

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

**ANA PAULA TEIXEIRA BOSCARIOLI**  
**CIRURGIÃ-DENTISTA**

**INFLUÊNCIA DO MEIO AMBIENTE, PROTEÇÃO  
SUPERFICIAL E TEMPO DE ARMAZENAMENTO  
SOBRE A RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DE  
CIMENTOS DE IONÔMERO DE VIDRO  
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 - S.P.**

**1993**

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

**ANA PAULA TEIXEIRA BOSCARIOLI**  
**CIRURGIÃ-DENTISTA**

**INFLUÊNCIA DO MEIO AMBIENTE, PROTEÇÃO  
SUPERFICIAL E TEMPO DE ARMAZENAMENTO  
SOBRE A RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DE  
CIMENTOS DE IONÔMERO DE VIDRO  
RESTAURADORES.**

Orientador: Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GÓES

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 - S.P.

1993

Aos meus pais João e Therezinha pela dedicação, apoio e incentivo durante todas as etapas de minha vida.

Aos professores José C. Imparato e José C. Gavazzi que sempre me estimularam e ajudaram na carreira acadêmica.

Ao Prof. Dr. Mário Fernando de Góes, sem a ajuda do qual seria impossível a realização deste trabalho, e a quem passo todos os méritos.

Dedico.

## **AGRADECIMENTO ESPECIAL**

Ao Prof. Dr. Simonides Consani, pelas valiosíssimas sugestões apresentadas no desenvolvimento deste trabalho.

À Profa. Dra. Marinéia de Lara Haddad, do Departamento de Entomologia da Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz - ESALQ - USP, pela contribuição na elaboração da análise estatística.

## AGRADECIMENTOS

Aos Profs. Drs. Renato Roberto Biral, Diretor, e Oswaldo Di Hipólito Júnior, Diretor Associado da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pelo apoio e incentivo à pesquisa.

Aos Profs. Drs. Luiz Antônio Ruhnke e Wolney Luiz Stolf, da Área de Materiais Dentários, pelos conhecimentos transmitidos durante minha formação.

Ao Prof. Dr. Walter Barbieri, do Dpto. de Meteorologia da Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz - ESALQ - USP, pelos conhecimentos transmitidos durante a realização deste trabalho.

Aos funcionários Sr. Adário Cangiani, Pedro Justino e Selma A. B. de Souza pela valiosa e prestativa ajuda oferecida durante todo o curso.

Ao colega Mário A. C. Sinhoretti, pela colaboração na realização de diapositivos.

À Sra Sueli Soliani, bibliotecária da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP pela orientação na revisão e referências bibliográficas.

À Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (PICAPES), pela concessão da bolsa de estudos.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP - Processo n.o 92/2462-3, pelo auxílio concedido.

Aos colegas de turma de Pós-graduação pela amizade, emoções e conhecimentos trocados durante o curso.

Aos meus irmãos e amigas com quem convivi durante o curso de Pós-graduação, em particular, pela amizade que recebi.

E a todos que direta ou indiretamente, participaram do meu desenvolvimento.

## SUMÁRIO

	Pg.
1 - INTRODUÇÃO	02
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	05
3 - PROPOSIÇÃO	34
4 - MATERIAIS E MÉTODO	36
5 - RESULTADOS	44
6 - DISCUSSÃO	50
7 - CONCLUSÃO	57
8 - RESUMO	59
9 - SUMMARY	61
10 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	63
11 - APÊNDICE	68

## **1 - INTRODUÇÃO**

## 1 - INTRODUÇÃO

O cimento de ionômero de vidro foi desenvolvido no final dos anos 60 no Laboratório de Química Governamental de Londres e descrito por WILSON e KENT<sup>28</sup>, em 1971, como resultado da combinação das propriedades de resistência e liberação de íons flúor do pó vítreo do cimento de silicato dental, com a biocompatibilidade e características adesivas do ácido poliacrílico usado para formar o cimento de policarboxilato de zinco.

Essa classe de material geleifica-se através da reação entre uma solução aquosa de ácido poliacrílico (ácido) e o pó vítreo composto pelo aluminossilicato de cálcio (base), onde os cátions  $\text{Ca}^{+2}$  e  $\text{Al}^{+3}$  são liberados pelo ataque do ácido sobre a superfície das partículas vítreas, produzindo um gel silícico e os cátions formando ligações cruzadas com as cadeias do polianion. Os sais de cálcio são formados na fase inicial de geleificação e posteriormente são substituídos pelos sais de alumínio, responsáveis pela geleificação final e desenvolvimento da resistência<sup>9,13</sup>.

Durante o processo evolutivo de desenvolvimento, o componente líquido do cimento que apresentava curto tempo de vida útil, por apresentar-se viscoso e instável ao armazenamento devido ao seu alto peso molecular, deu espaço para a avaliação de outros ácidos poliacrílicos, como o ácido polimaleico e copolímeros do ácido acrílico, como o ácido itacônico, de peso molecular mais baixo<sup>11,12,40,42</sup>. Foram avaliados também os cimentos onde o ácido poliacrílico, é seco à vácuo e obtido um pó, que é incorporado às partículas vítreas. Nesse caso, a reação é iniciada pela adição da água ou solução aquosa de ácido tartárico<sup>5,21,30</sup>. Neste caso, o ácido tartárico, que tem ação quelante, reage preferencialmente com os cátions das partículas vítreas, prevenindo sua união à cadeia polianiónica, aumentando assim, o tempo de trabalho para em seguida acelerar a formação da cadeia de poliacrilato e conseqüentemente, a presa final do cimento<sup>7,28,41</sup>.

Embora as maiores vantagens dos cimentos ionoméricos estejam concentradas na adesividade e na habilidade em liberar íons flúor, a indicação como material restaurador tem causado controvérsias<sup>21,22</sup>. Isto porque esta classe de materiais apresenta problemas relacionados com a baixa resistência mecânica e altos índices de solubilidade. Estas características tem relação direta com a geleificação inicial do cimento, onde ocorre a formação do policarboxilato de cálcio, cujo potencial de formação das cadeias cruzadas com os polianions é inferior àquelas formadas no policarboxilato de alumínio que são formados

posteriormente e conferem resistência ao cimento. Assim, o contato com a água na fase inicial da reação além de solubilizar o sal primeiramente formado, pode lixiviar os cátions alumínio que estariam sendo transferidos ao polânion, limitando assim, o desenvolvimento da reação<sup>8,33</sup>.

Dessa forma, a presença de umidade no meio oral é crítica sendo necessário uma cobertura superficial imediatamente após a confecção da restauração<sup>8,14,15</sup>. Além deste aspecto, a umidade do ar e temperatura do ambiente de trabalho também podem exercer influência no preparo do cimento de ionômero de vidro durante a confecção da restauração, através de alterações na proporção políquido, o que conseqüentemente, alteraria as propriedades físicas do material<sup>20,35</sup>.

## **2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

## 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Em 1973, KENT et al.<sup>17</sup> estudaram as propriedades de consistência, tempo de presa, resistência à compressão, solubilidade e desintegração do cimento de ionômero de vidro comparando-o com outros cimentos dentais como o silicato, policarboxilato, fosfato de zinco e óxido de zinco e eugenol. Os materiais foram manipulados à temperatura de  $23\pm 1^{\circ}\text{C}$  e  $50\pm 2\%$  de umidade relativa do ar, seguindo as instruções fornecidas pelo fabricante. Todos os cimentos foram preparados na mesma consistência, ou seja, aquela utilizada para restaurações. Testes de resistência à compressão e tração foram realizados com amostras após 24 horas e 7 dias e a solubilidade determinada através da pesagem da amostra do cimento antes e após a imersão em água. A erosão em meio ácido foi avaliada após 1 e 8 dias, sendo as amostras imersas em 100ml de lactato tamponado 100N (pH 4,0,  $37^{\circ}\text{C}$ ) durante 24 horas. Após este período de tempo as amostras foram removidas, lavadas, pesadas e colocadas em nova alíquota de 100ml de lactato tamponado 100N por um período de 7 dias. A erosão provocada pelo ácido foi calculada pela porcentagem de perda de peso. Testes adicionais foram realizados para estudar o efeito de condições ácidas e aquosas sobre a superfície do cimento de ionômero de vidro e silicato, onde as superfícies foram examinadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM), e a opacidade dos cimentos após 24 horas foi avaliada usando um reflectômetro. Os autores observaram que a resistência à compressão do cimento de ionômero de vidro era semelhante ao silicato, mas apresentava maior resistência à tração diametral, maior translucidez e menor acidez inicial quando comparado com os cimentos que usavam ácido fosfórico. Quanto aos testes de desintegração, solubilidade e erosão, os resultados foram melhores quando comparados aos do cimento de silicato.

CRISP et al.<sup>13</sup>, em 1974, estudaram através de técnica de espectroscopia por infravermelho o cimento de ionômero de vidro ASPA I. O pó vítreo (G200) foi preparado e separado em partículas de até  $42\mu\text{m}$ . O líquido que foi combinado com o pó para formar o cimento foi uma solução aquosa com 50% de ácido poliacrílico, com peso molecular médio de 23.000, sendo manipulado à uma temperatura de  $21^{\circ}\text{C}$ . Após o cimento preparado as medidas de reflexão total atenuada (ATR) foram efetuadas após 5 minutos do início da mistura, seguindo 10 minutos, 3, 6, e 24 horas. Para interpretação do espectro na análise do cimento, a referência dos componentes químicos dos prováveis produtos da reação foram tomados como: precipitado gelatinoso de poliacrilato de alumínio,

sais de cálcio e de sódio, e sílica gel. Dessa forma, os autores mostraram que na formação do cimento de ionômero de vidro, o pó de alumino silicato é degradado à um gel silícico e são formados os sais de cálcio e sódio. Inicialmente, é formado o sal de cálcio que é responsável pela geleificação e presa inicial, e posteriormente, o sal de alumínio que é responsável pela presa final. A diferença na proporção de formação do sal é explicado pela baixa mobilidade do íon alumínio devido à conseqüente hidratação, morfologia dos cátions na superfície do vidro e às exigências para ligação cruzada dos íons  $Al^{3+}$ . Os autores relatam ainda, que alguns grupos carboxílicos permanecem sem reagir possivelmente por serem inacessíveis e também porque a cadeia poliacrílica é grandemente ionizada e o hidrogênio remanescente torna-se firmemente unido por forças eletrostáticas, como consequência tem pequeno efeito na função acídica e são recolocados por cátions com dificuldade.

CRISP & WILSON<sup>6</sup>, em 1974, estudaram por métodos de condutância elétrica e química os íons solúveis em água, dos cimentos de ionômero de vidro, com variação no tempo. A medida de condutância elétrica dá uma indicação do número de íons e sua mobilidade no cimento. Para a análise química, o cimento após ser misturado foi envolvido por um filme de polietileno para prevenir a perda de umidade e estocado a 20°C até o momento da análise. Após 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 numa quarta porção de água adicionada à mistura foi deixada assentar durante uma noite. Esta técnica não seria aplicável em cimentos que apresentassem um tempo menor que 10 minutos do início da mistura onde este deveria ser moído com 3ml de água. No entanto, ambas as técnicas foram usadas para este cimento. Para o estudo da condutância elétrica o cimento foi preparado e colocado em uma célula especialmente desenhada, onde a condutância elétrica foi medida com o tempo variando de 3 minutos a 3 meses. Os autores concluíram que na primeira fase da reação, os íons liberados da partícula de vidro precipitam para formar matriz geleificada. A união dos íons metálicos ao poliânion talvez seja por pontes iônicas intermoleculares. Os íons cálcio reagem com o ácido poliacrílico nos primeiros minutos. Fluoretos e fosfatos competem com o poliânion para formar sais insolúveis e complexos, e sílica gel é formada. A resistência e insolubilidade dessa matriz é um resultado da união covalente entre as cadeias do polímero e ligação cruzada por ponte iônica.

CRISP et al.<sup>12</sup>, em 1975, descreveram modificações em várias formulações do cimento de ionômero de vidro ASPA para melhorar a manipulação e as propriedades de presa. Foi usado uma mistura de sílica, alumina, fluoretos de sódio, cálcio e alumínio e fosfatos fundidos à temperatura de 1000 a 1300 °C e obtidas partículas vítreas com tamanho de até 45 µm. Foi preparada uma solução aquosa de ácido poliacrílico para cada variável do cimento ASPA I, II, III e IV. Para ASPA I, foi utilizado uma solução aquosa 50% de ácido poliacrílico; para ASPA II, adição de um comonômero ácido quelante (ácido tartárico) à solução polieletrólítica; para ASPA III, adição de metanol, para diminuir a geleificação pela redução do número de grupos carboxílicos do ácido; e ASPA IV, onde o líquido é preparado com um copolímero do ácido poliacrílico de ácidos acrílicos e itacônicos. Depois da mistura do cimento, propriedades como consistência, tempo de presa e de trabalho, resistência à tração diametral, dureza superficial, opacidade, resistência à compressão e solubilidade e desintegração, foram determinadas de acordo com as especificações do Padrão Britânico para cimentos de silicato e sílico fosfato. De acordo com os resultados, os autores relataram que a consistência e características de manipulação do cimento ASPA IV são diferentes das outras formulações. O tempo de presa do cimento ASPA I é mais longo e geleifica vagarosamente, de acordo com os resultados da dureza superficial. A resistência e solubilidade das várias formulações não diferiram significativamente exceto que ASPA III foi significativamente mais frágil que as outras variantes em compressão. A opacidade dos cimentos foi maior que o máximo especificado para cimento de silicato. Os autores enfim concluíram que as propriedades do cimento de ionômero de vidro ASPA foram influenciadas pela natureza do líquido polieletrólítico, onde a incorporação de um comonômero quelante (ácido tartárico), ao poliácido aumenta a velocidade de presa sem afetar o tempo de trabalho. Substituição do homopolímero de ácido acrílico por um copolímero ácido acrílico/itacônico, de menor viscosidade quando em solução aquosa, traz melhoramentos do sistema, prolonga o tempo de trabalho e o nível de geleificação é aumentada. Esse líquido além de ser indefinidamente estável a concentração de 50%, não geleifica como o homopolímero do ácido acrílico. Os sistema designado ASPA IV foi a variante preferível de cimento de ionômero de vidro.

CRISP et al.<sup>8</sup>, em 1976, estudaram a resistência à compressão e a dureza superficial de 3 variações do cimento de ionômero de vidro ASPA G 200, denominadas ASPA II, III e IV. Foram incluídos no estudo em nível de

comparação o cimento de silicato e o cimento de polycarboxilato de zinco. As proporções pó/líquido foram cuidadosamente registradas e a mistura feita em ambiente controlado (21°C e 50% de UR). As medidas iniciais de dureza superficial foram feitas aos 15 minutos e 1 hora sobre uma amostra de cimento em forma de disco (20 mm de diâmetro por 1,5 mm de espessura) usando o microdurômetro WALLACE. As amostras foram mantidas em um forno a 37°C após 2 minutos do início da mistura e removidas um minuto antes da leitura de dureza superficial. Foram feitas uma média de 3 leituras em discos separados para os tempos de 15 minutos e 1 hora. Os discos preparados para leitura de dureza superficial com mais de 1 hora de idade eram transferidos após decorrido este tempo, a um umidificador (37°C) até o momento da leitura. Sobre estes foram feitas uma média de 5 leituras sobre o mesmo disco. Os números de penetração WALLACE foram transferidos para número de dureza "Woxen" (WHN). Para determinação da resistência à compressão foram preparados cilindros (6mm de diâmetro x 12 mm de comprimento) e estocados em seus moldes a 37°C por 1 hora até a primeira leitura de resistência à compressão de acordo com o Padrão Britânico BS 3365/1. As amostras para determinações após este tempo (até 1 ano de idade) eram removidas de seus moldes e estocados em água ou parafina líquida não volátil. Os autores concluíram que a dureza superficial das 3 variáveis de cimento de ionômero de vidro estudadas estavam quase completamente desenvolvidas a 24 horas, aumentando levemente após o período de estudo (1 ano) e estando seus valores entre o cimento de silicato e o cimento de polycarboxilato de zinco, podendo ser explicado principalmente em termos de ligação cruzada e conectividade do íon  $Al^{+3}$  sobre o íon  $Zn^{+2}$ . Quanto à resistência à compressão os cimentos aumentam seus valores apreciavelmente acima de 24 horas e tendem a atingir seu valor máximo após 1 ano quando estocados em água. A estocagem das amostras em parafina aumenta a resistência à compressão, onde após 1 ano não mostrava nenhuma indicação de aproximação à um máximo. Este comportamento sendo atribuídos a remoção de alguns cátions metálicos da amostra quando estocados em água, com conseqüente redução do potencial de formação de ligações cruzadas adicionais.

WILSON et al.<sup>41</sup>, em 1976, examinaram um número de agentes quelantes para o cimento de ionômero de vidro, onde as seguintes características de presa foram buscadas : tempo de manipulação, tempo de presa e geleificação de presa. O instrumento usado foi um reômetro oscilatório, onde definições apropriadas foram usadas para tabulação de tempo de presa e de trabalho por

reogramas, o que caracteriza também uma taxa máxima de presa. O pó do cimento foi um vidro de íons lixiviáveis designado G 200 e uma solução de ácido poliacrílico foi preparada e concentrada a 50% e os agentes quelantes foram adicionados em geral numa razão de 5:100 partes em peso. Os cimentos foram misturados em ambiente controlado a  $23^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$  e UR  $50\pm 5\%$  e transferidas ao reômetro de oscilação onde foram registradas as curvas representantes da amplitude de oscilação e seu decréscimo, estimando assim os tempos de presa e de trabalho. A taxa máxima de presa foi expressa como sua medida na redução da porcentagem da amplitude inicial por minuto. Outras medidas também foram feitas como resistência à compressão a 24 horas, solubilidade e desintegração, e tempo de presa usando os testes das especificações padrão. Tempo de trabalho foi medido usando agulhas de Gilmore, resistência à tração pela carga de compressão diametral e a dureza superficial registrada usando um diamante Vickers padronizado. Os autores concluíram que os quelatos ácidos provavelmente transferem os íons metálicos do vidro e também ajudam mantê-los na solução prevenindo união prematura dos íons à cadeia polianiónica. O efeito é aumentar a taxa de endurecimento sem reduzir o tempo de trabalho. O ácido tartárico foi o mais efetivo dos comonômeros, podendo formar ponte quelato entre os átomos de alumínio e, estes complexos metálicos provavelmente agem como estrutura ponte flexível ligando cadeias polianiónicas, oferecendo vantagens sobre as pontes de sal.

CRISP et al.<sup>9</sup>, em 1976 estudaram a relação entre a proporção pó/líquido e as propriedades físicas de 4 tipos de cimento de ionômero de vidro (ASPA I, II, III e IV). Todas as variedades empregaram o pó, baseado no vidro de aluminossilicato G 200 com tamanho de partícula de  $45\mu\text{m}$ . Os líquidos poliácidos das 4 variações do cimento ASPA foram preparados no laboratório e as misturas entre pó e líquido feitas a  $21^{\circ}\text{C}$  e 50% de UR. As determinações de consistência, tempo de presa, resistência à compressão e solubilidade foram feitas de acordo com o padrão Britânico BS 3385. Dureza foi medida em um Microdurômetro Wallace usando um diamante Vickers. Somente duas proporções pó/líquido foram usadas e após a mistura foram mantidos em água ou parafina para a medida de resistência à compressão. Os autores concluíram que o cimento dental de ionômero de vidro usado para restauração deveria ser misturado em altas proporções pó/líquido para produzir pastas de cimento que tenham rápida geleificação, alta resistência, e maior resistência ao efeito da umidade. Apesar do

aumento na proporção pó/líquido **reduzir** o tempo de trabalho, este dependerá das considerações clínicas requeridas.

CRISP & WILSON<sup>7</sup>, em 1976, estudaram o efeito do ácido tartárico incorporado ao líquido do cimento de ionômero de vidro, sobre a reação do cimento ASPA. Os estágios da reação foram estudados durante um período de 24 horas pelo uso da técnica de reflectância total atenuada (ATR) de espectroscopia infravermelha, monitorando a transformação 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 a concentração de espécies iônicas solúveis presentes no cimento geleificado. O pó de cimento usado foi um vidro de íons lixiviáveis designado G200, com tamanho de partículas de 45µm. A solução de ácido poliacrílico foi preparado na concentração de 50% v/v a vácuo (líquido I para o cimento ASPA I). Ao líquido I foi adicionado o ácido tartárico (5% v/v) que apresentaria na composição final 47,5% v/v de ácido poliacrílico e 5% v/v de ácido tartárico, chamando-se líquido II para o cimento ASPA II. A proporção utilizada foi de 3g de pó para 1ml de líquido, sendo todo o experimento feito a 23° C. Uma quantia de pó foi diluída na proporção de 1:100 e agitadas nas soluções dos líquidos I e II. As suspensões foram centrifugadas e as concentrações de Al, Ca, Na, F e fosfato determinadas pelo método químico. Estudo espectroscópico infravermelho foi feito sobre o cimento. De acordo com os resultados, a reação de presa do cimento ASPA II é essencialmente a mesma do cimento ASPA I: o vidro de aluminossilicato de cálcio é parcialmente decomposto pelo ataque ácido a sílica gel, enquanto os íons Ca e Al liberados unem-se para formar a cadeia de poliacrilato, levando a pasta de cimento a gel e a geleificação. A principal diferença entre as duas variações está na evolução da taxa da reação. O ácido tartárico, incorporado na solução de ácido poliacrílico age como acelerador facilitando a extração de íons do pó de vidro. Assim, haverá uma maior concentração de cátions para reagir com os poliânions e subsequente aumento na velocidade de geleificação. O tempo de trabalho não é afetado, presumindo-se a formação de complexos que previnem a união prematura dos cátions para formar a cadeia de poliacrilato.

Em 1976, McLEAN<sup>20</sup> publicou uma nota comentando um novo material restaurador, o cimento de ionômero de vidro ASPA. O autor fez comparações com as propriedades dos cimentos de silicato, policarboxilato de zinco, e a resina composta. De acordo com o autor, o cimento apresentava-se na

mesma ordem do cimento de silicato, com a vantagem do ASPA se aderir à estrutura dental sendo a resistência de união à dentina metade daquela do esmalte. Outra vantagem é que o material é biocompatível com os tecidos da polpa, ao contrário do cimento de silicato que é muito ácido. Como desvantagem temos que a solubilidade apresenta-se a um nível mínimo somente quando um máximo da proporção pó/líquido é mantido e o cimento apresenta grande opacidade não podendo ser usado em áreas onde a consideração estética é primária. Quando comparadas com a resina composta, esta tem vantagens distintas sobre o cimento ASPA: a resistência à compressão, à tração diametral e solubilidade. Quando comparado ao cimento de policarboxilato, o cimento ASPA não passa de um cruzamento entre este e o cimento de silicato, sendo substituído o pó de óxido de zinco pelo vidro de aluminossilicato.

CRISP et al.<sup>10</sup>, em 1977, estudaram, o efeito da concentração do líquido (poliácido) sobre as propriedades físicas do cimento de ionômero de vidro. O pó usado foi baseado no vidro de aluminossilicato G 200 com tamanho de partículas de até 45µm e o líquido polieletrólítico usado baseou-se no ASPA IV formulado em várias concentrações. A mistura do pó e líquido foi feita a 21°C e 50% UR. Os testes de consistência, tempo de presa, resistência à compressão e solubilidade e desintegração foram feitos de acordo com o Padrão Britânico BS 3365/1. O tempo de trabalho foi medido pela penetração de uma agulha de Gilmore (28g) e à resistência à tração pelo teste de tração diametral. Todos os cimentos foram preparados com apropriadas proporções pó/líquido para oferecer a mesma consistência, um disco de diâmetro de 29±1mm. Os autores concluíram que para manter a mesma consistência para o cimento com concentrações acima de 38% em peso, foi necessário reduzir a proporção pó/líquido devido a difícil manipulação do cimento, havendo com isso um aumento do tempo de trabalho e uma alteração complexa no tempo de presa. Concluíram ainda que esse aumento na concentração com conseqüente redução na proporção pó/líquido aumentou linearmente a resistência à compressão e diminuiu a solubilidade e desintegração. Os resultados indicaram que a alta concentração da solução ácida é desejável.

WILSON et al.<sup>40</sup>, em 1977, descreveram o efeito do peso molecular do poliácido sobre as propriedades físicas do cimento de ionômero de vidro. Para isso uma concentração de 25% v/v foi adotado para o componente líquido, no qual é muito menor que aquela encontrada na formulação praticada de 50% em peso.

Isto porque, variando-se o peso molecular acima de 23.000 obtém-se uma solução de concentração altamente viscosa e impraticável. Sendo assim a viscosidade encontrada nas alterações da solução de ácido poliacrílico variou consideravelmente e conseqüentemente nenhuma proporção pó/líquido específica pode ser usada. A proposta do trabalho foi então avaliar como se alteram as propriedades do cimento quando é alterado o peso molecular do seu poliácido, independente de que, na concentração de 25% em peso, as propriedades do cimento obtido diferem inteiramente do cimento prático. O cimento foi preparado baseando-se no pó vítreo de aluminossilicato designado G 200, a uma temperatura de 21°C e 50% UR. Foram feitas determinações de consistência, tempo de presa, resistência à compressão e solubilidade de acordo com o Padrão Britânico BS 3365/1. O tempo de trabalho foi feito com auxílio da agulha de Gilmore e a resistência à tração pelo teste de compressão diametral. Os autores observaram, que o aumento no peso molecular produz um decréscimo no tempo de presa e de trabalho, e um aumento nas resistências à compressão e tração. Estas variações nas propriedades físicas são dependentes do alto peso molecular que oferece cadeia molecular longa para formação da malha do gel. No entanto estas soluções com ácido de alto peso molecular somente podem ser usadas à baixas concentrações para a formulação prática do cimento, o que produziria cimentos enfraquecidos.

BARRY et al.<sup>2</sup>, em 1979, descreveram a microestrutura e microcomposição do vidro G 200 e do cimento formado pela mistura deste com a solução aquosa do ácido poliacrílico. Também relacionaram a obtenção do vidro (composição e temperatura de fusão) com as características de manipulação do cimento. Lotes do vidro foram obtidos pela 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 temperatura que variou de 1150°C a 1300°C durante 75 minutos. Foi obtido um pó vítreo com partículas de 40µm. O líquido do cimento foi uma solução aquosa de 50% de ácido poliacrílico que foi misturado numa proporção de 1ml para 4g do pó vítreo. As amostras foram preparadas para observação em microscópio de luz incidente e microscópio eletrônico de transmissão. Um microscópio eletrônico de varredura adaptado com analisador de energia dispersiva de Rx foi usado para análise quantitativa dos componentes do vidro e cimento. Os autores concluíram que durante o resfriamento da massa vítrea, percebe-se a presença de regiões circunscritas, semelhante a gotas, ricas em cálcio e fluoretos apresentando-se de maneira totalmente amorfo, totalmente cristalino (fluoretos),

ou amorfo com núcleo cristalino, onde o tamanho e grau de cristalização destas regiões é dependente da temperatura e tempo de fusão. O ácido ataca a parte não cristalina dessas gotas o que mostra diferença quantitativa no desenvolvimento da reação de presa nas diferentes obtenções do pó para o cimento. A zona externa não cristalina das gotas são ricas em cálcio o que explica o lixiviamento preferencial e liberação deste componente nos primeiros estágios da reação. O processo vagaroso de geleificação depende do ataque lento da fase aluminossilicato, quando o alumínio é também liberado. O vidro preparado a 1300°C apresenta maior conteúdo de alumina e perde fluoretos. A composição, tendo influência da temperatura de obtenção do vidro, afeta assim as características de presa e processo de geleificação.

CRISP et al.<sup>11</sup>, em 1980, estudaram os copolímeros do ácido poliacrílico e outros monômeros para fornecer melhorias quanto à viscosidade, tempo de vida útil, qualidade de mistura e manipulação, tempo de trabalho adequado, resistência e estabilidade eletrolítica da solução poliacídica. Após o preparo da solução do polímero foi feita a determinação do peso molecular por 2 métodos: sedimentação ultra centrífuga e dispersão de luz, o qual resultam em valores absolutos de peso molecular em adições para a viscosidade. Para avaliar a estabilidade dos líquidos, ácido tartárico foi adicionado a solução do poliacido e seu espessamento observado em função do tempo por meio de um viscosímetro cilíndrico de rotação. Para o preparo do cimento foi usado o vidro G 200 e a manipulação efetuada a 23°C e 50% UR. Testes de consistência, tempo de presa, tempo de trabalho, resistência à compressão e a tração e solubilidade foram feitos usando os métodos descritos pela recomendação R 1565 da ISO, para cimento de silicato dental. Os autores concluíram que o cimento requer solução de ácido poliacenólico com pelo menos 50% em concentração para ter o máximo suas propriedades mecânicas. As vezes deve variar a concentração para diminuir sua tendência ao espessamento e geleificação. Certos copolímeros como o ácido itacônico, ácido metacrílico e acrilamida produzem soluções estáveis à concentração de 50%. Entre estes, o ácido itacônico e acrílico produzem cimentos com melhores propriedades físicas. A menor viscosidade da solução ácido poliacrílico/itacônico pode ser atribuída à união intra molecular dentro da unidade do ácido itacônico, formando um anel com 7 radicais o que reduz assim a incidência de união de hidrogênio intermolecular, contribuindo para a estabilidade da solução. Notaram também que copolímeros do ácido acrílico e certos outros ácidos alcenólicos embora não sejam

Indefinidamente estáveis em solução aquosa produzem cimento com alta resistência.

Segundo TUBELIS & NASCIMENTO<sup>24</sup>, em 1980 e OMETTO<sup>25</sup>, em 1981, a umidade do ar é a água na fase de vapor, que existe na atmosfera. São várias as fontes naturais de água, e sua passagem para a fase de vapor é realizada pelos processos físicos de evaporação e sublimação, e pela transpiração. A concentração de vapor d'água na atmosfera é extremamente variável e as mudanças de fase são acompanhadas por liberação ou absorção de calor latente. Numa dada pressão e temperatura, o ar consegue reter o vapor d'água até uma certa concentração limite. O ar é dito saturado quando o vapor d'água ocorre na sua concentração máxima. Para um mesmo valor de pressão, essa concentração máxima ou de saturação cresce com o aumento da temperatura. portanto, quanto maior a temperatura, maior é a capacidade do ar em reter vapor d'água. Geralmente o ar encontra-se com uma concentração de vapor d'água menor que a de saturação. A relação percentual entre a concentração de vapor d'água existente no ar e a concentração de saturação, na pressão e temperatura em que o ar se encontra, é definida como umidade relativa do ar. Uma das formas de se expressar a concentração do vapor d'água no ar é através de sua pressão parcial (pressão particular para o gás vapor d'água). Essa grandeza é denominada de tensão de vapor d'água no ar. A tensão de saturação de vapor d'água no ar é a pressão parcial do vapor d'água na condição de saturação. Outra forma de se expressar a concentração de vapor d'água no ar é através da umidade absoluta, que é a massa de vapor d'água existente na unidade de volume de ar.

A umidade de saturação é dada pela expressão:  $US = \frac{288 e_s}{273 - t_s}$

onde: US= limite máximo de concentração de vapor d'água na dada temperatura  $t_s$  (°C) e expressa em  $gH_2O/m^3$  de ar.

$e_s$ = tensão máxima de vapor d'água (tensão de saturação) na temperatura  $t_s$  (°C) expressada em mmHg.

A umidade absoluta, ou seja a quantidade de vapor d'água que existe no instante estudado, por volume de ar, pode ser dado pela expressão:

$$UA = \frac{288 e_a}{273 + t_a}$$

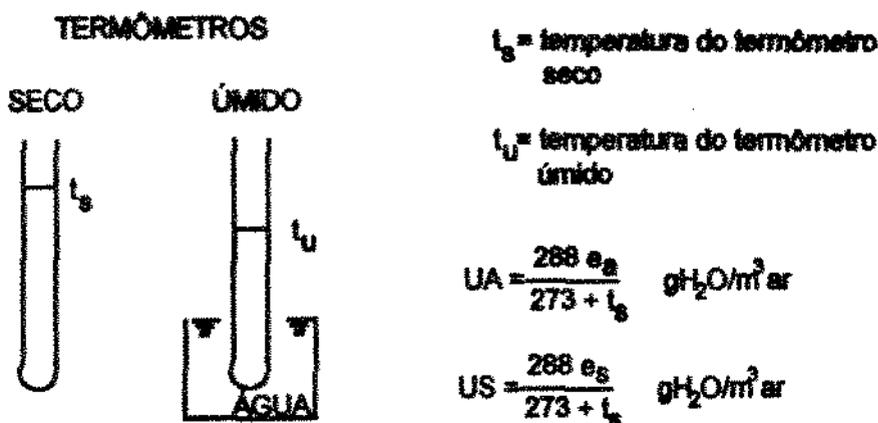
onde: UA = umidade absoluta ou atual na temperatura atual ( $t_a$  °C) e expressada em  $gH_2O/m^3$  de ar.

$e_a$  = tensão de vapor d'água no ar (atual) à temperatura  $t_a$  (°C)

Pode ser definida ainda uma relação entre o teor de vapor d'água que o ar contém e o teor máximo que poderia conter, à temperatura em que esse ar se encontra: chamada de umidade relativa, dada pela expressão:

$$UR = \frac{UA}{US} \times 100 = \frac{e_a}{e_s} \times 100$$

que representa o quanto por cento realmente existe de vapor d'água em relação ao máximo que poderia existir na dada temperatura. A umidade do ar é medida por psicrômetros e higrômetros, e registrada por higrógrafos. O psicrômetro é um instrumento constituído basicamente por dois termômetros comuns. Um dos termômetros do psicrômetro fornece a temperatura do ar. O segundo termômetro é coberto com uma gase ou cadarço de algodão, que deve ser umedecido com água destilada, constituindo-se no termômetro de bulbo úmido. Com a passagem do ar sobre o bulbo úmido, ocorre a evaporação da água do cadarço, com utilização do calor sensível que é retirado do ar passante, de modo que este termômetro registre uma temperatura de bulbo úmido menor ou igual a do termômetro seco. Desse modo o cálculo da umidade do ar pode ser dado pela seguinte fórmula matemática:



onde:  $e_a = e'_s - 0,476 (t_s - t_u)$

$e'_s$  = tensão de saturação na temperatura do termômetro úmido (mmHg).

$e_s$  = tensão atual do vapor d'água (mmHg).

Segundo a especificação n.º 9 da Associação Dentária Americana<sup>1</sup> publicada em 1981, para cimento de silicato dental, as amostras para o ensaio de força de compressão devem ser cilindros com 12mm de altura e 6mm em diâmetro, com bases planas e paralelas entre si e a um ângulo reto com o longo eixo do cilindro. O molde deve ser feito de alguma substância que não reaja com o cimento e revestido com uma solução de cera microcristalina em benzeno a 3%. O molde deve ser apoiado sobre uma placa de vidro e preenchido com o cimento com consistência padrão, após 3 minutos do início da mistura e, sobre

este, colocado uma segunda placa de vidro para a prensagem. A manipulação deve ser feita à temperatura ambiente e logo após transferido o conjunto (molde com o cimento e placas de vidro) para uma atmosfera de 100% UR a 37°C. Uma hora após deve ser conferido o paralelismo e a lisura das bases. Depois de aplainadas as amostras devem ser removidas do molde e imersas em água destilada a 37°C. O tempo mínimo entre o início da mistura e o momento do ensaio deve ser de 24 horas. As amostras devem ser submetidas a carga a uma velocidade de 225±50Kg/minuto. A força de compressão deve ser uma média de no mínimo 3 amostras de um lote de 5. A variação do valor da medida de compressão não deve ser superior a 15% da média registrada para as 5 amostras, sendo esta amostra descartada. No caso da variação acontecer em mais de 2 amostras, o ensaio deve ser repetido com um novo lote de 5 amostras.

BRUNE & SMITH<sup>4</sup>, em 1982, estudaram a microestrutura do cimento de silicato e ionômero de vidro medindo a distribuição dos íons alumínio, cálcio, fluoretos, fósforo e silício na superfície do cimento geleificado. Para análise da microestrutura as amostras foram fraturadas em dois pedaços, atacadas com solução de ácido fosfórico 0,1% por 10 segundos e lavadas em água destilada. Uma película de carbono foi depositada sobre a superfície fraturada antes da microanálise e embebidas em resina acrílica para serem examinadas com microscópio eletrônico de varredura (SEM), e as fases identificadas por meio da análise de energia dispersiva de Rx. Também avaliaram as propriedades de resistência à compressão usando pó com várias distribuições de tamanho de partículas, selecionadas por peneiras ou técnica ciclone. As amostras para medida da resistência à compressão foram preparadas e ensaiadas de acordo com o Padrão Internacional para cimento de silicato dental ISO 1565 e Padrão Internacional corrente para cimento de ionômero de vidro dental. Segundo os autores, fendas nas amostras dos cimentos foram produzidas pela fratura mecânica, durante a contração de presa ou como resultado do preparo para  $\sigma_{\text{CMA}}$  ocorrendo principalmente na matriz e na interface entre a matriz e a partícula consistente com a união fraca de hidrogênio na camada de sílica ao redor da partícula. A região entre a partícula de vidro original e a matriz do cimento foi a zona mais fraca de ambos os materiais. Os elementos alumínio, cálcio, fluoretos e silício aparecem nas partículas e também na matriz do cimento de silicato. Não foi possível prever se os fluoretos são parte da matriz ou se ocorre em grupos na matriz. Estes elementos todos no cimento de ionômero de vidro são observados irregularmente na superfície. Quanto à separação das partículas em várias

frações, os cimentos de silicato e ionômero de vidro não revelaram grande efeito sobre a resistência à compressão, a não ser o cimento de ionômero de vidro que, quando produzido em pequenas partículas, apresentam um ligeiro aumento nesta propriedade.

PROSSER et al.<sup>29</sup>, em 1982, estudaram por Ressonância Magnética Nuclear (NMR) a reação do ácido tartárico no cimento de ionômero de vidro. Foi usado o vidro de íons lixiviáveis G 200 e o líquido empregado, um copolímero do ácido acrílico e itacônico. A concentração das soluções polieletrólítica foram 25% em volume onde o ácido tartárico D foi adicionado e expresso também como porcentagem por volume. Quantidade de vidro conhecida foi adicionada à solução poliácida até uma suspensão homogênea. A técnica espectroscópica NMR distingue átomos de carbono nos diferentes pontos do cimento sendo apresentados como CH<sub>2</sub>, CH, C, COOH e CHOH. O ácido tartárico (CHOH e COOH), o homopolímero de ácido acrílico (CH<sub>2</sub>, CH, COOH) e o copolímero de ácido acrílico e itacônico (CH<sub>2</sub>, CH, C, COOH) tem características de espectro o qual permitem serem identificados. Para analisar a reação de formação do cimento foi usado espectroscopia NMR recorrida à um sistema modelo. Na comparação os autores encontraram que o espectro NMR mostra que o poliácido reage com o vidro imediatamente para formar o sal, exceto quando o ácido tartárico D (+) está presente, onde a formação do polissal é suprimida. A conformação espacial D+ do ácido tartárico é importante para melhorar as propriedades de presa, servindo como ponte para a cadeia do poliânion. O ácido tartárico reage preferencialmente com o vidro e previne a união inicial dos cátions à cadeia polianiónica o que levaria a conseqüente aumento do tempo de trabalho. O espectro NMR oferece um quadro médio do estado de neutralização do poliácido e ácido tartárico, onde o pH do cimento pode ser medido.

McCOMB et al.<sup>19</sup>, em 1984, compararam 3 diferentes marcas comerciais do cimento de ionômero de vidro com relação às propriedades físicas específicas relevantes para o uso clínico deste material e compararam com aquelas propriedades dos outros cimentos convencionais. As propriedades avaliadas incluíram tempo de presa, escoamento, espessura de película, resistência a compressão, tração diametral, solubilidade em ácido láctico a 0,01M e módulo de elasticidade. Foram avaliados três dos cimentos de ionômero de vidro tipo I, com indicação para cimentação, um cimento de policarboxilato de zinco e um cimento de fosfato de zinco que foi ajustado à consistência ideal. Os

métodos de teste seguiram as especificações nº 8 da A.D.A. para cimento de fosfato de zinco, para tempo de presa, escoamento, espessura de película, resistência à compressão e solubilidade. A resistência à tração diametral foi tomada com as amostras de mesma dimensão usada para resistência à compressão. O módulo de elasticidade foi determinado por um teste de curvatura sob 3 pontos com amostra retangular de 25mm x 2mm x 2mm numa máquina de teste universal onde a deflexão foi medida por um extensor acoplado ao aparelho. Os testes foram tomados a 24 horas e as amostras foram mantidas em água destilada a 37°C. Foram feitos no mínimo 3 testes sobre cada material. Os autores concluíram que as propriedades físicas diferiram consideravelmente entre as diferentes marcas comerciais do cimento de ionômero de vidro. O módulo de elasticidade para os cimentos de ionômero de vidro foi similar a 24 horas. O cimento de fosfato de zinco mostrou resistência duas vezes maior que o cimento de ionômero de vidro, embora este seja superior quanto à resistência à compressão e tração diametral ao cimento de policarboxilato de zinco.

PROSSER et al.<sup>30</sup>, em 1984, estudaram um número de marcas comerciais de ionômero de vidro indicadas para restauração direta de dentes anteriores e como agente cimentante; além disso estudaram os cimentos de ionômero de vidro chamado convencional e aquele que inicia a reação de presa com a água ou soluções de ácido tartárico diluído, em função da mistura do ácido poliacrílico seco a vácuo ao pó de partículas de vidro. Foi usado neste estudo uma série de variáveis da composição inicialmente apresentada do cimento ASPA. Os cimentos foram preparados a 23°C usando uma proporção pó/líquido pré determinada. Consistência, tempo de trabalho, tempo de presa, espessura de película, resistência à compressão, resistência à tração diametral, opacidade e material lixiviado em água, foram medidos usando os métodos descritos nas especificações do Padrão Britânico (BS 6039:1981). Um teste adicional foi usado para tempo de trabalho: um reômetro oscilatório. Resistência flexural foi tomada de amostras tendo 25mm x 3mm x 3mm em dimensões onde o cimento foi deixado geleificar por 1 hora a 37°C e logo após estocado por 23 horas em água a 37°C e então submetidas ao ensaio numa máquina de teste eletromecânica pelo teste flexural de três pontos. O escoamento foi medido por um período de 24 horas a 37°C usando cilindros de 12mm de altura x 6 mm de diâmetro e sujeito a uma força de 16,1 MPa. Solubilidade ou material lixiviado em água foi medido com uma amostra de 20mm de diâmetro x 1,5mm de espessura, sendo após 7 minutos do início da mistura colocados em água destilada por 24 horas. A medida foi feita

após evaporação da água. Foi medido ainda, alterações de condutividade elétrica usando uma auto balança com compensação de capacitância. Os autores concluíram que as formulações mais recente do cimento de ionômero de vidro são superiores com respeito às características de presa, translucidez e resistência flexural. O desenvolvimento do cimento com reação iniciada pela água resultou em melhorias nas qualidades de manuseio. Quanto aos agentes cimentantes, estes apresentaram resistência aproximada dos materiais restauradores, onde o efeito a proporção pó/líquido é compensado pelo tamanho de partículas menores. Apresentaram também maior tempo de presa e uma alta opacidade.

SETCHELL et al.<sup>32</sup>, em 1985, usou um método para dissolução do cimento, associando um elemento mecânico erosivo combinado com erosão química sendo utilizado um líquido de teste (solução diluída de ácido láctico), o chamado Método por Jateamento. O método foi selecionado neste estudo por oferecer um tempo comparativamente menor e suficiente para medição. Foi selecionado neste estudo dois cimentos de ionômero de vidro, que utilizam como ácido reagente o ácido poliacrílico e dois que utilizam o ácido polimaleico, com intenções comparativas, sendo um deles indicado como material restaurador e o outro como agente cimentante. Os cimentos foram misturados de acordo com as instruções do fabricante. Todas as amostras foram polimerizadas por 24 horas a 37°C e 100% de umidade relativa. Após exposição ao aparelho de teste por jateamento, foi feita a medição por um analisador acoplado. Os autores encontraram que o cimento à base de ácido polimaleico, ao menos de acordo com os resultados obtidos com o método de teste de jateamento parece ser menos resistente à erosão que aquele à base de ácido poliacrílico, e estes encontros podem ser estudados para situação clínica apesar da necessidade de evidências adicionais para confirmar esta dedução.

PHILLIPS & BISHOP<sup>28</sup>, em 1985, conduziram um estudo *in vitro* para avaliar o efeito da contaminação por umidade sobre a superfície do material durante a reação de presa e o tempo suficiente para que o cimento de ionômero de vidro tenha desenvolvido a reação e não necessite da proteção contra ganho ou perda de água. Amostras foram obtidas de três cimentos de ionômero de vidro com dimensões de 5mm de diâmetro por 3mm de profundidade. O cimento foi misturado de acordo com as instruções do fabricante e foram feitas 3 amostras para cada tipo de material. Para analisar a contaminação por umidade, as amostras foram mantidas a 37°C cobertas com papel mylar durante 5, 10, 15, 20,

30, 60, 120 e 240 minutos após o início da mistura e então levadas à uma solução 0,9% de cloreto de potássio a 37°C. Após 24 horas as amostras foram examinadas com o auxílio de um estéreo microscópio e um colorímetro. As amostras foram coradas com solução aquosa de fuccina básica para demonstrar qualquer evidência de fenda. Para avaliar o potencial de polimento, as amostras foram mantidas cobertas em solução 0,9% de cloreto de potássio a 37°C por um período de tempo variando de 10 min a 28 dias. Para simular procedimento de polimento as amostras foram colocadas por 5 minutos em forno seco a 37°C retomando após a solução salina para avaliação depois de 24 horas. Os resultados do estudo mostraram comportamento distinto entre os 3 materiais, variando o tempo onde não deveriam entrar em contato com a umidade em função da reação de presa, o que mostrou embranquecimento, rugosidade superficial, e superfície semelhante a giz. Os materiais variaram também no tempo onde não deveria receber ressecamento por polimento, o que mostrou presença de fendas.

EARL et al.<sup>14</sup>, em 1985, estudaram o efeito de vários vernizes e outros tratamentos de superfícies sobre o movimento de trítio nas amostras de ionômero de vidro marcadas com este elemento. O cimento foi misturado em uma placa de vidro resfriada e colocado em um anel de 10 mm de diâmetro x 5mm de profundidade. Durante o experimento as amostras foram mantidas no anel oferecendo duas áreas de 10mm de diâmetro expostas. Uma das amostras foi mantida como controle, sem nenhum tratamento superficial. As amostras experimentais receberam os seguintes tratamentos superficiais, durante os 5 ou 6 minutos após o início da mistura: 1- aplicação ou imersão em verniz seguindo secagem leve; 2- cobertura completa com um dos seguintes emolientes: vaselina, manteiga de cacau ou Ysol; 3- cobertura completa com o cimento etilcianoacrilato. Após aplicação do tratamento superficial, estes foram levados a um recipiente contendo 5ml de solução salina tamponada a 37°C e removidas em séries de tempo de 3, 10, 30, 100, ..., 10.000 minutos. O <sup>3</sup>H em cada recipiente foi quantificado por líquido espectrométrico cintilante e expresso em porcentagem, e a liberação cumulativa de trítio em desintegração por minuto, foi delineado por tempo. De acordo com os resultados do experimento os autores concluíram que dos emolientes e vernizes dentais avaliados comercialmente quando propriamente aplicados ofereceram um razoável grau de proteção contra o movimento de água através da superfície do cimento de ionômero de vidro. Tratamentos de superfície que oferecem condições clínicas inaceitáveis são interpretado por emolientes inefetivos. Uma cobertura de superfície melhorada eliminará o

movimento de água através da superfície de cimento de ionômero de vidro na primeira hora após sua colocação.

WONG & BRYANT<sup>43</sup>, em 1985, determinaram a habilidade de dispensadores de pó e líquido oferecerem uma consistência e proporção pó/líquido ideal e estudaram também a taxa de desenvolvimento de resistência sugerida como grau de presa, podendo ser uma indicação do tempo ideal para acabamento dos cimentos de ionômero de vidro. Foram experimentados 5 diferentes dispensadores de pó/líquido, sendo excluído desta parte do experimento o cimento de ionômero de vidro encapsulado. Tanto o pó quanto o líquido foram pesados antes de serem dispensados. Após uma consideração a respeito de todos os métodos sugeridos pelos fabricantes, uma técnica foi designada para permitir padronização da mistura e obter amostras de 4mm de diâmetro x 8mm de altura que foram colocadas em água destilada a  $37^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ . Para o teste de resistência as técnicas usadas seguiram as especificações do Padrão Britânico. Foram obtidos 5 valores em cada período de tempo. Os autores concluíram que os dispensadores oferecidos pelos fabricantes são guias aproximados para a quantidade de pó e líquido exigidos para encontrar uma mistura ideal do cimento de ionômero de vidro. A marcada diferença na proporção pó/líquido observada quando diferentes dispensadores foram usados, poderia resultar em diferenças nas propriedades do cimento. O sistema encapsulado pareceu ter mérito particular em assegurar uma consistência de mistura satisfatória. Comparações com outros valores absolutos de resistência obtidos em diferentes estudos, talvez sejam inapropriados por causa dos diferentes procedimentos de teste, como tamanho e forma da amostra, estocagem antes do teste, uso ou não de verniz, diferenças na velocidade de carga etc., porém valores comparativos indicam que há um contínuo aumento na resistência à compressão por causa da natureza de presa vagarosa. A resistência inicial no entanto oferece informações a respeito do grau de presa do material, onde acabamento e contorno final de restaurações de cimento de ionômero de vidro deveriam ser evitadas ao menos 24 horas após a sua colocação.

COHEN & SCHULMAN<sup>5</sup>, em 1985, publicaram um artigo para esclarecer algumas vantagens e desvantagens do cimento de ionômero de vidro, o qual sofreu desde 1970 alterações básicas melhorando o seu uso clínico tanto como agente cimentante como material restaurador estético direto. O cimento de ionômero de vidro é um material que apresenta algumas semelhanças com outros

cimentos, visto que seu pó é principalmente um vidro de alumínio silicato, semelhante ao pó do cimento de silicato e seu líquido uma solução aquosa de ácido poliacrílico, o mesmo usado no cimento de policarboxilato de zinco. Uma desvantagem do novo cimento é a viscosidade do líquido, sendo mais difícil a sua manipulação em comparação ao cimento de fosfato de zinco, e tem a tendência em espessar-se com o tempo tornando o proporcionamento e a mistura mais crítica. Estes problemas foram resolvidos pelo fabricante alterando o líquido por copolímeros menos viscosos ou incorporando o ácido poliacrílico ao pó, chamando-se cimento anidro, onde este pó é misturado com a água ou solução de ácido tartárico. Estas modificações resultaram nos seguintes melhoramentos: 1, os cimentos são mais fáceis de proporcionar e misturar; 2, o tempo de trabalho é aumentado; 3, o tempo de presa é diminuído; 4, maior translucidez; 5, menor espessura película, compatível com as especificações da A.D.A. para cimentos permanentes; e 6, resistência adequada. Como resultado da reação do cimento temos uma composição química que apresenta propriedades como boa resistência, baixa solubilidade no ambiente oral, adesão à estrutura do dente e liberação de flúor. O cimento nos primeiros estágios da reação deve ser protegido contra a contaminação pela umidade pelo isolamento com uma tira matriz ou aplicação de uma cobertura como o verniz. Isto porque o gel do polissil inicial, o poliacrilato de cálcio, é levemente solúvel e formado antes do poliacrilato de alumínio, que é mais resistente e insolúvel. O cimento de ionômero de vidro oferece mais resistência ao ataque ácido que o cimento de policarboxilato de zinco e além das propriedades adesivas, apresenta liberação de íons fluor podendo assim reduzir problemas de microinfiltração e cáries secundárias.

MOUNT<sup>22</sup>, em 1986, fez um estudo sobre a longevidade do cimento de ionômero de vidro, levando em consideração as suas vantagens de liberação de flúor e adesão à dentina e ao esmalte, sendo que as opiniões são divididas se o material deveria ser recomendado como restauração permanente, embora, sempre estando em pesquisas para melhorar as características de presa, propriedades físicas, seleção de graduação de cor e translucidez. Este estudo registrou três marcas comumente usadas como material restaurador e restaurações foram acompanhadas por um período de 8 anos. Falhas foram notadas e se possível a causa foi determinada e documentada. As modificações da manipulação clínica foram descritas e as restaurações foram sempre protegidas para prevenir perda ou ganho de água logo após sua colocação. Durante os 8 anos, o cimento de ionômero de vidro foi estabelecido como um

material desejável. O cimento teve como vantagens oferecer preparos cavitários conservadores e prevenção de cáries recorrentes.

WALLS et al.<sup>36</sup>, em 1988, estudaram a reação de presa de um número de cimentos de polialcenoato de vidro comercialmente encontrados e o efeito da variação na proporção pó/líquido sob parâmetros como o tempo de trabalho e de presa, sendo possível que diferenças significantes nas características de presa possam explicar as diferenças na habilidade dos materiais resistirem a contaminação por umidade sem afetar as propriedades físicas. O progresso da reação de presa foi registrado usando análise termal diferencial (DTA) a 23°C que mede o pico exotérmico, a amplitude de exotermia e o tempo tomado para as amostras resfriarem. As amostras foram misturadas de acordo com as instruções do fabricante e colocadas dentro do cadinho do aparelho (5mm de diâmetro x 1,5mm de profundidade). A reação exotérmica foi monitorada e os parâmetros de presa registrados. O procedimento foi repetido (para os materiais não encapsulados) usando proporções pó/líquido 10% e 20% menores que as indicadas pelos fabricantes. Os autores deduziram que o calor gerado durante a reação é dependente da quantidade de vidro dissolvido da superfície das partículas de vidro, que será influenciado pelo pH do ácido efetuando a dissolução. A redução na razão pó/líquido tende a aumentar a temperatura máxima, associada com um atraso para alcançar o pico e retardamento no processo de resfriamento, assim uma reação mais completa, com maior liberação de calor mas, ao mesmo tempo, o processo de presa é atrasado. Os efeitos da variação de presa sobre as propriedades do cimento foram difíceis de prever, de qualquer maneira, o cimento será mais susceptível à contaminação por umidade, por um tempo maior após a mistura que aqueles misturados à uma proporção pó/líquido correta. Isto porque é provável que os materiais sejam afetados pela contaminação por umidade no período onde alcança o pico máximo e caia até 5% desta temperatura. Este estudo mostrou então que há significativa variação entre os níveis de presa das variedades de cimento de polialcenoato de vidro e que esta é influenciada pela proporção pó/líquido bem como pelos tipos e apresentações do políácido usado.

JOHNSON et al.<sup>10</sup>, em 1988, caracterizaram a natureza tempo-dependente dos agentes cimentantes de ionômero de vidro quando comparados com o cimento de fosfato de zinco. Foram conduzidos testes de resistência, incluindo módulo de elasticidade, a um e sete dias. Foram ainda avaliados o

tempo de vida útil dos componentes dos cimentos, repetindo os testes de resistência após um ano de estocagem do pó e líquido. Testes de espessura de película, tempo de presa e solubilidade, foram também caracterizados. Os testes seguiram o padrão ISO. Para os testes de resistência as amostras foram mantidas em água destilada a 37°C por 24 horas e 7 dias, e o módulo de elasticidade foi determinado da curva tensão/deformação no teste de compressão. Para caracterizar tempo de vida útil dos componentes dos cimentos, estes foram mantidos à temperatura ambiente (23°C) por um ano seguindo os testes iniciais. Os autores concluíram que a dissolução do cimento foi significativamente maior para os produtos de ionômero de vidro quando o ácido poliacrílico encontrava-se no líquido comparados com o cimento iniciado pela água. Todos os cimentos incluindo o cimento de fosfato de zinco aumentaram a resistência de 24 horas a 7 dias, indicando reação de presa longa. A um e sete dias as resistências à tração e compressão dos cimentos de ionômero de vidro foram comparáveis ao cimento de fosfato de zinco, mas o módulo de elasticidade do cimento de fosfato de zinco foi significativamente maior a 24 horas. A resistência à compressão decresceu substancialmente para os produtos de ionômero de vidro e fosfato de zinco quando os componentes foram estocados por um ano. O decréscimo na resistência foi relacionado à degradação do líquido e não do pó, onde pelo uso de um líquido novo as propriedades de resistência retomaram ao normal.

McLEAN<sup>21</sup>, em 1988, publicou um artigo sobre comentários gerais do cimento de ionômero de vidro desde seu desenvolvimento, em 1970 até seus melhoramentos resultando em mais apropriadas propriedades de resistência mecânica, aumento na translucidez e tempo de presa mais rápido, além de comentar algumas considerações imediatas de seu desenvolvimento. Sua habilidade de liberar íons flúor e união à estrutura do dente são suas maiores vantagens, podendo ser indicado a pacientes de alta incidência de cárie e lesões de cárie iniciantes. No entanto o cimento apresenta uma certa fragilidade e acabamento superficial pobre além de nos estágios iniciais de sua reação de presa poder sofrer ataque e contaminação por umidade. Concentrando melhoramentos nestas propriedades indesejáveis considerável progresso tem sido registrado na última década. O cimento de ionômero de vidro foi inicialmente melhorado, oferecendo modificações na reação de formação do cimento com incorporação do ácido tartárico o que estendeu o tempo de trabalho e aumentou a velocidade de presa; modificações ainda permitiram o uso de vidro contendo

menor quantidade de fluoretos que produziu um cimento mais translúcido. Também foi avaliado a substituição do ácido poliacrílico pelo ácido polimaleico que contém o dobro de grupos carboxílicos, e portanto são mais reativos. Percebeu-se que um aumento no peso molecular do poliácido oferecia um cimento com tempo de presa reduzido e resistência aumentada, porém o líquido apresentava-se muito viscoso e de difícil manipulação. Este problema foi resolvido com a incorporação do poliácido ao pó e o líquido passou a ser somente a água ou uma solução aquosa de ácido tartárico. Outra maneira de reforçar o cimento de ionômero de vidro foi a mistura ao pó de liga para amálgama desenvolvendo um sistema chamado de "mistura milagrosa" o que aumentou a resistência flexural do cimento mas não melhorou a resistência à abrasão. A solução do problema foi o desenvolvimento dos cimentos de ionômero de vidro denominados CERMET, onde o metal e o vidro são sinterizados juntos, semelhante união forte de fusão do ouro à porcelana, onde pastilhas comprimidas de pó de vidro e metal são fundidas ao redor de 800°C e obtidos um composto vidro-metal e deste tomado um pó fino e arredondado que melhorou as propriedades de manipulação. Seu uso ainda não substituiu as restaurações de amálgama e deve ser confinado à preparos cavitários limitados. O autor ainda teceu comentários sobre a reação de presa podendo ser resumido como segue: 1º) liberação e migração dos íons do vidro após o ataque do ácido; 2º) união de cátions aos poliânions e precipitação dos sais-geleificação; 3º) hidratação dos sais e desenvolvimento de resistência. O cimento é vulnerável a contaminação por umidade no segundo estágio, onde o prejuízo é permanente. Deve ser observado que o balanço de água é crítico, estando entre a necessidade de água para formação do cimento na hidratação dos sais e a água extra absorvida que enfraqueceria o cimento, observando-se a necessidade de proteção com vernizes próprios ou com sistemas mais efetivo como de resina fotopolimerizável. Além disso o autor comentou sobre a classificação dos cimentos de ionômero de vidro e seu uso clínico, concluindo que deve haver ainda desenvolvimento futuros para se melhorar resistência, quando usado em regiões de maior carga, e polimento superficial.

WILSON et al.<sup>42</sup>, em 1989, investigaram as propriedades, clinicamente relevantes, do cimento de ionômero de vidro, dependente do peso molecular do poliácido, com o objetivo de entender o processo físico envolvido. Os ácidos poliacrílicos foram secos por congelamento, fragmentados em partículas de 45µm que foram codificados e seu peso molecular determinado por

cromatografia de permeação de gel (GPC). O pó foi a composição vítrea comercialmente usado com tamanho de partículas abaixo de  $41\mu\text{m}$ . Para o preparo do cimento ao pó foi adicionada solução aquosa de ácido tartárico. Duas formulações de cimento foram usadas uma chamada "baixa formulação", com concentração em volume de 31% de ácido poliacrílico e uma denominada "alta formulação", com concentração em volume do ácido poliacrílico de 50%. O cimento foi colocado em moldes de aço inoxidável e então levados a um forno a  $37^{\circ}\text{C}$  por 60 minutos, para depois serem estocados em água a  $37^{\circ}\text{C}$  por  $23\pm 2$  horas antes dos testes. Velocidade de presa e tempo de trabalho foram medidos por um reômetro oscilatório. A resistência à compressão foi obtida numa máquina de ensaio INSTRON, utilizando amostras cilíndricas de 4 mm de diâmetro por 6 mm de altura; erosão ácida detida pelo método de jateamento com solução de ácido láctico 0,02 mol/L, por perda de peso e profundidade de erosão; teste de torção dupla, para determinação de rigidez à fratura feito numa máquina de teste eletromecânico INSTRON e o teste flexural. Foram também analisadas falhas ou defeito inerentes ao material o que levaria à uma alteração na resistência deste. O efeito do peso molecular foi complexo: um tempo de trabalho diminuído e uma velocidade de presa mais rápida seriam esperadas quando a cadeia do ácido poliacrílico é aumentada, porque poucos cátions seriam requeridos para formar uma malha de ligação cruzada. Por outro lado, quando o peso molecular é aumentado, o tempo para as moléculas de ácido poliacrílico dissociarem-se e os cátions migrarem aumentaria, efeito do qual eventualmente retardaria a velocidade de presa. A resistência à compressão aumentou com o aumento do peso molecular do ácido poliacrílico confirmando outros encontros, porém não sendo dependente deste. A resistência flexural reflete a química do cimento e será dominado pela resistência e número de interações na fase da matriz polimérica. É fortemente influenciada pelas ligações entre hidrogênio e cadeia do ácido poliacrílico e em particular pelo número e resistência de ligações cruzadas iônicas. 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 avaliado para a reação. Assim também rigidez à fratura e dureza estariam fortemente dependente do peso molecular do poliácido. Os resultados de desgaste abrasivo mostraram marcada influência do peso molecular, onde a taxa de desgaste diminuiu significativamente com o aumento do peso molecular, e a dissolução dos cimentos, no grau onde há

difusão da cadeia polimérica, por um processo de desembaraçamento, dentro da solução de ácido láctico, mostrou estar muito dependente do peso molecular.

EARL et al.<sup>16</sup>, 1989, descreveram, materiais com habilidade de limitar o movimento de água através da superfície do cimento de ionômero de vidro geleificado. Usando o método de movimento de água marcada com trítio através da superfície do cimento, vários grupos de materiais foram analisados: vernizes numa aplicação única, resina fluída fotoativada também numa aplicação única e polimerizada por 20 segundos, resina fluída quimicamente ativada onde catalizador e resina foram misturados em iguais proporções e então aplicada, e outros materiais não dentários com base na sua habilidade de proteção contra contaminação por umidade. O trítio liberado das amostras foi medido usando líquido espectrométrico cintilante, a uma hora e um dia, e expresso em porcentagem. Os autores comentaram que se fosse permitido ao cimento desenvolvimento completo da reação de presa sob cobertura, suas propriedades físicas seriam melhoradas e demonstrariam um grau de translucidez com ótima estética. Além disso foi feito um exame sob microscópio eletrônico de varredura para demonstrar o efeito das várias coberturas protetoras. Os autores concluíram que a resina fluída fotoativa de baixa viscosidade foi a mais efetiva na redução do fluxo de água do cimento de ionômero de vidro a uma significativa extensão ao menos nos primeiros 60 minutos da reação de presa. Os vernizes foram inefetivos e as resinas quimicamente ativadas não foram capazes de controlar o fluxo de água a um grau significativo. Isso pode ser em parte atribuído ao efeito da inibição da reação de presa pelo oxigênio sobre a superfície da resina ou porosidades deixadas pelos componentes sem reagir, como os solventes. Os emolientes testados foram parcialmente efetivos em limitar o movimento da água.

MOUNT<sup>2a</sup>, em 1989, investigou o ângulo de contato formado entre o agente de união e a superfície do cimento de ionômero de vidro, para medir a capacidade de umedecimento e a viscosidade de resinas compostas sem carga (agente de união). Discos do cimento com 10 mm de diâmetro foram armazenados por 48 horas em 100% de umidade relativa. A seguir um grupo de amostras tiveram as superfícies atacadas por solução de ácido ortofosfórico a 37% durante 60 segundos. Um outro grupo recebeu abrasão diminuindo a superfície a 1mm de espessura através de uma lixa com granulação 180. O terceiro grupo controle não recebeu nenhum tratamento de superfície. Feito isso, uma gota do agente de união foi colocada sobre a superfície de cada grupo de

amostras do cimento e o ângulo de contato foi medido com um microscópio. O autor observou que todos os agentes de união demonstraram maior capacidade de umedecimento após a superfície do cimento ter sido atacada com o ácido ortofosfórico, além disso as resinas com alta viscosidade e conseqüentemente alto ângulo de contato parecem ser inadequadas para o uso na técnica de restauração mista, onde o cimento de ionômero de vidro é usado como base sob restaurações de resinas compostas.

O'HARA et al.<sup>24</sup>, em 1989, propuseram examinar a superfície do cimento de ionômero de vidro para base e forramento quando tratado com verniz cavitário. Foram obtidas amostras de 1mm de espessura, por 5mm de diâmetro, do cimento que foi manipulado de acordo com as instruções do fabricante, permitidos geleificar por 1 hora, no qual foram aplicadas duas camadas de verniz cavitário de copal da maneira recomendada para uso clínico. As amostras foram submetidas ao ensaio de microdureza em três diferentes locais, cuja média de valores determinava a dureza Knoop. Os autores concluíram que o cimento de ionômero de vidro forrador e para base mostraram uma significativa redução em dureza quando verniz cavitário de copal foi aplicado.

WILLIAMS & BILLINGTON<sup>27</sup>, em 1989, examinaram a resistência a compressão do cimento de ionômero de vidro restaurador após 30 minutos, 1 hora e 24 horas. Os tempos considerados são exigência de força para a maioria dos materiais restauradores até alcançarem resistência efetiva. De acordo com o Padrão Britânico e Internacional, foram obtidas amostras de 4mm de diâmetro e 6mm de comprimento sendo preparadas 5 amostras para cada período de tempo e cada material. As amostras foram mantidas a 37°C até o ensaio de resistência à compressão. As amostras após 1 hora foram mantidas em água também a 37°C. A resistência à compressão foi medida numa máquina de teste INSTRON. Os resultados foram comparados com aqueles exigidos para os estágios iniciais de restaurações especificadas pelo Padrão Britânico e Padrão Internacional, onde requer resistência à compressão de 50 MPa após 1 hora e pela Associação Dentária Americana que requer 80 MPa para restauração de amálgama dental após 1 hora. Ficou concluído que o cimento de ionômero de vidro restaurador tem melhorado muito recentemente onde estes são tão fortes a 30 minutos como as especificações requeridas para amálgama dental a 1 hora.

PHILLIPS<sup>27</sup>, em 1990, publicou um artigo comentando os avanços dos materiais dentais com respeito aos procedimentos restauradores. Dentre essas melhorias dos materiais temos os cimentos de ionômero de vidro que apresentam características inerentes como a adesividade ao esmalte e à dentina, e a biocompatibilidade do cimento é bem estabelecida, bem como a liberação de flúor, o que oferece um efeito anticariogênico, admitindo ainda haver considerável confusão relativa aos diferentes tipos de ionômeros de vidro, suas características e particularmente variáveis de manipulação para o efetivo desempenho clínico.

SMITH<sup>33</sup>, também em 1990, teceu comentários da composição e características do cimento de ionômero de vidro, que salientou as alterações mais recentes e as diferenças significantes na composição e propriedades dos materiais do comércio e suas várias aplicações. Duas modificações básicas são de importância comercial. Um tempo de trabalho maior para o cimento e 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 pó metálico como a prata, as ligas de prata, ouro platina ou paládio resultando em 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, foi introduzido ácidos dicarboxílicos ou tricarboxílicos o que previnem 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 viscosidade, velocidade de presa, e propriedades iniciais e finais são determinadas pelo ajuste da composição do vidro e tamanho de partículas do pó e composição do poliácido: 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 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 assim um material híbrido de mecanismo dual que apresenta fratura do tipo quebradiça com alguma deformação plástica. A

estrutura final dos cimentos reforçados com polímero é um compósito onde as partículas de vidro são unidas pelo hidrogel poliacrilato de íons metálicos que se arranja com o hidrogel polihidroxietil metacrilato tendo áreas hidrofílicas presentes. Ao contrário do compósito original do cimento de ionômero de vidro que as partículas de vidro cobertas pelo gel silícico são unidas a matriz consistindo de poliacrilatos de alumínio e cálcio fluoretados e hidratados. A composição dos materiais comercialmente apresentados variam muito dentro de cada classe dada de cimento de ionômero de vidro, sendo necessário avaliações para determinar as variações nas propriedades. Entre as propriedades para as dadas indicações são de importância: biocompatibilidade; características de presa e de trabalho, propriedades mecânicas, hidratação, lixiviação e características de dissolução; adesão ao esmalte e à dentina; estética incluindo opacidade.

BILLINGTON et al.<sup>3</sup>, em 1990, estudaram a proporção pó/líquido do cimento de ionômero de vidro na prática dental, sendo que foi evidente o uso deste cimento numa consistência mais fluída do que a recomendada pelas instruções do fabricante que seria: ".....a consistência de uma resina composta .....". Vinte e dois assistentes dentais foram selecionados e a estes foi sugerido que manipulassem o material como de costume. Três misturas foram feitas e colocadas sobre a folha de alumínio prepesadas de 50x50mm e permitidas dessecar por no mínimo 2 horas num forno a  $150\pm 2^{\circ}\text{C}$  para medir a perda de peso do componente água e assim estimar a proporção pó/líquido usada. Para isto, calibração das amostras de proporção pó/líquido conhecida foram feitas à temperatura laboratorial de  $23\pm 1^{\circ}\text{C}$ . Para avaliar a atitude dos dentistas com relação as diferentes consistência e proporção, amostras foram preparadas para medida de resistência à compressão e à tração diametral usando o Padrão Britânico BS 6039 às proporções pó/líquido de 6,8:1 (recomendado pelo fabricante) e 5,0:1 (média encontrada no estudo). Teste de consistência, também foi feito usando o padrão citado nas proporções pó/líquido indicada pelos fabricantes de 4 marcas de cimento. Os autores concluíram que a proporção pó/líquido dos cimentos de ionômero de vidro pode ser determinada pela perda de água por desidratação num forno a ar e com isso observou-se que o cimento usado variou largamente na prática com relação à proporção pó/líquido e todas as misturas não seguiam as instruções do fabricante e continham menos pó. Em um dos cimentos testados para proporção recomendada pelo fabricante a consistência foi espessa, sendo seu disco menor do que o exigido pelo Padrão Britânico. Para este dado cimento a proporção pó/líquido encontrada na prática

concorda com as exigências do padrão e é semelhante para outros cimentos, mas nem a resistência à compressão e nem a resistência à tração diametral à proporção indicada pelo fabricante alcançaram as exigências do padrão e na consistência encontrada na prática a resistência foi praticamente a metade do que aquela onde foram seguidas as instruções do fabricante.

WILLIAMS & BILLINGTON<sup>36</sup>, em 1991, investigaram se as alterações que ocorrem na resistência à compressão de cimentos de ionômero de vidro restauradores, afetam o seu uso clínico num intervalo de tempo de 24 horas e 4 meses. Foram incluídos no estudo cimentos de ionômero de vidro com reação de presa iniciada pela água e cimentos encapsulados. Amostras foram preparadas de acordo com o Padrão Britânico para cimento de ionômero de vidro sendo após 1 hora do início da mistura removidas do molde e estocados em água a 37°C. Para a medida de resistência à compressão, as amostras foram aleatoriamente selecionadas, para cada período de tempo, variando de 24 horas a 140 dias. Os autores encontraram consideráveis alterações na resistência no decorrer do tempo em alguns materiais, mas somente em um, este decréscimo foi abaixo do mínimo de resistência de 125 MPa exigido pelo Padrão Britânico, não sendo válido para alguns cimentos, que sua resistência máxima a 24 horas, aumentaria com o tempo. Materiais à base de ácido poliacrílico sozinho mantiveram sua resistência inicial, enquanto que aqueles que empregam copolímeros do ácido poliacrílico apresentaram alguma deterioração com o tempo. A matriz na qual copolímeros são usados é menos resistente à exposição a condição aquosa, sendo preferíveis aquelas que empregam o ácido poliacrílico.

LEWIS et al.<sup>18</sup>, em 1992, compararam a resistência à compressão e módulo de elasticidade de sete materiais de base dental, sendo quatro destes cimento de ionômero de vidro, onde um é convencional, triturado mecânicamente e os outros três contendo reforçadores em polímero fotoativado. Esta investigação foi tomada a 7 minutos, 24 horas e 90 dias onde 12 amostras de 9mm de comprimento e 4mm de diâmetro, foram preparadas de cada material para cada período de teste. As amostras do período de 7 minutos foram submetidas ao teste após dado este tempo do início da mistura. As amostras de 24 horas e 90 dias foram mantidas a 37°C em umidade relativa maior que 30% durante 1 hora e então transferidas a um recipiente com 5ml de água destilada até o momento do teste. As amostras foram polidas e submetidas ao teste numa Máquina Universal INSTRON. A curva tensão/deformação foi dada na tela do computador quando o material foi submetido ao teste. O pico de resistência à

compressão foi gravado e o módulo de elasticidade obtido. O experimento mostrou que um material de base resinosa apresenta maior resistência à compressão comparado aos outros cimentos deste. O autor discutiu a importância da resistência à compressão durante a colocação da restauração definitiva e o módulo ou dureza do material de base sendo relevante após a restauração ter sido colocada e submetida aos esforços mastigatórios, o que, se falhasse levaria a fratura da restauração ou microinfiltração nas áreas gengivoproximais.

RODRIGUES<sup>31</sup>, em 1993, verificou a influência de materiais protetores sobre a solubilidade em água de cimentos de ionômero de vidro restauradores, empregando o teste gravimétrico indicado pela Associação Dentária Americana, na sua Especificação nº 09 para cimento de silicato. Foram utilizados dois cimentos de ionômero de vidro restauradores (Chelon-fil e Vidrion-R) e confeccionadas 30 amostras, com 20mm de diâmetro por 5 mm de espessura, de cada material. Grupos experimentais de cinco amostras foram protegidos com resina fotoativada Scotchbond e Verniz-V. O grupo que não recebeu proteção foi considerado controle. Os tempos de imersão em água destilada foram de 1 hora e 24 horas, após o tempo de geleificação. Os resultados demonstraram que, independente do tempo e materiais utilizados, as amostras que não receberam proteção superficial apresentaram valores de solubilidade estatisticamente diferentes em relação às amostras que foram protegidas. As amostras protegidas com Verniz-V apresentaram os menores índices de solubilidade em relação às aquelas protegidas com Scotchbond. Com relação aos materiais, o Vidrion-R apresentou menores índices de solubilidade em relação ao Chelon-Fil quando as amostras não foram protegidas durante o período de 1 hora. Com relação ao tempo, as amostras de Chelon-Fil sem e com proteção não apresentaram diferenças significantes entre os dois períodos de tempo estudados, enquanto que as amostras de Vidrion-R sem proteção ou protegidas com Scotchbond diferiram estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade durante 1 e 24 horas, sendo que durante o período de 1 hora as amostras deste cimento foram menos solúveis em relação ao período de 24 horas.

### **3 - PROPOSIÇÃO**

### **3 - PROPOSIÇÃO**

Com base nas informações emitidas pelos diversos autores referenciados, julgamos válido propor um estudo para avaliar a resistência à compressão de dois cimentos ionoméricos restauradores, nas seguintes variáveis:

- a - Proteção superficial;
- b - Manipulação do material em diferentes condições de temperatura e umidade relativa do ar, e
- c - Diferentes períodos de armazenagem

## **4 - MATERIAIS E MÉTODO**

## 4 - MATERIAIS E MÉTODO

### 4.1. MATERIAIS

Foram utilizados neste estudo dois cimentos de ionômero de vidro, indicados pelos seus fabricantes para uso em restaurações diretas. O CHELON FIL, um cimento fornecido na forma convencional onde o pó vítreo é formado basicamente pelo flúor aluminossilicato de cálcio e o líquido por uma solução aquosa de ácido polimaleico. Já, o cimento de ionômero de vidro restaurador VIDRION R é formado pelo flúor silicato de cálcio e alumínio e ácido poliacrílico liofilizado que misturados compõem o pó do cimento, enquanto a parte líquida é formada por uma solução aquosa de ácido tartárico (Tabela 1).

Como produto de proteção contra o meio aquoso foi utilizado o SCOTCHBOND (3M Co, Sumaré, Brasil), uma resina à base de BIS-GMA, TEGMA e HEMA, fotoativado e indicado como material adesivo, usado para produzir adesão de superfície do esmalte ou dentina ao material restaurador.

Tabela 1 - Materiais utilizados na pesquisa\*.

Cimento de ionômero de vidro	Composição*	Fabricante
CHELON FIL	PÓ: flúor aluminossilicato de cálcio LÍQUIDO: solução aquosa de ácido polimaleico	ESPE - Fab. Pharmazeutischer Preparate GMBH & Co., N. Germany, DFL Ind. e Com. Ltda
VIDRION R	PÓ: flúor aluminossilicato de cálcio + ácido poliacrílico liofilizado LÍQUIDO: solução aquosa de ácido tartárico	SS White - Art. Dent. Ltda, Rio de Janeiro, Brasil.

\* Informações fornecidas pelo fabricante.

### 4.2. MÉTODO

#### 4.2.1. Condições ambientais do laboratório para confecção das amostras

Neste estudo, as amostras usadas para os ensaios de resistência à compressão foram confeccionadas nas condições ambientais indicadas pela especificação nº 9 da Associação Dentária Americana (A.D.A.)<sup>1</sup>, com temperatura de  $23\pm 1^{\circ}\text{C}$  e umidade relativa do ar entre  $50\pm 10\%$ , e numa segunda etapa, os

níveis de umidade relativa e temperatura foram alterados para  $75\pm 5\%$  e  $25\pm 1^\circ\text{C}$ , respectivamente.

As condições de temperatura e umidade relativa do ar desejadas foram conseguidas em uma sala adaptada para proporcionamento de cimentos odontológicos, equipada com ar condicionado de 7000 BTUs (Whestinghouse), desumificador (Deumidair, Fargon Eng. e Ind. Ltda) e a indicação da umidade relativa do ar e temperatura foram obtidas em um psicrômetro (Humidity, Incoteen Ind. Brasileira).

Consideramos às condições ambientais de trabalho de "Temperatura e Umidade Relativa controladas" em vista das exigências da especificação nº9 da A.D.A.<sup>1</sup>, e "Temperatura e Umidade Relativa não controladas", simulando alterações ambientais que nem sempre podem ser padronizadas. O conteúdo de água suspensa no ambiente no momento da confecção das amostras para cada grupo estudado foi calculado da seguinte forma:

$$UR = \frac{UA}{US} \times 100 \quad \text{onde} \quad US = \frac{288 e_s}{273 + t_s} \text{ g H}_2\text{O/m}^3 \text{ ar}$$

sendo: UA=umidade absoluta

US=umidade de saturação

$e_s$  = tensão máxima de vapor d'água (tensão de saturação) na temperatura  $t_s$  ( $^\circ\text{C}$ ) - tab 38 (apêndice).

$t_s$  = temperatura ambiente na confecção das amostras

temos então:

$$UA = \frac{UR \cdot \frac{288 e_s}{273 + t_s}}{100} \text{ g H}_2\text{O/m}^3 \text{ ar.}$$

#### 4.2.2. Teste de consistência

Baseando-se na recomendação da especificação nº9 da Associação Dentária Americana<sup>1</sup>, para realização do teste de consistência, o pó e o líquido dos produtos ionoméricos foram determinados em volume e misturados sobre uma placa de vidro. A seguir com o auxílio de uma seringa plástica, 0,5 ml desta mistura foi transferida para outra placa de vidro. Dois minutos após o início da mistura uma terceira placa de vidro, pesando 20g, foi colocada sobre o material, e sobre esta, um peso adicional foi aplicado até completar um total de 2500g para comprimir o cimento. Dez minutos após o início da mistura, foram retirados o peso e a placa de vidro. O diâmetro do disco formado pelo material foi medido com o auxílio de um paquímetro (Maub, Polônia). Desta forma, foram realizados ensaios para cada marca de cimento, e nas condições ambientais desejadas,

partindo-se da proporção pó-líquido indicada pelo fabricante e alterando-se gradualmente a quantidade de pó a cada determinação até a obtenção de uma consistência considerada adequada para a utilização do cimento, que formou um disco com diâmetro entre 30 a 33mm. Assim, a consistência padrão foi obtida utilizando uma proporção pó-líquido de 1:1 (v/v) para Chelon Fil e 1:0,5 (v/v) para Vidrion R à temperatura e umidade relativa controladas, e 1:1,4 (v/v) para o Chelon Fil e 1:0,6 (v/v) para o Vidrion R à temperatura e umidade relativa não controladas.

A guisa de informações, o teste de consistência recomendado pela Associação Dentária Americana para o cimento de silicato dental deve formar um disco com diâmetro médio de  $25\pm 1$ mm, no entanto, no caso específico deste estudo, a proporção pó-líquido para conseguir a consistência recomendada pela especificação, resultava em uma mistura de difícil manipulação para a confecção das amostras.

#### 4.2.3. Preparo das amostras

Foram confeccionados corpos de prova em conformidade com a especificação nº9 da Associação Dentária Americana e nas condições ambientais de umidade relativa e temperatura desejadas.

As amostras foram confeccionadas nas dimensões preconizadas pela referida especificação para o teste de resistência à compressão (12mm de altura e 6mm de diâmetro), na porção central de uma matriz de polivinil com forma cilíndrica e seccionada no centro por um corte longitudinal, para facilitar a remoção das amostras. Esta matriz, medindo 12mm de altura e 15mm de diâmetro externo, apresentava uma leve expulsividade que se adaptava em um anel de latão medindo 30mm de diâmetro por 12mm de altura, com a finalidade de manter unidas as partes da matriz de polivinil. (Figs. 1 e 2).

Após definida a relação pó-líquido para cada marca comercial de cimento de ionômero de vidro e para cada ambiente de trabalho, seguindo as indicações expostas na Tabela 2, o material foi dispensado sobre uma placa de vidro, e usando uma espátula de aço inoxidável nº70 (Duflex, SS White Art. Dent. Ltda), o pó foi aglutinado ao líquido em duas porções: metade nos primeiros 30 segundos e um período igual para a outra metade, completando o total de 1 minuto.

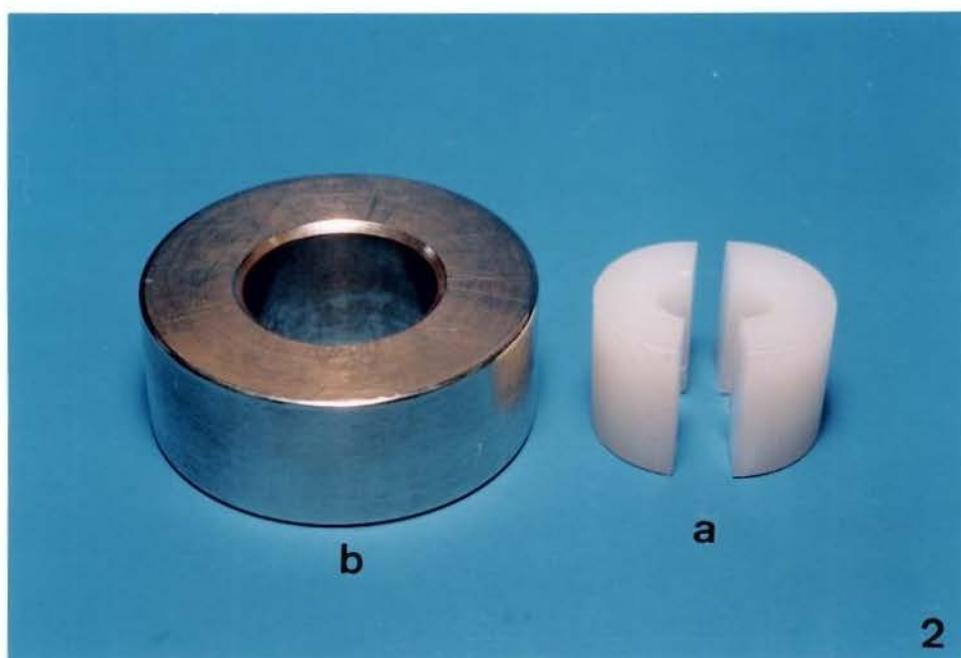
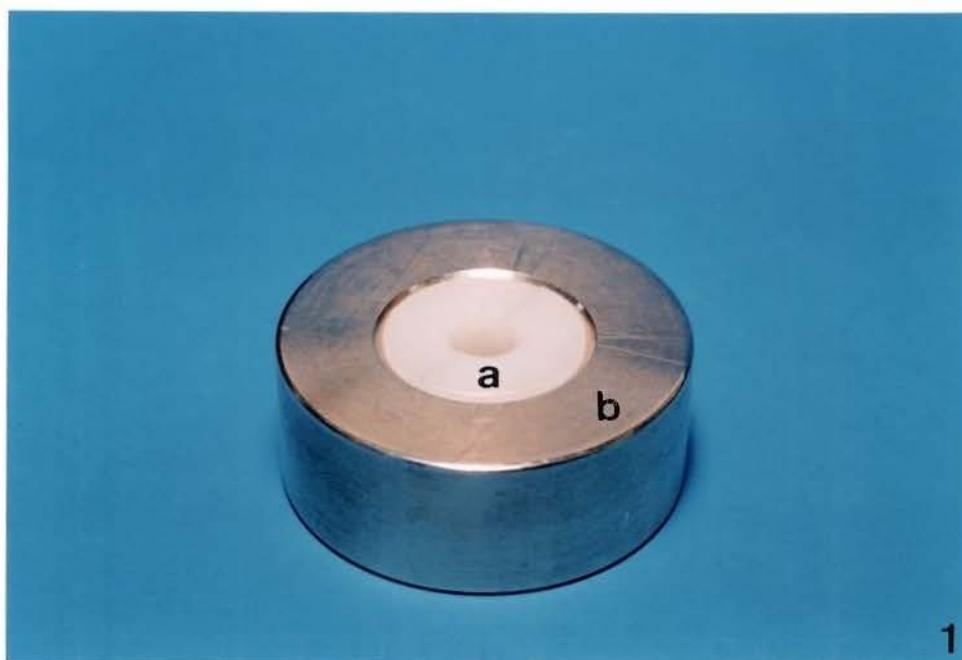


Fig. 1 e 2: Matriz de polivinil utilizada para confecção das amostras (a); anel de latão (b).

**Tabela 2 - Descrição da relação pó/líquido dos cimentos de ionômero de vidro em função do ambiente de trabalho.**

Material	Ambiente de trabalho	Relação pó/líquido	Pó (g)	Líquido (ml)
CHELON FIL	T e UR Controlados	1:1	0,75	0,12
	T e UR não Controlados	1:1,4	0,82	0,21
VIDRION R	T e UR Controlados	1:0,5	0,82	0,15
	T e UR não Controlados	1:0,6	0,69	0,15

Em seguida, a matriz foi colocada sobre uma placa de vidro, e preenchida com o cimento através do auxílio de uma espátula nº1 (Duflex, SS White Art. Dent. Ltda). Dois minutos após o início da mistura, uma segunda placa de vidro foi colocada sobre a base superior da matriz sob compressão de um peso de 0,5 Kg até a presa do material. O tempo de geleificação dos materiais foi considerado a partir do início da mistura pó-líquido até o momento em que o cimento apresentasse resistência para remoção da matriz. O tempo de presa considerado para o Chelon Fil e Vidrion R foi de 7 e 9 minutos, respectivamente.

A seguir as amostras foram retiradas da matriz, conseguindo bases planas e paralelas entre si para a aplicação do teste de resistência à compressão. De acordo com esses procedimentos foram confeccionados 40 corpos de prova para cada material em ambiente com temperatura e umidade relativa controlados e não controlados, totalizando 160 corpos de prova, conforme mostra a Tabela 3.

#### 4.2.4. Proteção superficial das amostras

Logo após a obtenção das amostras, cada grupo obtido nas condições especificadas neste estudo, foi dividido em dois subgrupos (controle e experimental) contendo 10 amostras. O grupo experimental recebeu a proteção superficial através da aplicação da resina dental SCOTCHBOND. Para o processo de polimerização, o aparelho emissor de luz visível FIBRALUX (Dabi-atlante) foi posicionado junto a 10 diferentes partes da amostra e a emissão de luz foi efetuada durante 10 segundos em cada região, totalizando 100 segundos de exposição para cada amostra protegida. O grupo controle não recebeu nenhuma proteção.

#### 4.2.5. Armazenamento das amostras

Em seguida, as amostras controle e experimental foram imersas em 50 ml de água destilada, contida em um frasco de vidro e armazenadas em uma estufa (ASCA S/A) por 1 hora e 24 horas a 37°C. Após esses períodos de tempo, as amostras foram removidas da água, secas com papel absorvente e imediatamente submetidas ao ensaio de resistência à compressão.

Tabela 3: Produtos ionoméricos submetidos ao ensaio de resistência à compressão, segundo as condições experimentais.

MATERIAL	AMBIENTE DE TRABALHO	SUPERFÍCIE DA AMOSTRA	ARMAZENAGEM
CHELON FIL	T e UR controlados	COM	1h
		PROTEÇÃO	24h
		SEM	1h
		PROTEÇÃO	24h
	T e UR não controlados	COM	1h
		PROTEÇÃO	24h
		SEM	1h
		PROTEÇÃO	24h
VIDRION R	T e UR controlados	COM	1h
		PROTEÇÃO	24h
		SEM	1h
		PROTEÇÃO	24h
	T e UR não controlados	COM	1h
		PROTEÇÃO	24h
		SEM	1h
		PROTEÇÃO	24h

#### 4.2.6. Ensaio de resistência à compressão

Decorrido os períodos de armazenamento, as amostras foram posicionadas e submetidas à força de compressão em uma máquina de teste Universal LOS (Alemanha), regulada a uma carga de 200 Kg/minuto, conforme a especificação nº9 da Associação Dentária Americana<sup>1</sup> para cimento de silicato dental.

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

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

onde, RC é a resistência à compressão, F a força aplicada e, A a área da base da amostra.

Os resultados foram obtidos em Kg/cm<sup>2</sup>, transformados na unidade MPa e submetidos à análise estatística.

## **5. RESULTADOS**

## 5. RESULTADOS

Os resultados obtidos pelos ensaios de resistência à compressão das amostras dos cimentos de ionômero de vidro restauradores VIDRION R e CHELON FIL, correspondente aos valores originais e médios obtidos em função das variáveis: ambiente de trabalho com temperatura e umidade relativa controlados e não controlados, tratamento superficial das amostras (controle e experimental) segundo os tempos de estocagem de 1 hora e 24 horas estão registrados na tabelas 4 (apêndice).

Os valores foram submetidos à análise de variância com esquema fatorial: PRODUTO, que analisa os cimentos de ionômero de vidro empregados; AMBIENTE, que analisa o ambiente de trabalho onde foram confeccionadas as amostras; TRATAMENTO, que verifica a efetividade da proteção superficial das amostras; e TEMPO onde é analisado os tempos de estocagem. De acordo com a Tabela 5 (Apêndice), os fatores PRODUTO, TRATAMENTO, AMBIENTE e TEMPO, e a interação PRODUTO X AMBIENTE X TRATAMENTO X TEMPO, foram significantivas ao nível estabelecido de 5% de probabilidade, pelo teste F. Os valores médios foram submetidos ao teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade e apresentadas nas tabelas 6 a 37 (apêndice) e ilustrados nas figuras 3A a 6B.

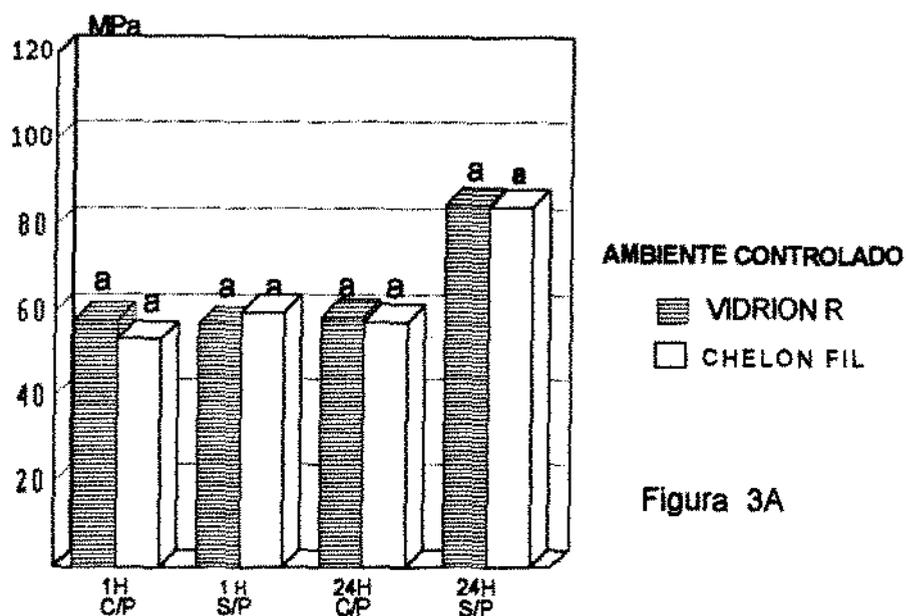


Figura 3A

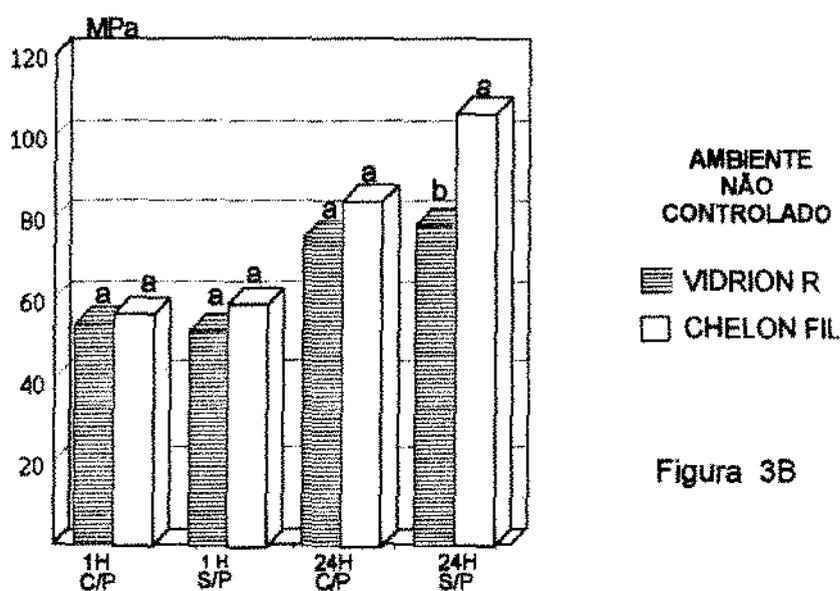


Figura 3B

Nos gráficos, as barras seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. As letras só são válidas para barras unidas graficamente.

Figuras 3A e 3B: Ilustração gráfica dos valores de resistência à compressão dos cimentos de ionômero de vidro VIDRION R e CHELON FIL, nos ambientes de trabalho controlado e não controlado, com e sem proteção superficial, nos tempos de estocagem de 1 hora e 24 horas.

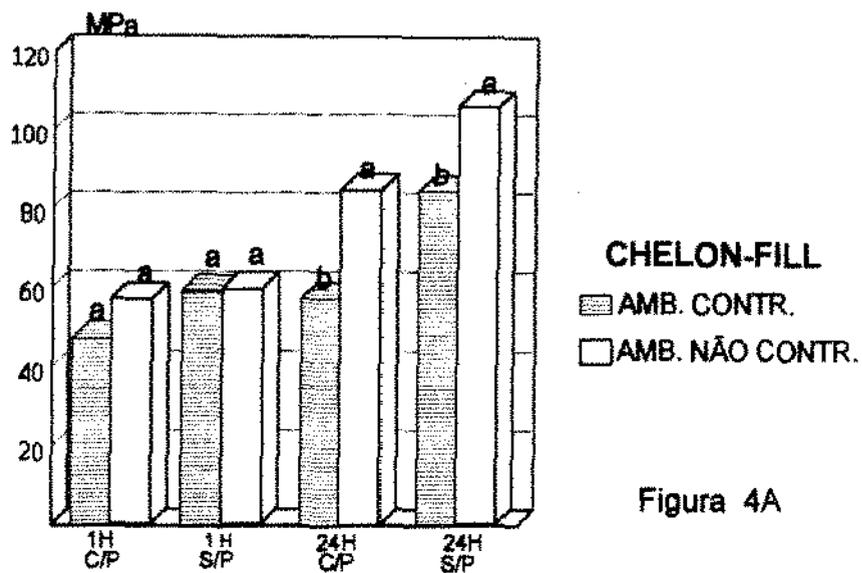


Figura 4A

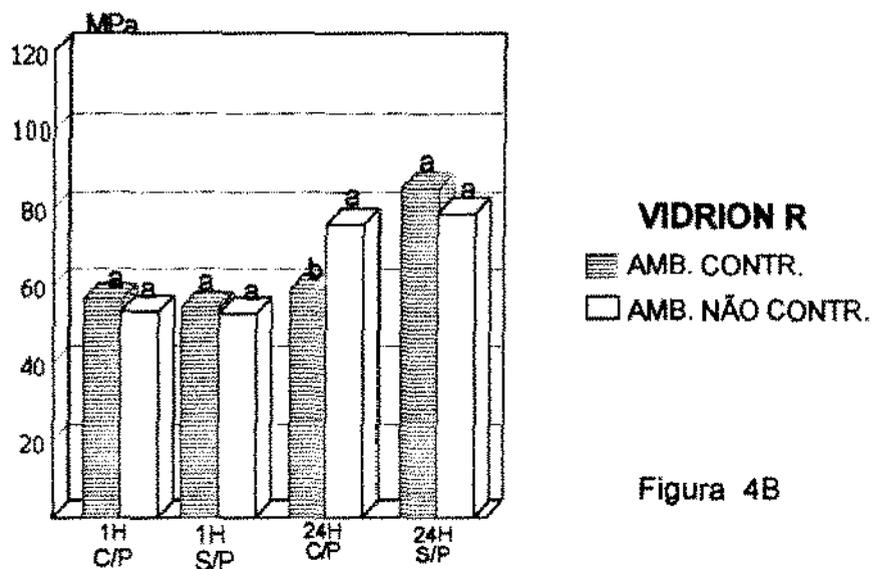


Figura 4B

Nos gráficos, as barras seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. As letras só são válidas para barras unidas graficamente.

Figuras 4A e 4B: Ilustração gráfica dos valores de resistência à compressão dos cimentos de ionômero de vidro CHELON FIL e VIDRION R manipulados em ambiente de trabalho com temperatura e umidade relativa CONTROLADOS e NÃO CONTROLADOS, nos períodos de 1 e 24 horas de armazenamento, com e sem proteção superficial.

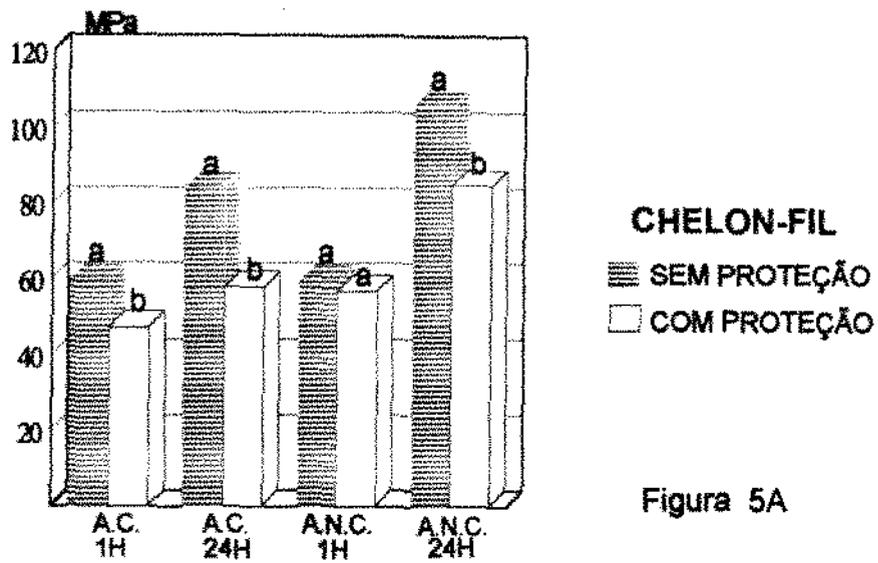


Figura 5A

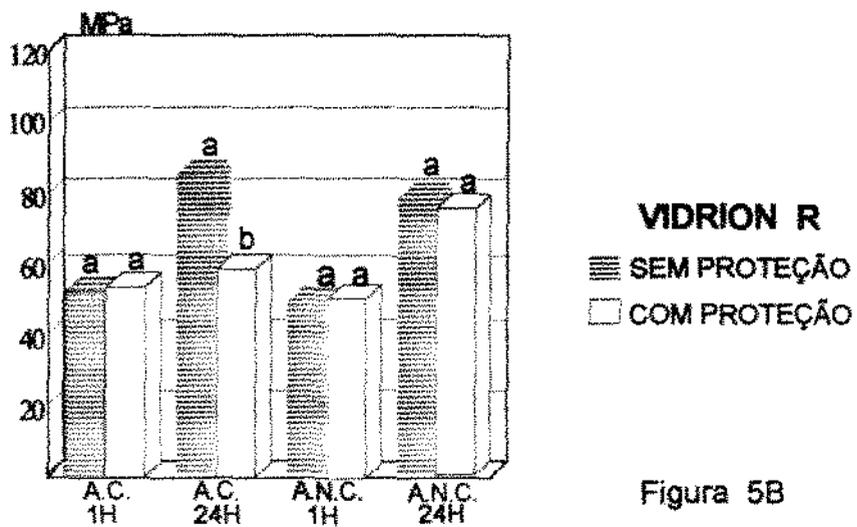


Figura 5B

Nos gráficos, as barras seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. As letras só são válidas para barras unidas graficamente.

Figuras 5A e 5B: Ilustração gráfica dos valores de resistência à compressão dos cimentos de ionômero de vidro CHELON FIL e VIDRION R, COM e SEM PROTEÇÃO SUPERFICIAL, em condições ambientais de trabalho controlados ou não, nos períodos de 1 e 24 horas de armazenamento.

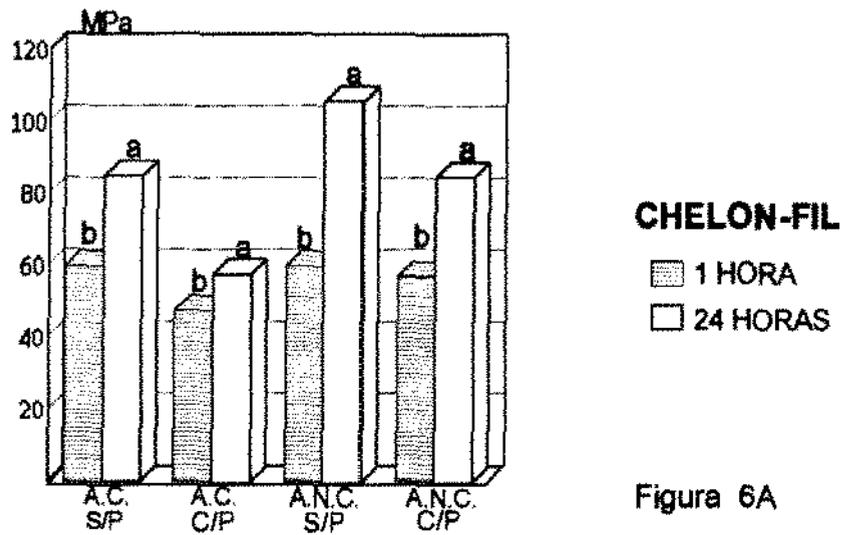


Figura 6A

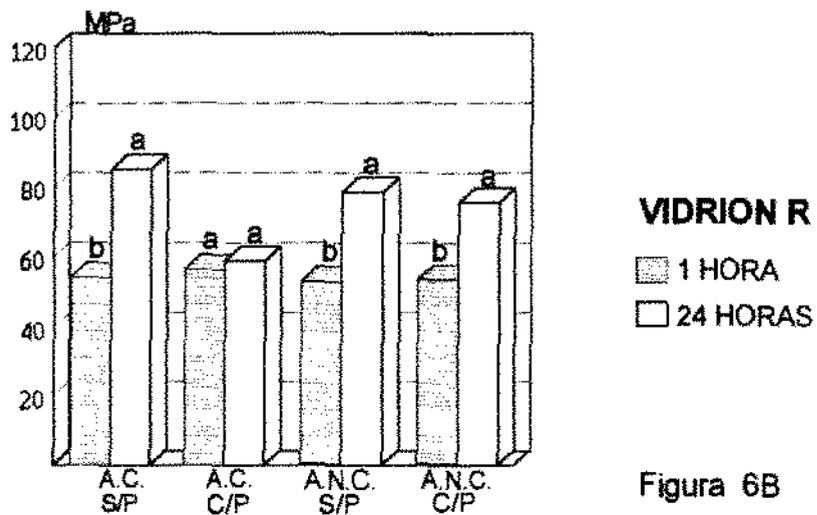


Figura 6B

Nos gráficos, as barras seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. As letras só são válidas para barras unidas graficamente.

Figuras 6A e 6B: Ilustração gráfica dos valores de resistência à compressão dos cimentos de ionômero de vidro CHELON FIL e VIDRION R, nos períodos de armazenamento de 1 e 24 HORAS para as amostras preparadas em ambiente controlados e não controlados, com e sem proteção superficial.

## **6 - DISCUSSÃO**

## 6 - DISCUSSÃO

A resistência à compressão é considerada uma propriedade importante para os materiais restauradores, em função das tensões provenientes do processo mastigatório<sup>18</sup>. No caso dos cimentos ionoméricos restauradores esta propriedade ganha relevância, principalmente, porque esta classe de materiais requer um longo período de tempo para completar a reação química e alcançar as propriedades físicas adequadas, ficando assim, vulneráveis a ação do meio oral nas etapas iniciais da reação<sup>5</sup>.

Segundo Mac LEAN<sup>21</sup> e SMITH<sup>33</sup> e PHILLIPS<sup>27</sup>, a tendência de desenvolvimento do cimento de ionômero de vidro está direcionada no sentido de melhorar as propriedades físicas e estéticas, justamente, porque os materiais comercializados atualmente e, indicados para restaurações diretas, ainda são duvidosos com relação ao desempenho clínico. No entanto, é preciso considerar que muitos dos problemas clínicos parecem estar relacionados com as características de manipulação, envolvendo proporcionamento pó/líquido, e, temperatura e umidade relativa do ambiente de trabalho, além de vulnerabilidade desses cimentos ao fenômeno de sinérise e embebição, vindo daí, a prudência em efetuar a proteção superficial durante a reação de geleificação<sup>3,30</sup>. Quando esses fatores são controlados é possível conseguir uma restauração final clinicamente satisfatória.

O cimento de ionômero de vidro, como todos os tipos de cimentos sofrem uma alteração em suas propriedades físicas com a redução na proporção pó/líquido<sup>3</sup>. Nos cimentos ionoméricos restauradores utilizados neste estudo, segundo as informações do fabricante, o produto Chelon Fil é fornecido na forma convencional, onde o pó contém as partículas vítreas e o líquido é composto pelo ácido polimaleico. O Vidrion R, é um cimento cuja reação de geleificação é iniciada pela água, pois o ácido poliacrílico está incorporado ao pó, e o líquido é composto por uma solução aquosa de ácido tartárico<sup>10,11,12,30,41</sup>. De acordo com PROSSER et al<sup>30</sup>, a diferença entre as duas formas de apresentação está na viscosidade do ácido polimaleico em relação ao ácido tartárico. Esta particularidade, neste estudo, permitiu uma maior incorporação de pó ao líquido para o cimento Vidrion R, fato que normalmente, deveria melhorar todas as propriedades do cimento<sup>5,9,21,30,35</sup>. No entanto, de acordo com os resultados ilustrados nas figuras 3A e 3B, os valores de resistência à compressão obtidos para o produto Vidrion R e Chelon Fil (tab 6 a 13) não apresentaram diferença estatisticamente significativa ao nível de 5% de

apresentaram diferença estatisticamente significativa ao nível de 5% de probabilidade, quando trabalhados em ambiente com diferentes temperaturas e umidade relativa do ar com excessão do grupo que foi manipulado em ambiente de trabalho não controlado, mantido sem proteção superficial e armazenado por 24 horas. A similaridade entre os valores de resistência à compressão entre os dois produtos estudados parece estar relacionado com o grau de reatividade dos componentes líquidos usados. Assim, o ácido polimaleico usado como componente líquido no produto Chelon Fil, embora apresente-se mais viscoso, segundo WILSON & Mac LEAN<sup>30</sup>, contém o dobro de grupos carboxílicos por unidade molecular, constituindo-se em um ácido mais reativo, portanto, com um tempo de geleificação menor e adquirindo resistência rapidamente, podendo explicar sua superioridade com relação ao Vidrion R (fig. 3B tab. 13), na formação de maior número de ligações cruzadas.

Mac LEAN<sup>21</sup> e WILSON e Mac LEAN<sup>30</sup> afirma que a reação de presa de todos os cimentos de ionômero de vidro é fundamentalmente a mesma, iniciando-se sempre com uma reação ácido-base. Sendo a água um constituinte muito importante no líquido desses cimentos, por ser o agente que auxilia o desenvolvimento da reação e é responsável pela hidratação dos polissais formados na reação. Assim, a variação na sua quantidade é considerada crítica na obtenção do produto final<sup>21-33</sup>. A existência de excesso de água prejudica a formação do cimento, resultando num material inadequado. Por outro lado, o desenvolvimento da reação e hidratação dos sais também enfraqueceria o cimento final, se houvesse insuficiente quantidade de água. Portanto, existe um limite que favorece a obtenção de um cimento de rápida geleificação, alta resistência mecânica e durabilidade<sup>21-33-36</sup>.

De acordo com estas considerações e por vivermos num país com grande variação de temperatura e umidade relativa do ar, em razão de sua localização e extensão territorial, definimos para o nosso trabalho, de forma generalizada, dois ambientes de trabalho. Um deles, seguindo as indicações da A.D.A. para a manipulação e uso deste material restaurador em temperatura de  $23 \pm 1^\circ\text{C}$  e umidade relativa de  $50 \pm 10\%$ , e, outro, numa tentativa de se aproximar das condições médias do ambiente encontrado na maior parte do ano, com temperatura de  $25 \pm 1^\circ\text{C}$  e umidade relativa de  $75 \pm 5\%$ , o que nos levou a classificar em nosso trabalho, o primeiro, como ambiente de trabalho controlado e o segundo, como não controlado. Assim, quando analisamos individualmente cada material trabalhado nessas condições pré determinadas, observamos que o produto Chelon Fil apresentou valores diferentes estatisticamente ao nível de

5% de probabilidade e superiores numericamente (tab 16 e 17) para os grupos trabalhados em ambiente não controlado, com período de 24 horas de armazenamento, independente da proteção superficial. Para os grupos armazenados no período de 1 hora, os valores de resistência à compressão não apresentaram diferenças estatisticamente significantes, quando comparados em relação ao ambiente de trabalho ( Fig. 4A - tab. 14 e 15). Já, o produto Vidrion R, ilustrado na figura 4B, somente o grupo protegido superficialmente e armazenado durante 24 horas, apresentou valores com diferença estatística significativa na comparação entre os ambientes de trabalho, sendo numericamente superior quando o material foi trabalhado em ambiente não controlado (tab 20). Os demais grupos apresentados na figura 4B não apresentaram diferenças estatisticamente significantes ao nível de 5% de probabilidade (tab 18, 19 e 21).

A explicação para os resultados observados nas figuras 4A e 4B parece estar relacionada com o conteúdo de água no ambiente no momento da confecção dos corpos de prova desses grupos. Segundo TUBELIS & NASCIMENTO<sup>34</sup>, e OMETTO<sup>25</sup>, existe uma relação percentual entre a quantidade absoluta de vapor de água existente no ar e aquela máxima encontrada para uma determinada temperatura. Assim, determinamos exatamente a quantidade de água existente no ambiente (tab. 39 e 40 - apêndice) e notamos as que diferenças estatisticamente significantes ocorreram nos grupos onde o ambiente continha maior quantidade de água em  $g/m^3$  de ar, no momento em que os materiais foram trabalhados. Como a água é importante para a hidratação e formação da matriz de polissais, ficou claro o desenvolvimento da resistência nesses grupos. Além disso, segundo BRUNE & SMITH<sup>4</sup>, a zona mais fraca do cimento de ionômero de vidro é a ligação entre a partícula vítrea original e a matriz e, segundo PHILLIPS<sup>26</sup>, esta união é feita por pontes de hidrogênio via molécula de água.

Considerando a susceptibilidade dos cimentos ionoméricos em ganhar ou perder água, Mac LEAN<sup>21</sup> recomenda a proteção da restauração contra o meio externo nas primeiras horas após a sua confecção, para possibilitar o desenvolvimento completo da reação de geleificação. Dentro dessa função, EARL et al<sup>14,15</sup> demonstraram que a aplicação de uma resina composta de baixa viscosidade e fotopolimerizável, imediatamente após a confecção da restauração, é mais efetiva do que a proteção feita com vernizes cavitários. No entanto, essa preocupação, segundo KENT et al<sup>17</sup>, está mais relacionadas aos altos índices de solubilidade do cimento de ionômero de vidro restaurador, que vem sendo o fator limitante na sua utilização.

No presente estudo, os corpos de prova foram imediatamente imersos em água, após a geleificação inicial. Esta variação na metodologia descrita pela especificação nº 9 da Associação Dentária Americana<sup>1</sup>, foi realizada com o intuito de simular as condições do meio bucal, pois clinicamente, ao se realizar uma restauração com cimento de ionômero de vidro, o material entra diretamente em contato com os fluídos bucais, após seu tempo de presa inicial. De acordo com os resultados obtidos, pode-se observar na figura 5A, que os grupos de corpos de prova confeccionados com o cimento Chelon Fil que não recebeu a proteção superficial da resina Scotchbond apresentaram valores de resistência à compressão numericamente superior e estatisticamente significantes ao nível de 5% de probabilidade (tab 30, 31 e 33). Para o produto Vidrion R, ilustrado na figura 5B, apenas o grupo trabalhado em ambiente controlado e período de armazenameto de 24 horas apresentou valores estatisticamente significantes e superiores (tab 35), para os corpos de prova não protegidos superficialmente em relação àqueles protegidos. Os demais grupos ilustrados nas figuras 5A e 5B não apresentaram valores estatisticamente diferentes entre si (tab 32, 34, 36 e 37).

Este comportamento da resistência à compressão ilustrados nas figuras 5A e 5B, para os grupos que não receberam proteção superficial, também parece estar relacionado ao desequilíbrio hídrico do cimento ionomérico recém preparado, onde provavelmente, o conteúdo de água não foi suficiente para a hidratação e formação da matriz de polissais, necessários para desenvolvimento de resistência, sendo então, utilizados água adicional, até um determinado limite, proveniente do meio de imersão. Quando a superfície dos corpos de prova foram protegidos com a resina, observamos valores inferiores de resistência à compressão, provavelmente, em função do processo de impermeabilização exercido pela resina e que impediu a possibilidade do cimento ganhar água do meio logo após a geleificação inicial. Estes resultados concordam com o trabalho de O'HARA et al<sup>24</sup> que também obtiveram valores de dureza superficial reduzidos em superfície de cimento de ionômero de vidro que foram previamente protegidos.

Estes fatos nos levam a crer que o processo de solubilidade, evidenciados nas etapas iniciais de reação do cimento de ionômero de vidro, segundo CRISP et al<sup>13</sup>, CRISP & WILSON<sup>6</sup>, e BARRY et al<sup>2</sup>, e que comprometem esteticamente a restauração<sup>28</sup>, seja apenas superficial, e o lixiviamento dos ions metálicos livres de cálcio e alumínio não influenciam no desenvolvimento da resistência intrínscica do material.

Ainda nas figuras 5A e 5B, verificamos similaridade nos resultados de resistência à compressão em alguns grupos do cimento Vidrion R e Chelon Fil, quando variamos o fator proteção superficial (tab 32, 34, 36 e 37). Estes resultados provavelmente ocorreram em função da resina fluída Scotchbond utilizada como agente de proteção superficial. De acordo com RODRIGUES<sup>31</sup>, essa resina oferece um determinado grau de proteção, porém a sua efetividade é inferior aos vernizes à base de nitrocelulose. Segundo MOUNT<sup>23</sup>, a efetividade está diretamente relacionada com a viscosidade e conseqüentemente com o ângulo de contato, que acarreta uma maior ou menor capacidade de umedecimento da superfície, favorecendo assim, o procedimento de proteção. Dessa forma, acreditamos que nos grupos onde houve equivalência nos resultados, a proteção não tenha sido efetiva ou pela limitação do material protetor ou mesmo por falha no procedimento técnico de aplicação da resina. Esta falha deu condição de igualdade entre os grupos protegidos superficialmente e àqueles que não o foram.

Com relação aos tempos de armazenamento, pode-se verificar nos dois tipos de cimentos estudados que os valores de resistência à compressão obtidos em 24 horas foram superiores e estatisticamente diferentes ao nível de 5% de probabilidade, quando comparados ao período de 1 hora (Fig 6A e 6B e tab 22 a 25 e 27 a 29). Segundo LEWIS et al.<sup>18</sup> e JOHNSON et al.<sup>16</sup>, a resistência do cimento de ionômero de vidro começa a aumentar a partir dos 7 minutos e continua durante vários meses<sup>8,36,37,42</sup>. Isto provavelmente ocorre em função da substituição do policarboxilato de cálcio, responsável pela resistência inicial do cimento, pelo policarboxilato de alumínio na formação das ligações cruzadas, inclusive havendo predominância dos íons alumínio sobre os íons cálcio na matriz, conferindo assim, no período de 24 horas, a resistência final do cimento, conforme explicam CRISP et al.<sup>13</sup>, CRISP & WILSON<sup>8</sup> e BARRY et al.<sup>2</sup>.

Apenas os corpos de prova confeccionados com o produto Vidrion R no grupo trabalhado em ambiente controlado e que recebeu proteção superficial, ilustrado na figura 6B, não apresentou valores estatisticamente significantes (tab 26). Neste caso, provavelmente a impermeabilização superficial do corpo de prova com a resina tenha sido eficiente, e dessa forma, não incorporou água do meio de imersão, que possibilitaria o desenvolvimento da resistência. Este bloqueio hídrico e as mesmas condições de trabalho, praticamente igualaram os valores de resistência à compressão obtidos nesse grupo.

Assim sendo, os resultados deste experimento deixam evidentes que a resistência à compressão dos cimentos de ionômero de vidro restauradores é extremamente dependente da manutenção do equilíbrio hídrico desde o início da reação química, até o desenvolvimento final da geleificação, e que, embora a proteção superficial impeça a solubilidade superficial, conforme afirma RODRIGUES<sup>31</sup>, também impede o completo desenvolvimento da resistência.

## **7 - CONCLUSÃO**

## 7 - CONCLUSÃO

Diante dos valores obtidos neste estudo, para resistência à compressão dos cimentos ionoméricos restauradores achamos válido as seguintes conclusões:

1. Não houve diferença estatisticamente significativa ( $p > 0,05$ ) entre os materiais Chelon Fil e Vidrion R, exceto quando os materiais foram manipulados em ambiente de trabalho não controlado e mantido sem proteção superficial no período de 24 horas;

2. A manipulação em ambiente de trabalho controlado e não controlado apresentou diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) para o material Chelon Fil armazenado no período de 24 horas com e sem proteção superficial e para o material Vidrion R armazenado por 24 horas proteção superficial. Os demais grupos não apresentaram diferença estatisticamente significativa ( $p > 0,05$ ).

3. A proteção superficial produziu valores inferiores e com diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) para o material Chelon Fil, e para o grupo manipulado em ambiente controlado e armazenado por 24 horas do material Vidrion R. O grupo manipulado em ambiente não controlado e armazenado por 1 hora do material Chelon Fil e os demais grupos do material Vidrion R, não apresentaram diferença estatisticamente significativa ( $p > 0,05$ ) para a condição tratamento superficial.

4. Os grupos armazenados por 24 horas foram estatisticamente diferentes ( $p < 0,05$ ) mostrando valores superiores quando comparados aos grupos armazenados no período de 1 hora. Exceto para o material Vidrion R quando manipulado em ambiente controlado e mantido com proteção superficial.

## **8 - RESUMO**

## 8 - RESUMO

O propósito deste estudo foi avaliar a resistência à compressão de dois cimentos de ionômero de vidro restauradores (Chelon-Fil e Vidrion R) com e sem proteção superficial e manipulados sob diferentes condições de temperatura e umidade relativa do ar, nos períodos de 1 hora e 24 horas de armazenamento.

A especificação nº 09 da A.D.A. foi utilizada para adequar a proporção pó/líquido a uma consistência padrão para cada condição ambiental de trabalho. Foram confeccionadas 80 amostras para cada material e divididas em 08 grupos experimentais com 10 corpos de prova cada, sendo manipulados em ambiente "controlado" ( $T=23\pm 1^{\circ}\text{C}$  e  $50\pm 10$  UR) e "não controlado" ( $T=25\pm 1^{\circ}\text{C}$  e  $75\pm 5$  UR) e mantido com e sem proteção nos períodos de armazenamento.

Os resultados demonstraram que não há diferença estatisticamente significativa entre os materiais Chelon Fil e Vidrion R com relação a resistência à compressão, sendo que somente quando manipulado em ambiente controlado e armazenado no período de 24 horas sem proteção superficial houve diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) entre os materiais.

Com relação à manipulação em ambiente de trabalho controlado e não controlado os grupos onde o Chelon Fil foi mantido com ou sem proteção superficial e armazenado durante 24 horas e o material Vidrion R protegido superficialmente e armazenado também em 24 horas apresentaram diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) para valor de resistência à compressão. Os demais grupos não se diferiram quanto à manipulação nos diferentes ambientes de trabalho.

A proteção superficial produziu valores de resistência à compressão reduzidos e estatisticamente significante ( $p < 0,05$ ) para o material Chelon Fil, exceto para o grupo manipulado em ambiente não controlado e armazenado por 1 hora. Já para o material Vidrion R somente o grupo manipulado em ambiente controlado e armazenado por 24 horas apresentou diferença estatisticamente significante com relação à proteção superficial ( $p < 0,05$ ). Os demais grupos não se diferiram estatisticamente.

O tempo de armazenamento de 24 horas apresentou valores de resistência à compressão superiores e estatisticamente significantes ( $p < 0,05$ ) quando comparados ao período de 1 hora de armazenamento, com exceção do grupo manipulado em ambiente controlado e mantido com proteção superficial para o material Vidrion R.

**9 - SUMMARY**

## 9 - SUMMARY

The purpose of this study was to evaluate the compressive strength of two filling glass ionomer cements (Chelon Fil and Vidrion R) with and without surface protection and manipulated under different conditions of temperature and relative humidity of the atmosphere, in 1 and 24 hours of storage.

The specification number 9 of the A.D.A. was used to suit the powder/liquid ratio to a standard consistency for each environmental work condition. Eighty samples of each material were made and divided into eight experimental groups, each of them with ten samples, manipulated in "controlled" ( $T=23\pm 1^{\circ}\text{C}$  e  $50\%\pm 10\%$  HR) and "non-controlled" ( $T=25\pm 1^{\circ}\text{C}$  e  $75\pm 5\%$  HR) environmental and kept with and without protection in the storage periods.

The results showed that statistically there is no significant difference between Chelon Fil and Vidrion R concerning to their compressive strength. Statistically significant differences ( $p<0,05$ ) between the material took place only when the samples were manipulated in controlled environment and stored for 24 hours without surface protection.

Concerning to the manipulation in controlled and non-controlled work environment, the groups in which Chelon Fil was kept with or without surface protection stored for 24 hours and VIDRION R with surface protection and also stored for 24 hours presented statistically significant differences ( $p<0,05$ ) for compressive strength value. No difference was noted for the other groups concerning to the manipulation in different work environments.

The surface protection produced decrease and statistically significant ( $p<0,05$ ) compressive strength values for Chelon Fil, except for the groups manipulated in non controlled environment and stored for 1 hour. For Vidrion R, only the group manipulated environment and stored for 24 hours presented statistically significant difference related to surface protection, no statistic difference was noted between the other groups.

For the 24 hours storage, superior and statistically significant compressive strength values were obtained when compared with the 1 hour storage period, except for the Vidrion R group manipulated in controlled environment and kept with surface protection.

## **10 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

## 10 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS \*

- 1 - AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Concil on Dental Materials and Devices. Dental silicate cement: Specification nº 9. J. Am. dent. Ass., Chicago, v.102, n.3, p.350-351, Mar. 1981.
- 2 - 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.
- 3 - BILLINGTON, R.W., WILLIAMS, J.A., PEARSON, G.J. Variation in powder/ liquid ratio of a restorative glass-ionomer cement used in dental practice. Br. dent. J., London, v.169, n.6, p.164-167, Sept. 1990.
- 4 - BRUNE, D., SMITH, D. Microstructure and strength properties of silicate and glass-ionomer cements. Acta Odont. scand., Oslo, v.40, n.6, p.389-396, Dec. 1982.
- 5 - COHEN, S., SCHULMAN, A. Glass ionomer cements. A material review. N. Y. J. Dent., New York, v.55, n.7, p.257-261, Nov., 1985.
- 6 - CRISP, S., WILSON, P. Reactions in glass ionomer cements: III The precipitation reaction. J. dent. Res., Washington, v.53, n.6, p.1420-1424, Nov-Dec. 1974.
- 7 - \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_. Reaction 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.
- 8 - \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_, LEWIS, B.G. Characterization of glass-ionomer cements. 1. Long term hardness and compressive strength. J. Dent., Surrey, v.4, n.4, p.162-166, July. 1976.
- 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. 1976.
- 10 - \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_. 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.
- 11 - \_\_\_\_\_ et al. Glass ionomer cement formulations. II - The syntesis of novel polycarboxylic acids. J. dent. Res., Washington, v.59, n.6, p.1055-1063, June 1980.

---

\* - De acordo com NBR-6023 da Associação Brasileira de Normas Técnicas, 1989. Abreviaturas de Periódicos pelo "World List of Scientific Periodicals".

- 12 - CRISP, S. et al. Properties of improved glass ionomer cement formulations. J. Dent., Surrey, v.3, n.3, p.125-130, May 1975.
- 13 - \_\_\_\_\_, 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.
- 14 - EARL, M.S.A., HUME, W.R., MOUNT, G.J. Effect of varnishes and other surface treatments on water movement across glass ionomer cement surface. Aust. dent. J., St. Leonards, v.30, n.4, p.298-301, Aug. 1985.
- 15 - \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_. Effect of varnishes and other surface treatments on water movement across glass ionomer cement surface - II. Aust. dent. J., St. Leonards, v.34, n.4, p.326-329, Aug. 1989.
- 16 - JOHNSON, G.H., HERBERT, A.H., POWERS, J.M. Changes in properties of glass-ionomer luting cements with time. Operative dent., Seattle, v.13, n.4, p.191-196, Autumn 1988.
- 17 - KENT, B.E., LEWIS, B.G., WILSON, A.D. The properties of glass ionomer cement. Brit. dent. J., London, v.135, n.7, p.322-326, Oct. 1973.
- 18 - 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.
- 19 - McCOMB, D., SIRISKO, R., BROWN, J. Comparison of physical properties of commercial glass ionomer luting cements. J. Can. dent. Assoc., Montreal, v.50, n.9, p.699-701, Sept. 1984.
- 20 - McLEAN, J.W. Dental material glass ionomer cement. Aust. dent. J., St. Leonards, v.21, n.2, p.180, Apr., 1976.
- 21 - \_\_\_\_\_. Glass ionomer cements. Br. dent. J., London, v.164, n.9, p.293-300, May 1988.
- 22 - MOUNT, G. Longevity of glass ionomer cements. J. Prosth. Dent., St. Louis, v.55, n.6, p.682-685, June 1986.
- 23 - \_\_\_\_\_. The wettability of bonding resins used in the composite resin/glass ionomer "sandwich technich". Aust. dent. J., St. Leonards, v.34, n.1, p.32-35, Feb. 1989.
- 24 - 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.
- 25 - OMETTO, J.C. Bioclimatologia vegetal. São Paulo: Agronômica Ceres, 1981. 440p.

- 26 - PHILLIPS, R.W. Materiais dentários de Skinner. 8ed. Rio de Janeiro: Interamericana, 1984. 467p.
- 27 - PHILLIPS, R.W. The glass ionomer cement. J. Am. dent. Ass., Chicago, v.120, n.1, p.19, Jan. 1990.
- 28 - \_\_\_\_\_, BISHOP, B.M. An in vitro study of the effect of mixture on glass ionomer cement. Quintessence Int., Berlin, v.16, n.3, p.175-177, Feb. 1985.
- 29 - PROSSER, H.J., RICHARDS, C.P., WILSON, A.D. NMR spectroscopy of dental material. II - The role of tartaric acid in glass ionomer cements. J. Biomed. Mater. Res., New York, v.16, n.4, p.431-444, July 1982.
- 30 - \_\_\_\_\_ et al. Characterization of glass ionomer cements. 7 - The physical properties of current materials. J. Dent., Surrey, v.12, n.3, p.231-240, Sept 1984.
- 31 - RODRIGUES, R.C.M. Influência de agentes protetores na solubilidade de cimentos de ionômero de vidro restauradores. Tese (Mestrado em Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, 1993. 87p.
- 32 - SETCHELL, D.J., TEO, C.K., KHUN, A.T. The relative solubilities of four modern glass ionomer cements. Br. dent. J., London, v.158, n.6, p.220-222, Mar. 1985.
- 33 - SMITH, D.C. Composition and characteristics of glass ionomer cements. J. Am. dent. Ass., Chicago, v.120, n.1, p.20-22, Jan. 1990.
- 34 - TUBELIS, A., NASCIMENTO, F.J.L. Metereologia descritiva: Fundamentos e aplicações brasileiras. São Paulo: Nobel, 1980. 374p.
- 35 - WALLS, A.W.G, McCABE, J.F., MURRAY, J.J. Factors influencing the setting reaction of glass polyalkenoate (ionomer) cements. J. Dent., Surrey, v.16, n.1, p.32-35, Feb. 1988.
- 36 - WILLIAMS, J.A. , BILLINGTON, R.W. Changes in compressive strength of glass ionomer restorative materials with respect to time periods of 24h to 4 months. J. oral Rehabil., Oxford, v.18, n.2, p.163-168, Mar. 1991.
- 37 - \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_. 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.
- 38 - WILSON, A.D., KENT, B.E. The glass-ionomer-cement: A new translucent dental filling material. J. App. Chem. Biotechnol., 21:313, 1971. Apud WILSON, A.D. , McLEAN, J.W. op. cit. ref. 39.

- 39 - WILSON, A.D., McLEAN, J.W. Glass-ionomer cement. Chicago: Quintessence 1988. p.130.
- 40 - \_\_\_\_\_, CRISP, S., ABEL, G. Characterization of glass ionomer cements. 4 - Effect of molecular weight on physical properties. J. Dent., Surrey, v.5, n.2, p.117-120, June 1977.
- 41 - \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_, FERNER, A.J. Reactions in glass ionomer cements. IV - Effect of chelating comonomers on setting behavior. J. Dent. Res., Washington, v.55, n.3, p.489-495, May-June 1976.
- 42 - \_\_\_\_\_ et al. The influence of polyacid molecular weight on some properties of glass ionomers cements. J. dent. Res., Washington, v.68, n.2, p.89-94, Feb. 1989.
- 43 - WONG., T.C., BRYANT, R. Glass ionomer cements: dispersing and strength. Aust. dent. J., St. Leonards, v.30, n.5, p.336-340, Oct. 1985.

## 11 - APÉNDICE

## 11 - APÊNDICE

Tabela 4 - Valores originais e médios de resistência a compressão dos cimentos de ionômero de vidro restauradores Chelon Fil e Vidrion R, manipulados em ambiente de trabalho com temperatura e umidade relativa do ar "controlados e "não controlados", mantidos com e sem proteção superficial nos períodos de armazenamento de 1 e 24 horas (MPa).

	T e UR CONTROLADOS				T e UR NÃO CONTROLADOS			
	S/ PROTEÇÃO		C/ PROTEÇÃO		S/ PROTEÇÃO		C/ PROTEÇÃO	
	1 h	24 h	1 h	24 h	1 h	24 h	1 h	24 h
<b>CHELON FIL</b>	61,411	110,332	53,778	52,043	48,573	95,413	58,982	97,841
	57,594	86,739	38,165	52,043	58,288	95,066	51,349	90,208
	78,065	76,330	43,716	41,634	67,656	124,904	52,737	83,269
	59,676	92,984	46,839	65,921	65,921	108,944	51,349	83,269
	51,349	58,982	46,492	57,594	61,758	105,474	68,697	69,391
	62,452	79,800	63,146	62,452	48,573	95,413	58,982	97,841
	63,146	102,352	45,104	79,800	58,288	95,066	51,349	90,208
	59,676	71,126	41,634	64,187	67,656	124,904	52,737	83,269
	56,206	76,330	41,634	55,513	65,921	108,944	51,349	83,269
	45,798	90,208	51,002	45,104	61,758	105,474	68,697	69,391
<b>MÉDIA</b>	<b>59,537</b>	<b>84,518</b>	<b>47,151</b>	<b>57,629</b>	<b>59,439</b>	<b>105,960</b>	<b>56,622</b>	<b>84,795</b>
<b>VIDRION R</b>	52,737	82,546	55,860	60,717	47,533	73,207	50,655	78,412
	51,349	85,698	60,717	46,839	54,472	79,800	56,553	77,718
	56,900	62,452	56,553	55,513	49,961	72,860	52,737	69,391
	54,472	79,453	54,472	48,573	58,982	78,412	55,513	77,024
	55,860	71,126	55,166	52,043	52,390	88,473	49,961	75,636
	52,737	87,086	55,860	80,147	47,533	73,207	50,655	78,412
	51,349	103,740	60,717	77,204	54,472	79,800	56,553	77,718
	56,900	106,515	56,553	58,982	49,961	72,860	52,737	69,391
	54,472	72,860	54,472	62,452	58,982	78,412	55,513	77,024
	55,860	99,576	55,166	45,104	52,390	88,473	49,961	75,636
<b>MÉDIA</b>	<b>54,263</b>	<b>85,105</b>	<b>56,453</b>	<b>58,762</b>	<b>52,667</b>	<b>78,550</b>	<b>53,083</b>	<b>75,636</b>

Tabela 5 - Análise de variância.

CAUSAS DA VARIACÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
PRODUTO	1	10,5734080	10,5734080	8,0233	0,00543
AMBIENTE	1	25,0709852	25,0709852	19,0243	0,00011
TEMPO	1	229,7726609	229,7726609	174,3556	0,00001
TRAT	1	50,5208753	50,5208753	38,3361	0,00001
PRO*AMB*TEM*TRA	1	5,2735541	5,2735541	4,0017	0,04443
RESÍDUO	154	202,9473002	1,3178396		
TOTAL	159	524,1587837			

MÉDIA GERAL = 66,88602

COEFICIENTE DE VARIACÃO = 17,163%

Tabela 6 - Teste de Tukey para médias de PRODUTO dentro de CONTROLE do fator AMBIENTE, 1 hora do fator TEMPO e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	VIDRION	10	56,45361	56,45361	a	A
2	1	CHELON	10	47,15100	47,15100	a	A

Tabela 7 - Teste de Tukey para médias de PRODUTO dentro de CONTROLE do fator AMBIENTE, 1 hora do fator TEMPO e S/PROT do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	CHELON	10	59,53737	59,53737	a	A
2	2	VIDRION	10	54,26360	54,26360	a	A

Tabela 8 - Teste de Tukey para médias de PRODUTO dentro de CONTROLE do fator AMBIENTE, 24 horas do fator TEMPO e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	VIDRION	10	58,76240	58,76240	a	A
2	1	CHELON	10	57,62910	57,62910	a	A

Tabela 9 - Teste de Tukey para médias de PRODUTO dentro de CONTROLE do fator AMBIENTE, 24 horas do fator TEMPO e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	VIDRION	10	85,10519	85,10519	a	A
2	1	CHELON	10	84,51830	84,51830	a	A

Tabela 10 - Teste de Tukey para médias de PRODUTO dentro de NÃOCONTR. do fator AMBIENTE, 1 hora do fator TEMPO e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	CHELON	10	56,62280	56,62280	a	A
2	2	VIDRION	10	53,08381	53,08381	a	A

Tabela 11 - Teste de Tukey para médias de PRODUTO dentro de NÃOCONTR. do fator AMBIENTE, 1 horas do fator TEMPO e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	CHELON	10	59,43921	59,43921	a	A
2	2	VIDRION	10	52,66760	52,66760	a	A

Tabela 12 - Teste de Tukey para médias de PRODUTO dentro de NÃOCONTR. do fator AMBIENTE, 24 horas do fator TEMPO e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	CHELON	10	84,79559	84,79559	a	A
2	2	VIDRION	10	75,63620	75,63620	a	A

Tabela 13 - Teste de Tukey para médias de PRODUTO dentro de NAOCONTR. do fator AMBIENTE, 24 horas do fator TEMPO e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	CHELON	10	105,96021	105,96021	a	A
2	2	VIDRION	10	78,55040	78,55040	b	B

Tabela 14 - Teste de Tukey para médias de AMBIENTE dentro de CHELON do fator PRODUTO, 1 hora do fator TEMPO e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	NAOCONTR	10	56,62280	56,62280	a	A
2	1	CONTROLE	10	47,15100	47,15100	a	A

Tabela 15 - Teste de Tukey para médias de AMBIENTE dentro de CHELON do fator PRODUTO, 1 hora do fator TEMPO e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	CONTROLE	10	59,53737	59,53737	a	A
2	2	NAOCONTR	10	59,43921	59,43921	a	A

Tabela 16 - Teste de Tukey para médias de AMBIENTE dentro de CHELON do fator PRODUTO, 24 horas do fator TEMPO e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	NAOCONTR	10	84,79559	84,79559	a	A
2	1	CONTROLE	10	57,62910	57,62910	b	B

Tabela 17 - Teste de Tukey para médias de AMBIENTE dentro de CHELON do fator PRODUTO, 24 horas do fator TEMPO e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	NAOCONTR	10	105,96021	105,96021	a	A
2	1	CONTROLE	10	84,51830	84,51830	b	B

Tabela 18 - Teste de Tukey para médias de AMBIENTE dentro de VIDRION do fator PRODUTO, 1 hora do fator TEMPO e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	CONTROLE	10	56,45361	56,45361	a	A
2	2	NAOCONTR	10	53,08381	53,08381	a	A

Tabela 19 - Teste de Tukey para médias de AMBIENTE dentro de VIDRION do fator PRODUTO, 1 hora do fator TEMPO e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	CONTROLE	10	54,26360	54,26360	a	A
2	2	NAOCONTR	10	52,66760	52,66760	a	A

Tabela 20 - Teste de Tukey para médias de AMBIENTE dentro de VIDRION do fator PRODUTO, 24 horas do fator TEMPO e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	NAOCONTR	10	75,63620	75,63620	a	A
2	1	CONTROLE	10	58,76240	58,76240	b	B

Tabela 21 - Teste de Tukey para médias de AMBIENTE dentro de VIDRION do fator PRODUTO, 24 horas do fator TEMPO e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	CONTROLE	10	85,10519	85,10519	a	A
2	2	NAOCONTR	10	78,55040	78,55040	a	A

Tabela 22 - Teste de Tukey para médias de TEMPO dentro de CHELON do fator PRODUTO, CONTROLE do fator AMBIENTE e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24horas	10	57,62910	57,62910	a	A
2	1	1hora	10	47,15100	47,15100	b	B

Tabela 23 - Teste de Tukey para médias de TEMPO dentro de CHELON do fator PRODUTO, CONTROLE do fator AMBIENTE e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24horas	10	84,51830	84,51830	a	A
2	1	1hora	10	59,53737	59,53737	b	B

Tabela 24 - Teste de Tukey para médias de TEMPO dentro de CHELON do fator PRODUTO, NÃOCONTR. do fator AMBIENTE e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24horas	10	84,79559	84,79559	a	A
2	1	1hora	10	56,62280	56,62280	b	B

Tabela 25 - Teste de Tukey para médias de TEMPO dentro de CHELON do fator PRODUTO, NÃOCONTR. do fator AMBIENTE e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24horas	10	105,96021	105,96021	a	A
2	1	1hora	10	59,43921	59,43921	b	B

Tabela 26 - Teste de Tukey para médias de TEMPO dentro de VI-DRION do fator PRODUTO, CONTROLE do fator AMBIENTE e C/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24horas	10	58,76240	58,76240	a	A
2	1	1hora	10	56,45361	56,45361	a	A

Tabela 27 - Teste de Tukey para médias de TEMPO dentro de VI-DRION do fator PRODUTO, CONTROLE do fator AMBIENTE e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24horas	10	85,10519	85,10519	a	A
2	1	1hora	10	54,26360	54,26360	b	B

Tabela 28 - Teste de Tukey para médias de TEMPO dentro de VI-DRION do fator PRODUTO, NÃOCONTR. do fator AMBIENTE e C/PROT. do fa-  
tor TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24horas	10	75,63620	75,63620	a	A
2	1	1hora	10	53,08381	53,08381	b	B

Tabela 29 - Teste de Tukey para médias de TEMPO dentro de VI-DRION do fator PRODUTO, NÃOCONTR. do fator AMBIENTE e S/PROT. do fator TRAT.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24horas	10	78,55040	78,55040	a	A
2	1	1hora	10	52,66760	52,66760	b	B

Tabela 30 - Teste de Tukey para médias de TRAT dentro de CHE-LON do fator PRODUTO, CONTROLE do fator AMBIENTE e 1 HORA do fator TEMPO.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	S/PROT	10	59,53737	59,53737	a	A
2	1	C/PROT	10	47,15100	47,15100	b	B

Tabela 31 - Teste de Tukey para médias de TRAT dentro de CHELON do fator PRODUTO, CONTROLE do fator AMBIENTE e 24 HORAS do fator TEMPO.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	S/PROT	10	84,51830	84,51830	a	A
2	1	C/PROT	10	57,62910	57,62910	b	B

Tabela 32 - Teste de Tukey para médias de TRAT dentro de CHELON do fator PRODUTO, NÃOCONTR. do fator AMBIENTE e 1 HORA do fator TEMPO.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	S/PROT	10	59,43921	59,43921	a	A
2	1	C/PROT	10	56,62280	56,62280	a	A

Tabela 33 - Teste de Tukey para médias de TRAT dentro de CHELON do fator PRODUTO, NÃOCONTR. do fator AMBIENTE e 24 HORAS do fator TEMPO.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	S/PROT	10	105,96021	105,96021	a	A
2	1	C/PROT	10	84,79559	84,79559	b	B

Tabela 34 - Teste de Tukey para médias de TRAT dentro de VI-DRION do fator PRODUTO, CONTROLE do fator AMBIENTE e 1 HORA do fator TEMPO.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	C/PROT	10	56,45361	56,45361	a	A
2	2	S/PROT	10	54,26360	54,26360	a	A

Tabela 35 - Teste de Tukey para médias de TRAT dentro de VI-DRION do fator PRODUTO, CONTROLE do fator AMBIENTE e 24 HORAS do fator TEMPO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	S/PROT	10	85,10519	85,10519	a	A
2	1	C/PROT	10	58,76240	58,76240	b	B

Tabela 36 - Teste de Tukey para médias de TRAT dentro de VI-DRION do fator PRODUTO, NÃOCONTR. do fator AMBIENTE e 1 HORA do fator TEMPO.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	C/PROT	10	53,08381	53,08381	a	A
2	2	S/PROT	10	52,66760	52,66760	a	A

Tabela 37 - Teste de Tukey para médias de TRAT dentro de VI-DRION do fator PRODUTO, NÃOCONTR. do fator AMBIENTE e 24 HORAS do fator TEMPO.

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	S/PROT	10	78,55040	78,55040	a	A
2	1	C/PROT	10	75,63620	75,63620	a	A

Tabela 38 - Tensão máxima do vapor, sobre água em milímetros de Hg<sup>25,34</sup>.

(t)	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	4,58	4,61	4,65	4,68	4,72	4,75	4,19	4,82	4,86	4,89
1	4,93	4,96	5,00	5,03	5,01	5,11	5,14	5,18	5,22	5,26
2	5,29	5,33	5,37	5,41	5,48	5,49	5,53	5,51	5,61	5,65
3	5,69	5,73	5,11	5,81	5,85	5,89	5,93	5,97	6,02	6,06
4	6,10	6,14	6,19	6,23	6,21	6,32	6,36	6,14	6,50	6,50
5	6,50	6,59	6,64	6,68	6,73	6,18	6,82	6,81	6,92	6,97
6	7,01	7,06	7,11	7,16	7,21	7,26	7,31	7,36	7,41	7,46
7	7,51	7,57	7,62	7,67	7,72	7,78	7,83	7,88	7,94	7,99
8	8,05	8,10	8,16	8,21	8,21	8,32	8,38	8,44	8,49	8,55
9	8,61	8,67	8,73	8,79	8,85	8,91	8,97	9,03	9,09	9,15
10	9,21	9,27	9,33	9,40	9,46	9,52	9,59	9,65	9,71	9,18
11	9,84	9,91	9,98	10,04	10,11	10,18	10,24	10,31	10,38	10,45
12	10,52	10,59	10,66	10,73	10,80	10,87	10,94	11,01	11,09	11,16
13	11,23	11,31	11,38	11,45	11,53	11,60	11,68	11,76	11,83	11,91
14	11,99	12,07	12,14	12,22	12,30	12,38	12,46	12,54	12,62	12,71
15	12,19	12,87	12,95	13,04	13,12	13,21	13,29	13,38	13,46	13,55
16	13,63	13,72	13,81	13,90	13,99	13,08	14,17	14,26	14,35	14,44
17	14,53	14,62	14,12	14,81	14,90	15,00	15,09	15,19	15,28	15,38
18	15,48	15,58	15,61	15,17	15,87	15,91	16,01	16,11	16,21	16,31
19	16,48	16,58	16,69	16,19	16,89	17,00	17,11	17,21	11,32	11,43
20	17,54	17,64	17,75	17,86	17,97	18,09	18,20	18,31	18,42	18,54
21	18,65	18,17	18,88	19,00	19,11	19,23	19,35	19,47	19,59	19,71
22	19,83	19,95	20,01	20,19	20,32	20,44	20,51	20,69	20,82	20,94
23	21,07	21,20	21,37	21,45	21,58	21,71	21,85	21,98	22,11	22,24
24	22,38	22,51	22,65	22,19	22,92	23,06	23,20	23,34	23,48	23,62
25	23,76	23,90	23,04	24,18	24,33	24,47	24,62	24,76	24,91	25,06
26	25,21	25,36	25,51	25,56	25,81	25,96	26,12	26,27	26,43	26,58
27	26,74	26,90	27,06	27,21	27,37	21,54	21,10	27,86	28,02	28,19
28	28,35	28,51	28,68	28,85	29,02	29,18	29,35	29,53	29,70	29,87
29	30,04	30,22	30,39	30,57	30,75	30,92	31,10	31,28	31,46	31,64
30	31,82	32,01	32,19	32,38	32,56	32,75	32,93	33,12	33,91	33,50
31	33,70	33,89	34,08	34,28	34,47	34,67	34,86	35,06	35,26	35,46
32	35,66	35,87	36,07	36,27	36,48	36,68	36,89	37,10	37,31	37,52
33	37,73	37,94	38,16	38,37	38,58	38,80	39,02	39,24	39,46	39,68
34	39,90	40,12	40,34	40,57	40,80	41,02	41,25	41,48	41,71	41,94
35	42,18	42,41	42,64	42,88	43,12	43,36	43,60	43,84	44,08	44,32
36	44,56	44,81	45,05	45,30	45,45	45,80	46,05	46,30	46,56	46,81
37	47,07	47,32	47,58	47,84	48,10	48,36	48,63	48,89	49,16	49,42
38	49,69	49,96	49,23	50,50	50,77	51,05	51,32	51,60	51,88	52,16
39	52,44	52,73	53,01	53,29	53,58	53,87	54,16	54,45	54,74	55,03
40	55,32	55,61	55,91	56,21	56,51	56,81	57,11	57,41	57,72	58,03
41	58,34	58,65	58,96	59,27	59,58	59,90	60,22	60,54	60,86	61,18
42	61,50	61,82	62,14	62,47	62,80	63,13	63,46	63,79	64,12	64,46
43	64,80	65,14	65,48	65,82	66,16	66,51	66,86	67,21	67,56	67,91
44	68,26	68,61	68,97	69,33	69,69	70,05	70,41	70,77	71,14	71,51

Tabela 39. Concentração de água no ambiente com temperatura e umidade relativa do ar controlados ( $\text{gH}_2\text{O}/\text{m}^3$  ar).

	SEM PROTEÇÃO		COM PROTEÇÃO	
	1H	24H	1H	24H
CHELON FIL	11,82	10,94	10,93	11,22
VIDRION R	11,22	10,39	11,55	10,78

Tabela 40. Concentração de água no ambiente com temperatura e umidade relativa do ar não controlados ( $\text{gH}_2\text{O}/\text{m}^3$  ar).

	SEM PROTEÇÃO		COM PROTEÇÃO	
	1H	24H	1H	24H
CHELON FIL	16,27	18,01	16,27	18,01
VIDRION R	19,91	16,74	17,36	16,07