de ionômero de vidro colocados no comércio apresentavam-se na forma de pó/líquido. O pó era composto essencialmente por partículas de vidro de silicato de alumínio e cálcio, contendo flúor. Estas partículas eram passíveis de decomposição por ácido e o líquido era o ácido poliacrílico ou polimaléico e outros ácidos polialcenóicos secundários. A reação de presa era essencialmente ácido-base e a geleificação do material ocorria em estágios bem definidos. Quando o líquido entrava em contato com o pó, o ácido polialcenóico atacava as partículas de vidro, decompondo-as e liberando íons metálicos e ácido salicílico, que se condensava para formar um gel de sílica. Os íons de cálcio, alumínio e flúor liberados pela partícula migravam para a fase aquosa. Ocorria uma concentração gradual de cálcio e alumínio e paralelamente uma elevação de pH que determinava a precipitação de sais insolúveis e a partir daí, ocorria a geleificação. O ácido poliacrílico formava poliacrilatos e o ácido tartárico, tartaratos. Neste estágio o cimento se tornava extremamente sensível ao ganho ou à perda de líquido, pois uma considerável quantidade de íons cálcio e alumínio ainda se apresentavam solúveis, momento em que o material sofria embebição ou sínereze, necessitando de proteção superficial. Após a presa inicial, o cimento continuava a endurecer à medida que o cálcio e depois o alumínio iam reagindo com os ácidos polialcenóicos, formando poliacrilatos ou tartaratos. Quando ocorria o endurecimento total, a matriz não continha espécies solúveis e, portanto, tornava-se impermeável aos efeitos do

umedecimento ou da dissecação. Outras apresentações foram colocadas à disposição dos clínicos, como o cimento chamado anidro em que a solução ácida era liofilizada e agregada ao pó, e o líquido neste caso ficava sendo uma solução aquosa do ácido tartárico a 15 %. Mais recentemente foi introduzido no comércio o cimento de ionômero de vidro foto-ativado, cujo componente resinoso da fase líquida era o HEMA, podendo conter também HDMA e BIS-GMA. Estes tipos de cimentos apresentavam duas ou três presas: reação ácido-base dos ionômeros convencionais, reação por fotoativação dos radicais livres que podia continuar-se com uma polimerização química de oxi-redução da fase resinosa. Com relação as suas propriedades, os cimentos apresentavam boa resistência à compressão, porém, baixa resistência à tração diametral. As principais vantagens apresentadas por estes cimentos eram: adesividade à estrutura dental, liberação de flúor, coeficiente de expansão térmica próximo à estrutura dental e satisfatória biocompatibilidade pulpar.

KNIGHT<sup>18</sup>, em 1994, relatou que os cimentos de ionômero de vidro fotopolimerizáveis restauradores obtiveram um rápido e significativo destaque na prática odontológica desde sua introdução em 1992. Não somente pelo componente fotopolimerizável destes materiais, que promoveram uma melhoria na produtividade odontológica, além de alguns relatos clínicos que descreveram uma melhora de suas propriedades, aumentando as aplicações. Ao contrário do cimento de ionômero de vidro tradicional, o novo material não requer proteção contra a umidade no início da presa do componente fotopolimerizável. Eles têm propriedades físicas melhores que os cimentos convencionais, semelhantes quando deixados tomar presa sem a ativação da luz. A maior desvantagem dos cimentos de ionômero de vidro fotopolimerizáveis é a atual falta de pesquisas clínicas para determinar sua melhor atuação.

Em 1995, CARVALHO<sup>6</sup> descreveu que o cimento de ionômero de vidro VITREMER, com ativação tripla, obtinha sua reação de presa através de uma reação física pela polimerização fotoiniciada por radicais livres de metacrilato e duas reações químicas, uma reação ácido-base de geleificação do cimento ionomérico e uma reação de oxi-redução de polimerização de radicais livres de metacrilato. O pó era composto por partículas de vidro de silicato de alumínio e persulfato de potássio e ácido ascórbico microencapsulado, e o líquido por uma solução aquosa de ácido policarboxílico modificado com grupos metacrilatos suspensos, copolímeros, HEMA e fotoiniciadores.



### 3. PROPOSIÇÃO

### 3. PROPOSIÇÃO

À partir das informações obtidas na Revisão da Literatura, julgamos válido desenvolver um estudo com os cimentos de ionômero de vidro VIDRION R (convencional) e VITREMER (ativação tripla), para verificar a influência do tempo de armazenagem (15 minutos, 1 hora e 24 horas), à temperatura de 37°C e 100 % de umidade relativa, nas seguintes propriedades mecânicas:

A - Microdureza superficial; e,

B - Resistência à compressão

## 4. METODOLOGIA

## 4. METODOLOGIA

### 4.1. MATERIAIS

Neste estudo foram analisados dois cimentos de ionômero de vidro, do tipo II, para restaurações diretas. Na Tabela I encontramos os seus nomes comerciais, composição, fabricantes e o tipo de reação de geleificação.

TABELA I - Materiais avaliados neste estudo\*.

NOME COMERCIAL	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE	TIPO DE REAÇÃO DE PRESA
VIDRION R	PÓ - Flúor silicato de cálcio e alumínio e ácido poliacrílico liofilizado.  LÍQUIDO - Solução aquosa de ácido tartárico.	SS WHITE Art. Dent. Ltda., Rio de Janeiro, Brasil	Ativado quimicamente. (Reação ácido-base)
VITREMER	PÓ - Partículas de vidro de silicato de alumínio, persulfato de potássio, ácido ascórbico micro-encapsulado.  LÍQUIDO - Solução aquosa de ácido poliacrílico modificado, grupos metacrilatos suspensos, copolímeros, Hema e fotoiniciadores.	3 M - Dental Products Division, St. Paul, MN, USA.	Sistema de ativação tripla. (Reação ácido - base convencional, reação química de oxidação-redução dos radicais de metacrilato e reação física pela ativação por luz visível dos radicais de metacrilato.)

\* Informações fornecidas pelos fabricantes

## 4.2. MÉTODO

### 4.2.1. Condições ambientais do laboratório

Os corpos de prova, tanto para os ensaios de microdureza superficial como os de resistência à compressão, foram confeccionados em ambiente controlado de temperatura ( $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e umidade relativa do ar ( $50 \pm 10\%$ ), de acordo com os autores KENT et al.<sup>17</sup>; CRISP et al.<sup>13</sup> e BOSCARIOLI<sup>4</sup>.

As condições desejadas de temperatura e umidade relativa do ar foram conseguidas em uma sala equipada com ar condicionado de 7000 BTUs (Whestinghouse) e desumidificador (Deumidar, Fargon Eng. e Ind. Ltda), enquanto a indicação dessas condições foi obtida com um psicrômetro (Humidity, Incotherm Ind. Brasileira).

### 4.2.2. Relação Pó/Líquido

A relação pó/líquido para cada um dos cimentos de ionômero de vidro analisado foi estabelecida em volume como mostra a Tabela 2, segundo as recomendações dos fabricantes. A relação em peso foi estabelecida como referencial da porção volumétrica fornecida pelos dosadores.

TABELA 2 - Relação pó/líquido dos cimentos de ionômero de vidro.

MATERIAL	RELAÇÃO PÓ/LÍQUIDO	
	VOLUME	PESO
VIDRION R	1,0 / 1,0	0,1679 / 0,0503
VITREMER	2,5 / 1,0	0,1565 / 0,0473

### 4.2.3. Preparação das amostras para o ensaio de microdureza superficial

Cinco corpos de prova para cada um dos cimentos ionoméricos foram confeccionados em matrizes plásticas cilíndricas, com 6 mm de diâmetro por 1,8 mm de altura (Figura 1), para cada período de armazenagem proposto (15 minutos, 1 hora e 24 horas).



FIGURA 1 - Materiais, instrumental e matrizes utilizadas na confecção dos corpos de prova para o ensaio de microdureza Knoop

O pó do cimento VIDRION R foi aglutinado ao líquido em duas porções, por 30 segundos cada uma, totalizando 1 minuto de aglutinação, com uma espátula de aço inoxidável para cimento nº 70 (DUFLEX - SS WHITE ART. DENT. LTDA.). O pó do cimento VITREMER foi aglutinado ao líquido em uma única porção, por um período de 45 segundos. Após a aglutinação, as matrizes eram colocadas sobre uma placa de vidro e preenchidas com os cimentos, com o auxílio de uma espátula nº 1 (DUFLEX - SS WHITE ART. DENT. LTDA), usada em restaurações plásticas. Dois minutos após o início da mistura e após completada a inserção do cimento VIDRION R, uma segunda placa de vidro foi colocada sobre a superfície da matriz preenchida, com o intuito de extrair o excesso do material e conseguir amostras com superfícies planas. Sobre o conjunto foi colocado um peso de 0,5 Kg, por 10 minutos.

As amostras do cimento VITREMER foram confeccionadas de maneira similar às amostras do VIDRION R, exceto pelo peso que permaneceu por um período de 4 minutos, quando foi removido para não interferir na incidência da luz fotopolimerizadora. Em seguida, foram polimerizadas por 40 segundos com um fotopolimerizador VISILUX 2 (3M), com intensidade de luz de  $520 \text{ mW/cm}^2$ . De acordo com estes procedimentos, foram confeccionados 15 corpos de prova para cada um dos cimentos ionoméricos, nos três intervalos de tempo propostos, totalizando 30 amostras.

#### 4.2.4. Condições de armazenagem das amostras

Após terminada a confecção, os corpos de prova ( Figura 2) foram liberados das matrizes e armazenados em uma estufa (HERAEUS, Alemanha), à temperatura de 37°C e 100% de umidade relativa, por 15 minutos, 1 hora e 24 horas. Decorridos tais períodos, os corpos de prova foram removidos da estufa e imediatamente submetidos ao ensaio.

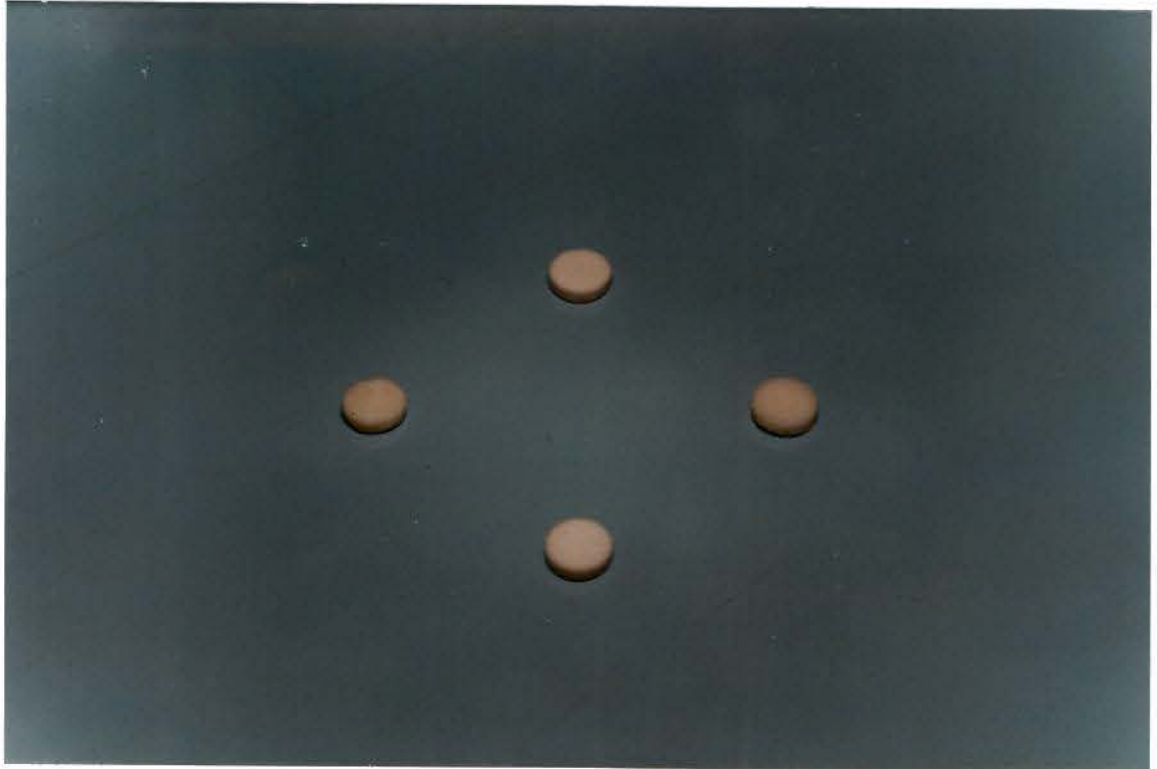


FIGURA 2 - Corpos de prova para o ensaio de microdureza superficial

#### 4.2.5. Ensaio de microdureza superficial

Para este ensaio foi utilizado um Microdurômetro (DURIMET-LEITZ WETZLAR, Alemanha), equipado com ponta de diamante Knoop, sob carga de penetração de 50 gramas, por 30 segundos (Figura 3).



FIGURA 3 - Microdurômetro

Cinco penetrações foram realizadas, sequencialmente, ao longo do diâmetro do corpo de prova, totalizando 25 penetrações em cada grupo de cinco amostras, nos três períodos de armazenagem. Os números de dureza Knoop foram obtidos através de uma tabela de conversão e os valores médios foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey no nível de 5 % de significância.

#### 4.2.6. Preparação das amostras para o ensaio de resistência à compressão

As dimensões das amostras para o teste de resistência à compressão foram aquelas recomendadas pela especificação nº 9 da Associação Dentária Americana<sup>1</sup>, para cimento de silicato dental, em um anel cilíndrico de polivinil com 12 mm de altura por 6 mm de diâmetro interno, seccionado por um corte longitudinal. Esse anel era inserido em um anel de latão medindo 30 mm de diâmetro interno por 12 mm de altura, com a finalidade de manter unidas as duas partes seccionadas (Figura 4).



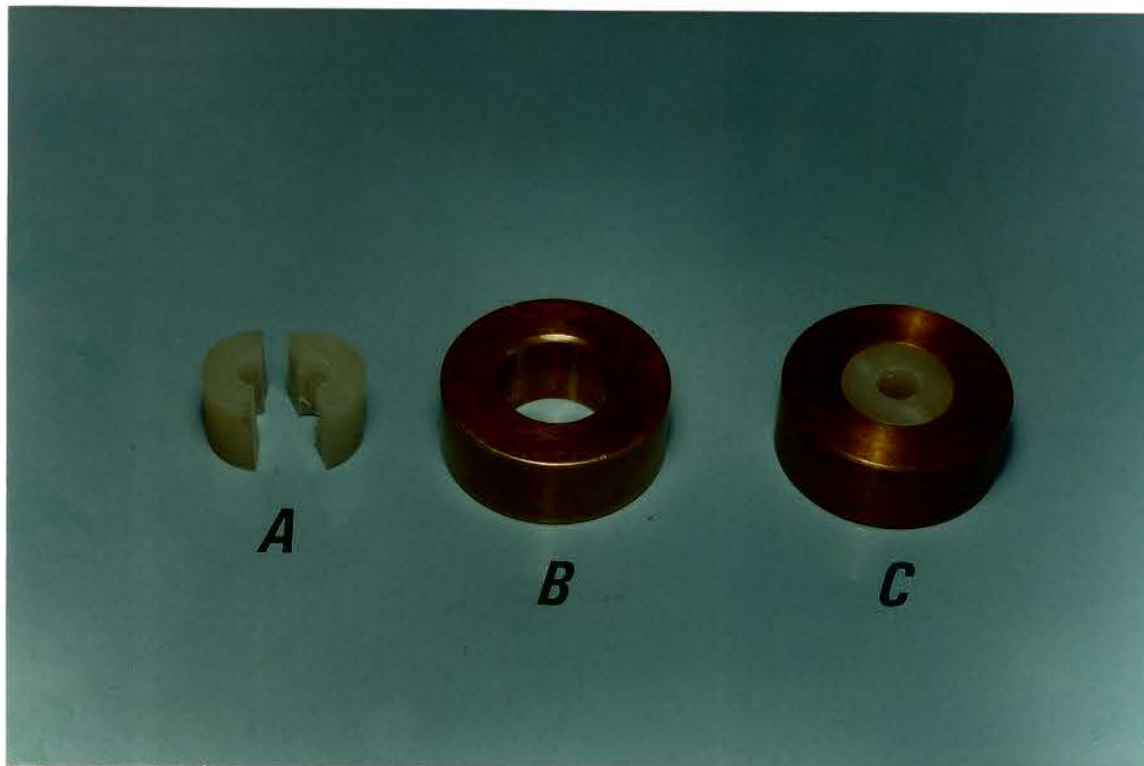


FIGURA 4 - Matriz utilizada para a confecção dos corpos de prova para o ensaio de resistência à compressão: a) anel de polivinil seccionado; b) anel de latão; e c) anel de polivinil inserido no anel de latão

O pó e o líquido foram proporcionados, aglutinados e a massa inserida na matriz da mesma maneira quando da confecção das amostras utilizadas no ensaio de microdureza superficial. Após a inserção do cimento, uma placa foi colocada sobre o material e sobre o conjunto um peso de 0,5 kg, por dez minutos.

Após 4 minutos da confecção dos corpos de prova com o cimento VITREMER, foi efetuada a fotopolimerização nas duas extremidades da amostra, por 40 segundos cada uma. Em seguida, a amostra era removida do anel de polivinil e mais 6 exposições adicionais de 40 segundos cada uma foram efetuadas ao longo do comprimento das amostras, em regiões diametralmente opostas.

Dez corpos de prova foram confeccionados, para cada tempo de armazenagem e material, totalizando 60 amostras.

#### 4.2.7. Condições de armazenagem das amostras

Os corpos de prova confeccionados para o ensaio de resistência à compressão foram armazenados de acordo com o descrito para os ensaios de microdureza superficial, pelos períodos propostos, a 37°C de temperatura e 100% de umidade relativa em uma estufa (HERAEUS, Alemanha).

#### 4.2.8. Ensaio de resistência à compressão

As amostras foram posicionadas e submetidas à uma força de compressão após cada período de armazenagem, em uma máquina de Teste Universal LOS (Alemanha), regulada com uma carga de 100 kg/minuto (Figura 5).

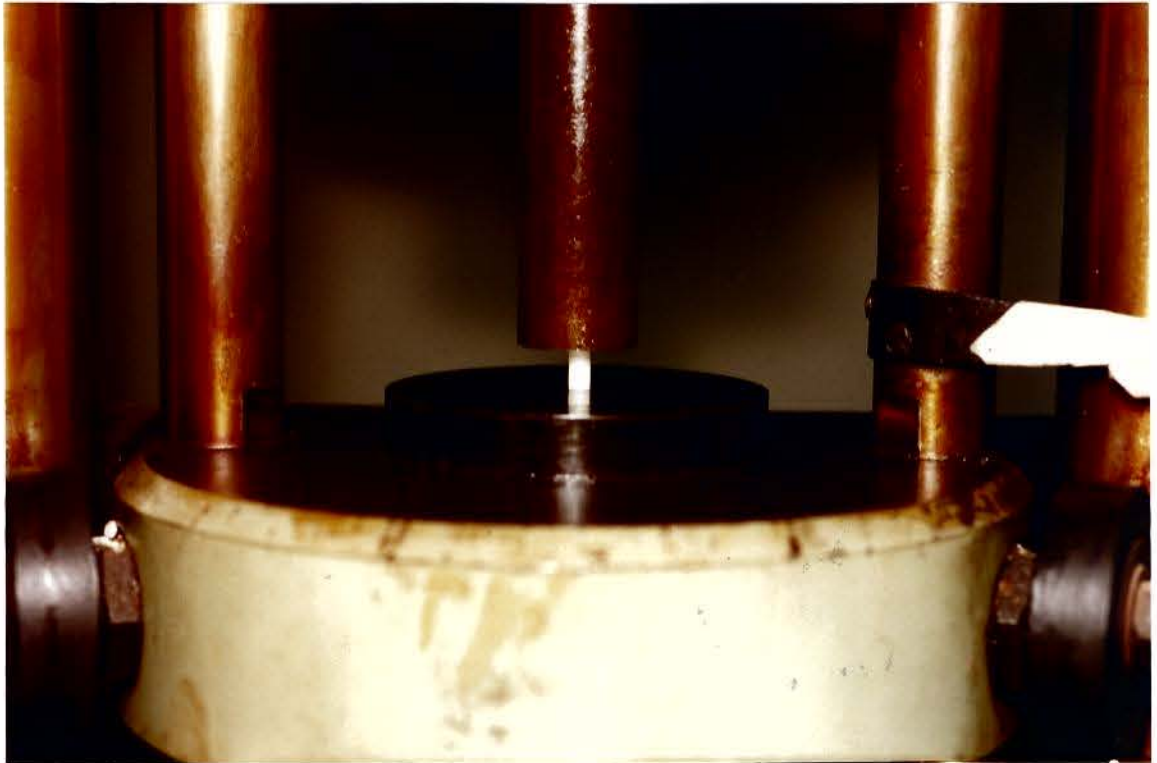


FIGURA 5 - Corpo de prova durante o ensaio de resistência à compressão na máquina universal LOS

O valor da resistência à compressão obtido foi o quociente entre a força registrada na escala da máquina no momento da fratura e a área total da secção transversal da amostra, calculado pela fórmula :

$$RC = \frac{F}{A}$$

onde RC é a resistência à compressão, Fa a força aplicada e A a área da secção transversal da amostra. Os resultados foram obtidos em kg/cm<sup>2</sup>, transformados em unidade MPa e os valores médios submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey, no nível de 5% de significância.

## 5. RESULTADOS

## 5. RESULTADOS

### 5.1- Microdureza superficial

Os resultados obtidos nos ensaios de microdureza superficial para os dois cimentos ionoméricos do tipo II, em função dos tempos de armazenagem, foram submetidos à análise de variância com esquema fatorial: MATERIAL, que analisou os cimentos de ionômero de vidro empregados e TEMPO, que avaliou os tempos de armazenagem a que os materiais foram submetidos. Os valores de microdureza Knoop em função dos materiais e dos tempos de armazenagem estão apresentados na Tabela 3.

TABELA 3 - Valores de microdureza Knoop obtidos nos diferentes períodos de armazenagem para os produtos VITRIMER e VIDRION R

Períodos de armazenagem	Médias de microdureza Knoop			
	VITRIMER	D.P.M.*	VIDRION R	D.P.M.*
15 minutos	23,30 a A	0,93	25,07 a A	1,01
1 hora	36,05 b B	1,11	37,45 b B	0,64
24 horas	53,51 c C	0,45	55,66 c C	0,73

Médias seguidas da mesma letra, minúsculas na linha e maiúsculas na coluna, não diferem entre si ao nível de 5% de significância. — \* D.P.M. = Desvio Padrão da Média

A Figura 6 ilustra os valores de microdureza superficial para os cimentos de ionômero de vidro VIDRION R e VITRIMER, nos tempos propostos de armazenagem ( 15 minutos, 1 hora e 24 horas ).

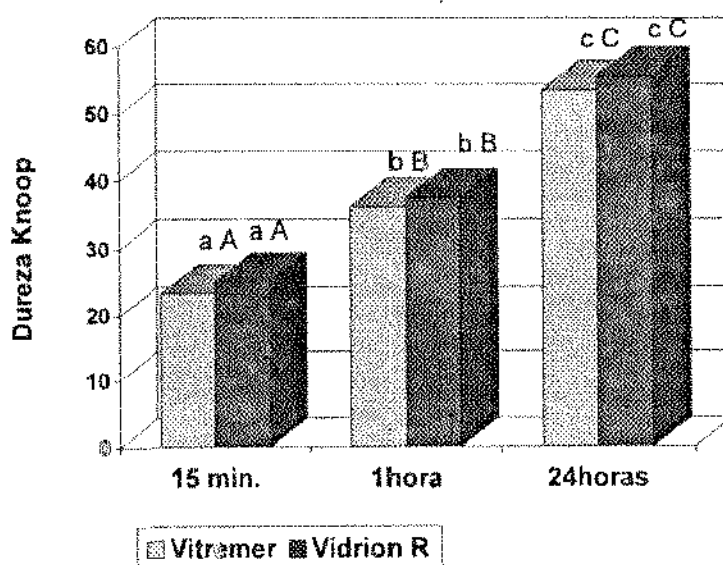


FIGURA 6 - Gráfico representativo dos resultados de microdureza superficial (Knoop), nos tempos de armazenagem propostos, para os produtos VIDRION R e VITRIMER.

No gráfico, as barras seguidas de mesma letra, minúsculas nas colunas e maiúsculas nos tempos não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey no nível de 5% de probabilidade.

## 5.2 - Resistência à compressão

Os valores de resistência à compressão em função dos tempos de armazenagem e dos materiais estão apresentados nas Tabela 4.

TABELA 4 - Valores de resistência à compressão (MPa) nos diferentes períodos de armazenagem para os produtos VITREMER e VIDRION R.

Períodos de armazenagem	Médias de resistência à compressão			
	VITREMER	D.P.M.*	VIDRION R	D.P.M.*
15 minutos	60,06 a A	1,97	28,17 b B	0,63
1 hora	92,74 c C	4,31	48,56 d D	0,68
24 horas	119,42 e E	2,09	93,62 f F	2,07

Médias seguidas da mesma letra, minúsculas na linha e maiúsculas na coluna, não diferem entre si ao nível de significância de 5%. — \* D.P.M. = Desvio Padrão da Média.

A Figura 7 ilustra os valores resistência à compressão (MPa), para os cimentos de ionômero de vidro VIDRION R e VITREMER, nos tempos propostos de armazenagem ( 15 minutos, 1 hora e 24 horas ).

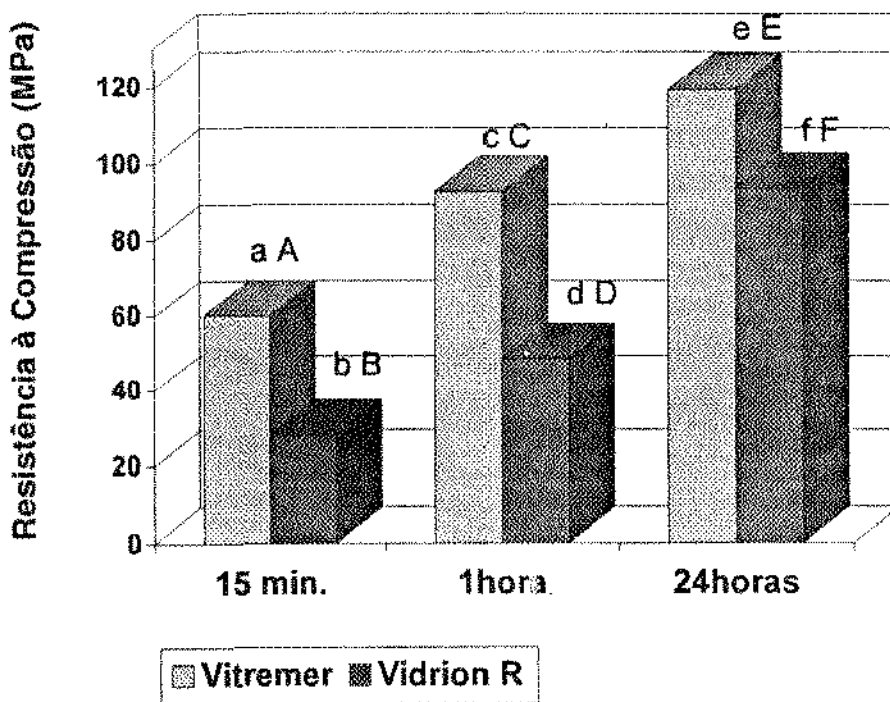


FIGURA 7 - Gráfico representativo dos resultados de resistência à compressão (MPa), nos tempos de armazenagem propostos, para os produtos VIDRION R e VITREMER

No gráfico, as barras seguidas de mesma letra, minúsculas nas colunas e maiúsculas nos tempos não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey no nível de 5% de probabilidade.

## 6 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

## 6 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Um material restaurador para ser considerado ideal deveria apresentar propriedades físicas similares à estrutura dental, adesão ao esmalte e dentina e resistência suficiente para suportar o processo de degradação imposto pelo meio bucal. Este fato tem sido uma preocupação constante dos pesquisadores, também com o cimento de ionômero de vidro, como demonstram os vários estudos feitos para aprimorar e conhecer melhor as características dos cimentos ionoméricos (CRISP et al.<sup>9</sup>; CRISP et al.<sup>10</sup>; SMITH<sup>32</sup>).

No presente estudo abordamos as propriedades de microdureza superficial e resistência à compressão de cimentos ionoméricos restauradores dos tipos convencional e fotopolimerizável, com o intuito de compará-los. Estas duas propriedades foram consideradas importantes, no sentido de fornecer resultados válidos no estabelecimento de parâmetros de comparação da qualidade e do desempenho destes materiais, que apresentam diferentes tempos de reação de geleificação, embora, sejam materiais de mesma classe (Tipo II).

Assim, segundo BOSCARIOLI<sup>4</sup>, a resistência à compressão é uma propriedade de relevante importância para os materiais restauradores, devido às constantes tensões de mastigação impostas durante o processo mastigatório. No caso dos cimentos ionoméricos restauradores, esta propriedade deve ser melhor analisada, pois estes materiais requerem maior período de tempo para completar a reação de presa e alcançar as propriedades físicas adequadas.

Várias pesquisas têm realçado que a proteção superficial é importante no estabelecimento do equilíbrio hídrico durante a reação de geleificação do cimento de ionômero de vidro convencional (EARL & IBBETSON<sup>16</sup>, WALLS<sup>33</sup>, OILO<sup>27</sup>, McLEAN<sup>21</sup> e SMITH<sup>32</sup>), porém, segundo o fabricante, tal procedimento não é necessário para o cimento de ionômero de vidro fotopolimerizável (VITREMER). Entretanto para estabelecer padronização de variáveis entre os parâmetros estudados neste trabalho, optamos em não utilizar a proteção durante a confecção dos corpos de prova com ionômero convencional.

Por outro lado, o cimento de ionômero de vidro sofre alteração em suas propriedades físicas com a redução na proporção pó/líquido. O VIDRION R é um cimento cuja reação de presa é iniciada pela água, pois o ácido poliacrílico está incorporado ao pó e o líquido é composto por uma solução aquosa de ácido tartárico. O VIDRION R permite uma maior incorporação de pó ao líquido, fato que normalmente deveria melhorar todas as propriedades do cimento (CRISP et al.<sup>9</sup>).

No entanto, os resultados de resistência à compressão apresentados por BOSCARIOLI<sup>4</sup> não mostraram diferença quando o material foi manipulado em ambientes com diferentes temperatura e umidade, mesmo com a proporção pó/líquido alterada.

No entender de CARVALHO<sup>6</sup>, o cimento de ionômero de vidro VITREMER apresenta ativação tripla, onde o endurecimento ocorre por meio de uma reação física, obtida pela polimerização foto iniciada pelos radicais livres de metacrilato e duas reações químicas, uma ácido-base de geleificação convencional e outra de oxi-redução. O pó é composto por partículas de vidro de silicato de alumínio, persulfato de potássio, ácido ascórbico microencapsulado, e o líquido por uma solução aquosa de ácido policarboxílico modificado por grupos metacrilatos suspensos, copolímeros, HEMA e foto iniciadores. De acordo com McLEAN et al.<sup>22</sup>, a reação de presa de todos os cimentos de ionômero de vidro é fundamentalmente a mesma, iniciando-se sempre com uma reação ácido-base. A água é um constituinte muito importante do líquido dos cimentos por ser o agente que auxilia o desenvolvimento da reação, sendo responsável pela formação dos polissais. Assim, a variação na quantidade de água é considerada crítica para obtenção do produto final, onde o excesso prejudica a formação do cimento, resultando num material inadequado. Por outro lado, insuficiente quantidade de água durante o desenvolvimento da reação e hidratação dos sais também enfraqueceria o cimento final. Portanto, existe um limite que promove a obtenção de um cimento de rápida geleificação, alta resistência mecânica e durabilidade. Esta condição, descrita por McLEAN et al.<sup>22</sup>, talvez seja a explicação para os valores encontrados em nossa pesquisa com os cimentos VIDRION R e VITREMER, onde o conteúdo de água foi mantido estável em função da metodologia empregada.

Da mesma forma, a maior resistência à compressão mostrada por BOSCARIOLI<sup>4</sup> para as amostras que não receberam proteção superficial parece também estar relacionada com o comportamento hídrico do cimento ionomérico recém-preparado, onde a imersão em água promoveu maior hidratação e formação da matriz de polissais, condições necessárias para melhor desenvolvimento da resistência. Portanto, a diferença de resistência à compressão encontrada entre os cimentos convencionais VIDRION R e CHELON-FIL, segundo esse autor, parece estar relacionada com os diferentes graus de reatividade dos componentes contidos nos líquidos dos cimentos.

Em nosso trabalho, os valores de resistência à compressão dos cimentos de ionômero de vidro VIDRION R e VITREMER aumentaram em função do tempo de armazenagem, com resultados estatisticamente significativos ao nível de 5% de probabilidade para os dois materiais, o que comprova os resultados de CRISP et al.<sup>14</sup> e WILLIAMS & BILLINGTON<sup>34</sup>. Assim, no entender de LAMBERT<sup>19</sup>, esse comportamento está relacionado ao fato da reação de geleificação dos cimentos ionoméricos atingirem o grau máximo de maturação após 24 horas da aglutinação do pó ao líquido, quando ocorre o maior nível de formação do policarboxilato de alumínio.

Isto significa que a taxa da reação de geleificação aumenta com o tempo, melhorando, conseqüentemente, as propriedades físicas tanto para o cimento convencional (WILLIAMS &



BILLINGTON<sup>34,35</sup>) quanto para o cimento fotopolimerizável (LEWIS<sup>20</sup>). Porém, em nosso estudo o cimento VITREMER mostrou valores estatisticamente superiores ao cimento VIDRION R em todos os períodos de armazenagem. Este resultado, segundo LEWIS<sup>20</sup> ocorre devido à presença da carga monomérica contida no cimento fotopolimerizável.

Por outro lado, a microdureza superficial, de acordo com BRACKETT & JOHNSTON<sup>5</sup>, é uma propriedade indicadora do tempo para se efetuar o acabamento das restaurações ionoméricas, evitando que as propriedades do material possam ser alteradas, antes que a reação de geleificação se completasse. Entretanto, McLEAN et al.<sup>22</sup>, SMITH<sup>32</sup> e PHILLIPS<sup>29</sup> acreditam que muitos dos problemas clínicos apresentados por estes materiais parecem estar relacionados, não somente com as propriedades por nós avaliadas neste estudo, mas também com as características de manipulação, envolvendo proporcionamento pó/líquido, temperatura e umidade relativa do ambiente de trabalho, além da vulnerabilidade desses cimentos ao fenômeno de sinérise e embebição.

Os resultados de microdureza superficial encontrados em nosso trabalho demonstram que os cimentos VIDRION R e VITREMER apresentaram valores aumentados de microdureza superficial com o decorrer do tempo de armazenagem, com resultados estatisticamente significativos ao nível de 5% de probabilidade, como mostram a Tabela 3 e Figura 6.

Porém, apesar da presença da carga monomérica na formulação do cimento fotopolimerizável, verificamos que os valores de microdureza superficial foram iguais para os dois cimentos, em todos os períodos de armazenagem. O mesmo fato não ocorreu com os resultados de O'HARA et al.<sup>26</sup>, cujos valores de microdureza superficial foram menores nos cimentos convencionais protegidos durante a armazenagem. Com certeza a camada de verniz usada como protetora da superfície dos ionômeros interferiu nos resultados, razão da diferença de valores de microdureza superficial obtidos por O'HARA et al.<sup>26</sup>. Assim, embora ocorra solubilidade na presença de água, como evidenciada por CRISP et al.<sup>14</sup> e CRISP & WILSON<sup>12</sup>, a presença de umidade nas etapas iniciais da reação do cimento de ionômero de vidro pode comprometer esteticamente a restauração, pelo lixiviamento dos íons cálcio e alumínio e pela desintegração superficial do material.

Em nosso estudo as amostras não sofreram proteção superficial. Assim sendo, mesmo que o fabricante não recomende a proteção superficial para o cimento fotopolimerizável VITREMER, acreditamos que este produto deveria ser protegido no início da reação de presa, pois seu comportamento ionomérico permanece similar ao do ionômero de vidro convencional.

O cimento de ionômero de vidro deveria ser protegido da umidade nos primeiros estágios da reação de presa, porque o gel solúvel do polissal inicial (poliacrilato de cálcio) forma-se

antes do poliacrilato de alumínio, que é mais resistente e insolúvel (COHEN & SCHULMAN<sup>7</sup>). Portanto, como o cimento VITREMER apresenta também uma reação de presa convencional, a proteção superficial poderia melhorar o desempenho de suas propriedades, mesmo que o fabricante não considere este procedimento necessário.

No aspecto geral, PHILLIPS & BISHOP<sup>31</sup> e BARATIERI<sup>2</sup> concordam que tanto os cimentos fotopolimerizáveis como os convencionais apresentam, depois de um período de tempo, uma melhora nas propriedades físicas. Os nossos resultados mostram que o tempo de armazenagem aumentou os valores de microdureza superficial para ambos os cimentos, com resultados estatisticamente significativos ao nível de 5 % de probabilidade, embora, sem diferenças estatisticamente significativas entre os dois produtos, nos distintos períodos de armazenagem. Estes resultados estão de acordo com os obtidos por BRACKETT & JOHNSTON<sup>5</sup>, onde a dureza superficial após o período de armazenagem de 24 horas foi cerca de 24 a 29 % maior do que no período de 1 hora.

Assim sendo, os resultados mostrados neste trabalho deixam evidente que os dois cimentos restauradores apresentam maiores valores de resistência à compressão e dureza superficial após o período de 24 horas.

## 7. CONCLUSÃO

## 7. CONCLUSÃO

Com base nos resultados apresentados e discutidos no transcorrer deste trabalho, julgamos válido concluir que:

- A - O tempo de armazenagem aumentou os valores de microdureza superficial dos cimentos de ionômero de vidro VIDRION R e VITREMER, com resultados estatisticamente significativos ao nível de 5 % de probabilidade. Nos períodos distintos de armazenagem, os valores de microdureza superficial não apresentaram diferenças estatisticamente significativas entre os dois produtos; e,
- B - O tempo de armazenagem aumentou os valores de resistência à compressão dos cimentos estudados, com resultados estatisticamente significativos ao nível de 5 % de probabilidade. Em todos os períodos, os valores apresentados pelo VITREMER foram estatisticamente superiores aos do VIDRION R.

## 8. APÊNDICE

## 8. APÊNDICE

TABELA 5 - Valores originais de resistência à compressão e média final em MPa de 10 amostras fraturadas para os materiais VIDRION R e VITREMER analisados nos intervalos de 15 minutos, 1 hora e 24 horas.

<b>PRODUTOS</b>	<b>15 MINUTOS</b>	<b>1 HORA</b>	<b>24 HORAS</b>
	29,28	47,14	92,85
	27,85	50,35	95,00
	27,85	47,50	98,21
	28,57	50,71	100,7
<b>VIDRION R</b>	27,14	50,35	97,85
	25,71	47,50	101,07
	30,00	47,14	94,28
	24,64	50,00	83,57
	31,42	50,71	88,92
	29,28	44,28	83,21
<b>MÉDIA FINAL</b>	<b>28,174</b>	<b>48,568</b>	<b>93,566</b>
	52,85	110,35	125,71
	57,85	90,71	117,85
	67,85	78,57	122,14
	72,85	101,42	120,0
<b>VITREMER</b>	60,71	112,14	124,28
	59,28	107,14	107,14
	61,42	82,14	118,57
	53,57	82,85	127,14
	55,00	77,85	109,28
	59,28	84,28	122,14
<b>MÉDIA FINAL</b>	<b>60,066</b>	<b>92,745</b>	<b>119,425</b>

TABELA 6 - Valores médios da cinco penetrações de dureza em cada um dos cinco corpos de prova e a média final dos valores de dureza, para os dois materiais utilizados nos intervalos de 15 minutos, 1 hora e 24 horas.

<b>PRODUTOS</b>	<b>15 minutos</b>	<b>1 hora</b>	<b>24 horas</b>
	26,726	36,032	54,964
	21,690	37,196	55,784
<b>VIDRION R</b>	27,084	39,212	58,148
	26,020	36,176	53,632
	23,838	38,664	55,804
<b>MÉDIA FINAL</b>	<b>25,071</b>	<b>37,456</b>	<b>55,666</b>
	26,010	32,696	51,928
	24,348	38,452	53,308
<b>VITREMER</b>	21,01	37,196	54,524
	23,79	37,78	53,592
	21,372	34,176	54,224
<b>MÉDIA FINAL</b>	<b>23,306</b>	<b>36,060</b>	<b>53,515</b>

TABELA 7 - Análise de variância (Resistência à compressão)

<b>Causas da variação</b>	<b>G. L.</b>	<b>S.Q.</b>	<b>Q.M</b>	<b>Valor F</b>	<b>Prob.&gt;F</b>
Material	1	17294,130922	17294,1309226	322,9178	0,00001
Tempo	2	39236,7455241	19618,727620	366,3162	0,00001
Mat*Tem	2	876,5722572	438,2861286	8,1837	0,00110
Residuo	54	2892,0152564	53,5558381		
<b>TOTAL</b>	<b>59</b>	<b>60299,4639603</b>			

Média Geral 73,76783

Coefficiente de variação 9,921%

TABELA 8 - Teste de Tukey para médias de material dentro de 15 minutos do fator tempo.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%
1	2	VITREMER	10	60,066003	60,066003	a
2	1	VIDRION R	10	28,173999	28,173999	b

TABELA 9 - Teste de Tukey para médias de material dentro de 1 hora do fator tempo.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%
1	2	VITREMER	10	92,744995	92,744995	a
2	1	VIDRION R	10	48,567999	48,567999	b

TABELA 10 - Teste de Tukey para médias de material dentro de 24 horas do fator tempo.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%
1	2	VITREMER	10	119,425000	119,425000	a
2	1	VIDRION R	10	93,628998	93,628998	b

TABELA 11 - Teste de Tukey para médias de tempo dentro de vidrion R do fator material

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%
1	3	24 horas	10	93,628998	93,628998	a
2	2	1 hora	10	48,567999	48,567999	b
3	1	15min	10	28,173999	28,173999	c



TABELA 12 - Teste de Tukey para médias de tempo dentro do VITREMER do fator material

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%
1	3	24 horas	10	119,425000	119,425000	a
2	2	1 hora	10	92,744995	92,744995	b
3	1	15min	10	60,066003	60,066003	c

TABELA 13 - Análise de variância (Microdureza superficial)

Causas da variação	G. L.	S.Q.	Q.M.	Valor F	Prob.>F
Material	1	23,5206874	23,5206874	6,5401	0,01646
Tempo	2	4667,5824238	2333,7912119	648,9319	0,00001
Mat*Tem	2	0,7138974	0,3569487	0,0993	0,90537
Resíduo	24	86,31255844	3,5963577		
<b>TOTAL</b>	<b>29</b>	<b>4778,1295930</b>			

Média Geral 38,512531

Coefficiente de variação 4.924%

TABELA 14 - Teste de Tukey para médias de material dentro de 15 minutos do fator tempo.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%
1	2	VITREMER	5	25,071600	25,071600	a
2	1	VIDRION R	5	23,306001	23,306001	a

TABELA 15 - Teste de Tukey para médias de material dentro de 1 hora do fator tempo.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%
1	2	VITREMER	5	37,456000	37,456000	a
2	1	VIDRION R	5	36,059998	36,059998	a

TABELA 16 - Teste de Tukey para médias de material dentro de 24 horas do fator tempo.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%
1	2	VITREMER	5	55.666400	55.666400	a
2	1	VIDRION R	5	53.515198	53.515198	a

TABELA 17 - Teste de Tukey para médias de tempo dentro de VIDRION R do fator material

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%
1	3	24 horas	5	55,666400	55,666400	a
2	2	1 hora	5	37,456000	37,456000	b
3	1	15min	5	25,071600	25,071600	c

TABELA 18 - Teste de Tukey para médias de tempo dentro de VITREMER do fator material.

Num. Ordem	Num. Trat.	Nome	Num. Repet.	Médias	Médias Originais	5%
1	3	24 horas	5	53,515198	53,515198	a
2	2	1 hora	5	36,059998	36,059998	b
3	1	15min	5	23,306001	23,306001	c

## SUMMARY

## SUMMARY

The purpose of this work was to verify the superficial microhardness and the compressive strength of VIDRION R (SS WHITE) and VITREMER (3M) glass ionomer cements, Type II, stored at 37°C and 100 % relative humidity for 15 minutes, 1 hour and 24 hours. For the superficial microhardness test were made five samples from each material, in temperature (23±2°C) and relative humidity (50 ± 10 %) in controlled environmental. The materials were ratio and mixing in accordance with the manufacturer's instructions and placed in plastic mold with 6 mm in diameter and 1.8 mm in height. The samples were stored in dissecator at 37°C and 100 % relative humidity. The values of superficial microhardness (KHN) were determined by indentations (DURIMET) with load of 50 weight by 30 seconds, totalizing five indentations in each sample. For the compressive strength test were made ten samples for each intervals purpose, according to Association Dental American specification n# 9, in temperature and humidity controlled environmental. The mixing of the powder/liquid ratio was realized according to manufacturer's instructions. The samples of VITREMER glass ionomer cement (activation triple) were polymerized by visible light with a VISILUX 2 (3M) unit, by 40 seconds and after stored in a dissecator at 37°C and 100 % relative humidity. The compressive strength was obtained by LOS machine (GERMANY), with load of 100 kg/min. The superficial microhardness and compressive strength values were submitted to Tukey's test at 5 % confidence level. The storage time increased the values of superficial microhardness for the two materials (  $p < 0.05$ ). In each storage period, the values of superficial microhardness did not show difference statistically significant for the two materials. The storage time increased the values of compressive strength of cements (  $p < 0.05$ ). However, the values presented by VITREMER glass ionomer cement were statistically higher than the VIDRION R cement, in all periods.

*Key Words: Dental Materials, Dental Cements - Storage*

## 10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

## 10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS\*

- 1 - AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Council on dental materials and devices. Dental silicate cement: specification n°9. J. Am. dent. Ass., Chicago, v.102, n.3, p.350-351, Mar. 1981.
- 2 - BARATIERI, L.N., NETTO, J.C., NAVARRO, M.F.L. Cimentos de ionômero de vidro. I - composição, reação de presa, tipos e principais características. Odont. Mod., Rio de Janeiro, v. 13, n.1, p.20-25, jan./fev.1986.
- 3 - BARRY, T.I., CLINTON, D.J., WILSON, A.D. The structure of glass-ionomer cement and its relationship to the setting process. J. dent. Res., Washington, v.58, n.3, p.1072-1079, Mar. 1979.
- 4 - BOSCARIOLI, A.P.T. Influência do meio ambiente, proteção superficial e tempo de armazenagem sobre a resistência à compressão de cimentos de ionômero de vidro restauradores. Dissertação(Mestrado em Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, 1993. 78p.
- 5 - BRACKETT, W.W., JOHNSTON, W.M. Relative microhardness of glass ionomer restorative materials as an indicator of finishing time. J. Am. dent. Ass., Chicago, v.118, n. , p.599-602, May, 1989.
- 6 - CARVALHO, A.S. Avaliação da liberação de flúor de materiais restauradores em função dos meios de imersão. Dissertação (Mestrado em Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, 1995. 101p.
- 7 - COHEN, S., SCHULMAN, A. Glass ionomer cements. A materials review. N. Y. J. Dent., New York, v.55, n.7, p.257-261, Nov. 1985.
- 8 - CRISP, S., LEWIS, B.G., WILSON, A.D. Characterization of glass-ionomer cements. 3. Effect of polyacid concentration on the physical properties. J. Dent., Surrey, v.5, n.1, p.51-56, Mar. 1977.
- 9 - \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_. Characterization of glass-ionomer cements. 2. Effect of the powder: liquid ratio on the physical properties. J. Dent., Surrey, v.4, n.6, p.287-290, Nov. 1976a.

---

\*De acordo com a NBR 6023 de ago./1989, da Associação Brasileira de Normas Técnicas. Abreviaturas de periódicos segundo o "World List of Scientific Periodicals".

- 10 - CRISP, S., LEWIS, B.G., WILSON, A.D. Characterization of glass-ionomer cements. I. Long term hardness and compressive strenght. J. Dent., Surrey, v.4, n.4, p.162-166, July, 1976b.
- 11 - CRISP, S., WILSON, A.D. Reactions in glass-ionomer cements: V. Effect of incorporating tartaric acid in the cement liquid. J. dent. Res., Washington, v.55, n.6, p.1023-1031, Nov./Dec. 1976.
- 12 - \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_. Reactions in glass ionomer cements: III. The precipitation reaction. J. dent. Res., Washington, v.53, n.6, p.1420-1424, Nov./Dec. 1974.
- 13 - \_\_\_\_\_. et al. Properties of improved glass-ionomer cement formulations. J. Dent., Surrey, v.3, n.3, p.125-130, May, 1975.
- 14 - \_\_\_\_\_. et al. Reactions in glass ionomer cements: II - An infrared spectroscopic study. J. dent. Res., Washington, v. 53, n.6, p.1414-1419, Nov./Dec. 1974.
- 15 - CROLL, T.P. Visible light-hardened glass-ionomer cement base/liner as an interim restorative material. Quintessence Int., Berlin, v.22, n.2, p.197-141, 1991.
- 16 - EARL, M.S.A., IBBETSON, R.J. The clinical disintegration of a glass-ionomer cement. Br. Dent. J., London, v.161, n.8, p.287-291. Oct. 1986.
- 17 - KENT, B.E., LEWIS, B.G., WILSON, A.D. The properties of glass ionomer cement. Br. dent. J., London, v.135, n.7, p.322-326, Oct. 1973.
- 18 - KNIGHT, G.M. The co-cured, light-activated glass-ionomer cement-composite resin restoration. Quintessence Int., Berlin, v.25, n.2, p.97-100, 1994.
- 19 - LAMBERT, R.L. Glass ionomer cements. J. Coll. dent. Ass., Denver, v.69, n.2, p.14-18, Oct. 1990.
- 20 - LEWIS, B.A., BURGESS, J.O., GRAY, S.E. Mechanical properties of dental base materials. J. Am. Dent., San Antonio, v.5, n.2, p.69-72, Apr. 1992.
- 21 - McLEAN, J.W. Glass-ionomer cements. Br. dent. J., London, v.164, n.9, p.293-300, May, 1988.

- 22 - McLEAN, J.W., NICHOLSON, J.W., WILSON, A.D. Proposed nomenclature for glass-ionomer dental cements and related materials. Quintessence Int., Berlim, v.25, n.9, p.587-589, Sept. 1994.
- 23 - MARTINS, L.R.M. et al. Restaurações com cimentos ionoméricos. Revta Odont. USP, v.1, n.2, p.24-27, abr./jun. 1987.
- 24 - MOUNT, G.J., MAKINSON, O.F. Glass-ionomer restorative cements: clinical implications of the setting reaction. Operative Dent., Seattle, v.7, n. ,p.134-141, Sept. 1982.
- 25 - NAVARRO, M.F.L., PALMA, R.G., DEL'HOYO, R.B. O que é preciso saber a respeito de ionômero de vidro? Inovações - vantagens e desvantagens. In: FELLER, C., BOTTINO, M.A., coord. Atualização na clínica odontológica: a prática da clínica geral. São Paulo: APCD, Artes Médicas, 1994. cap.4, p.61-74.
- 26 - O'HARA, J.W., LENTZ, D.L. TAYLOR, T.J. Surface characteristics of glass ionomer cements when treated with cavity varnish. Operative Dent., Seattle, v.14, n.3, p.133-135, Summer, 1989.
- 27 - OILO, G. Characterization of glass-ionomer filling materials. Dent. Mater., Washington, v.4, n.1, p.129-133, Feb. 1988.
- 28 - PIZZORNO, N.B., RIBAS, L.M.T. Solubilidad de un ionómero y de un silicato. Revta Asoc. Odont. Argent., Buenos Aires, v.72, n.2, p.36-37, mayo, 1984.
- 29 - PHILLIPS, R.W. The glass ionomer cement. J. Am. dent. Ass., Chigago, v.120, n.1, p.19, Jan. 1990.
- 30 - \_\_\_\_\_. Materiais dentários de Skinner. 9 ed. Rio de Janeiro: Guanabara-Koogan, 1993. p.261.
- 31 - \_\_\_\_\_, BISHOP, B.M. An in vitro study of moisture on glass ionomer cement. Quintessence Int., Berlin, v.16, n.3, p.175-177, Feb. 1985.
- 32 - SMITH, D.C. Composition and characteristics of glass ionomer cements. J. Am. dent. Ass., Chicago, v.120, n.1, p.20-22, Jan. 1990.



- 33 - WALLS, A.W.G. Glass polyalkenoate (glass-ionomer) cements: a review. J. Dent., Guilford, v.14, n.6, p.231-246, Dec. 1986.
- 34 - WILLIAMS, J.A., BILLINGTON, R.W. Changes in compressive strength of glass ionomer restorative materials with respect to time periods of 24 hours to 4 months. J. oral Rehabil., Oxford, v.18, n. 2, p.163-168, Mar. 1991.
- 35 - \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_. Increase in compressive strength of glass-ionomer restorative materials with respect to time: a guide to their suitability for use in posterior primary dentition. J. oral Rehabil., Oxford; v.16, n.5, p.475-479, Sept. 1989.
- 36 - WILSON, A.D., KENT, B.E. The glass ionomer-cement: A new translucent dental filling material. J. Appl. Chem. Biotechnol., v.21, p.313, 1971. In: \_\_\_\_\_, McLEAN, J.W. Glass-ionomer cement. Chicago: Quintessence, 1988. p. 13-19.
- 37 - \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_. A new translucent cement for dentistry. The glass ionomer cement. Br. dent. J., London, v.132, n.15, p.133-135, Feb. 1972.
- 38 - \_\_\_\_\_ et al. The influence of polyacid molecular weight on some properties of glass-ionomer cements. J. dent. Res., Washington, v.68, n.2, p.89-94, Feb. 1989.
- 39 - ZYTKIEVITZ, E., PIAZZA, E. Cimentos de ionômero de vidro. Classificação, indicação, propriedades, metodologia de uso. RGO, Porto Alegre, v.36, n.6, p.464-468, nov./dez. 1988.