

TERESA DE JESUS SOUSA SAMPAIO

Cirurgiã-Dentista

CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DA SOLUBILIDADE E
DESINTEGRAÇÃO DOS CIMENTOS DE SILICATO
EM SOLUÇÕES ANTISSEPTICAS.

Orientador: Dr. LUIZ ANTÔNIO RUHNKE

*Exemplar devidamente
comprovado de acordo
com a resolução CCPE/036/83
Piracicaba, 14 de Setembro de 1984
Luiz Antônio Ruhnke*

Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba, da
Universidade Estadual de Campi-
nas, para obtenção do título de
Mestre em Odontologia - Área de
Materiais Dentários.

PIRACICABA, SP
1984

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

Aos meus pais, irmãos e sogros,

DEDICO.

*Ao meu marido Acrísio e
aos meus filhos Marcela
e Leonardo,*

OFEREÇO.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao Professor Dr. Luiz Antônio Ruhnke, titular da disciplina de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, a quem devemos dedicação, colaboração e segura orientação deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

À Fundação Universidade Federal do Piauí, na pessoa do Magnífico Reitor Dr. Lineu da Costa Araújo, pelo apoio oferecido aos recém-graduados que anseiam se dedicar ao ensino e à pesquisa.

Ao Professor Dr. Simonides Consani, titular da disciplina de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pelas sugestões e manifestações de apoio.

Ao Dr. Jaime Aparecido Cury, professor assistente da disciplina de Bioquímica da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pelas facilidades oferecidas nas análises químicas.

Ao Professor Gilberto Mendes de Oliveira, chefe do Departamento de Odontologia Restauradora da Fundação Universidade Federal do Piauí, pelo incentivo à nossa participação no curso de Pós-Graduação.

À Professora Maria do Carmo Linhares Azevêdo, assistente da disciplina de Odontopediatria do Departamento de Patologia e Clínica Odontológica da Fundação Universidade Federal do Piauí, pela amizade e incentivo à nossa participação no curso de Pós-Graduação.

Ao Professor Luiz Evaldo de Moura Pádua, da
Fundação Universidade Federal do Piauí, pela análise esta-
tística dos dados.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal
de Ensino Superior (CAPES) do Ministério da Educação e Cul-
tura, através do Programa Institucional de Capacitação de
Docentes (PICD), na Fundação Universidade Federal do Piauí,
por nos ter concedido bolsa de estudo.

Aos funcionários da Área de Materiais Den-
tários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Univer-
sidade Estadual de Campinas, Sr. Adário e Srta. Geni, pe-
la ajuda durante a fase experimental do trabalho.

C O N T E Ú D O

	Página
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3. PROPOSIÇÃO	40
4. MATERIAL E MÉTODO	41
5. RESULTADOS	51
6. DISCUSSÃO	56
7. CONCLUSÃO	63
8. SINOPSE	64
9. SUMMARY	66
10. BIBLIOGRAFIA	68
11. APÊNDICE	79

1. INTRODUÇÃO

Há longos anos os profissionais buscam um material restaurador com o qual, por suas propriedades físicas e estéticas, possam reconstruir as partes perdidas dos dentes. Não fora o fator estético, o resultado já se apresentaria melhor configurado, visto que na região posterior das arcadas dentárias, o profissional consegue, através do uso dos amálgamas e dos blocos metálicos fundidos, uma reconstrução de forma e função dentárias quase perfeitas. Porém, na região anterior, onde um simples sorriso pôde expor um pequeno defeito no dente do indivíduo, o problema se agrava e, dificilmente, um paciente ficará satisfeito se a restauração executada não tiver a cor bem semelhante ao dente.

Portanto, onde o efeito estético é atribuído primordial, torna-se evidente que um material restaurador que apresente tal característica passe a desempe-

nhar relevante papel na clínica odontológica. Os cimentos de silicato são materiais excelentes nesse aspecto, embora sua utilização tenha declinado em favor dos compósitos introduzidos no mercado, na década de 70.

Desde o aparecimento dos cimentos de silicato, vários aspectos negativos têm despertado a atenção dos estudiosos do assunto, e dentre eles destaca-se a desintegração, que é o efeito combinado de solubilidade e erosão.

A especificação nº 9 da American Dental Association para cimentos de silicato (1), no item 4.3.6, afirma que a solubilidade e a desintegração devem ser verificadas pela imersão dos corpos de prova, por 23 horas, em água destilada a 37°C, sem contudo, mencionar outros meios de imersão que poderiam também ser responsáveis pela desintegração, como é o caso dos antissépticos bucais.

A avaliação da desintegração dos cimentos de silicato em outros meios diferentes da água destilada, levou diversos pesquisadores (5, 6, 56) a aplicar metodologias alternativas, diferentes daquela recomendada pela A.D.A. (1), em virtude da dificuldade de separar o resíduo seco, deixado pelo meio solvente, dos produtos de desintegração dos corpos de prova de cimento de silicato.

Assim, pelo fato das soluções antissépticas serem diferentes do meio de imersão recomendado pela A.D.A. (1), pensou-se na possibilidade de utilizar metodologia alternativa, em especial aquela desenvolvida por STEAGALL (56), para avaliar a solubilidade e desintegração nos referidos meios.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Pesquisando a maioria dos trabalhos referentes aos cimentos de silicato, verificou-se que PAPPENBARGER et alii (42) são unânimes em afirmar que "o primeiro esforço sério para produzir e comercializar um cimento de silicato foi atribuído a Fletcher que, em 1878, descobriu e patenteou um cimento deste tipo. Este cimento não provou ser satisfatório e parece que, nenhuma tentativa foi feita para aperfeiçoar este tipo de restaurador, até aproximadamente vinte e cinco anos depois, quando um químico alemão, Steenboock, desenvolveu outro material que foi comercializado em 1904 por um dentista alemão, Ascher, sob a denominação de "esmalte artificial".

Além de analisar alguns pós de cimento de silicato, VOELKER (60), em 1916, determinou a solubilidade destes materiais em água destilada e em soluções de ácido lático a 1%. Utilizou, no seu experimento, 500 mg de

cimento pulverizado, o qual era colocado por 48 horas em contato com o líquido em teste, evaporado, dessecado e o resíduo pesado. O autor observou que embora houvesse uma diferença entre as quatro marcas de cimento de silicato testadas, a solubilidade era sempre maior no meio solvente ácido, sendo três vezes maior em solução de 1% de ácido láctico do que em água destilada.

Em 1922, PRIME (46), analisando os dados de pesquisa realizada entre trinta dentistas, dos Estados Unidos da América do Norte, de áreas geograficamente distantes, divulgou que, de 28.729 restaurações realizadas (cimento de silicato, amálgama, incrustações a ouro e restaurações com ouro em folha), 11,4% foram feitas com cimento de silicato. Concluiu que este cimento tem um campo muito limitado e deveria ser usado somente naqueles casos onde a estética se torna um fator governante na escolha do material.

CROWELL (10), em 1927, afirmou que o êxito da técnica de confecção de restaurações com cimentos de silicato, consiste na obediência de quatro regras simples: 1 - rápida aglutinação do pó ao líquido; 2 - utilização de misturas do cimento com consistência apropriada; 3 - inserção do cimento na cavidade preparada sem perda de tempo e tempo suficiente para o completo endurecimento do ci

mento sem perturbá-lo. A comparação das solubilidades de tipos diferentes de cimentos (fosfato de zinco, silicato e cimento de cobre) permitiu concluir que todos os cimentos são muito solúveis para serem considerados materiais permanentes e que a técnica de manipulação influencia marcadamente aquela propriedade.

Ressaltando as qualidades dos cimentos de silicato, SMITH (52), em 1929, admitiu que os fracassos das restaurações oriundos da dissolução do material eram devidos às falhas técnicas e não às falhas do próprio material. Em consequência disso listou uma série de requisitos técnicos para a obtenção de restaurações translúcidas, densas e insolúveis, destacando-se a rápida aglutinação do pó ao líquido e a proteção contra umidade durante a geleificação.

Em estudo sobre o comportamento dos cimentos de silicato, RAY (48), em 1934, analisou, dentre outros aspectos, os fenômenos de sinêrese e embebição com consequentes contração e expansão daquele material, contra-indicando seu uso para respiradores bucais. Aconselhou a proteção pulpar, o resfriamento da placa de aglutinação, inserção na forma plástica e incorporação de maior quantidade de pó ao líquido. Concluiu que a solubilidade em água destilada de um cimento completamente endurecido

parece ser tão baixa que não apresenta maiores conseqüên
cias.

HUFF (26), em 1935, apontou as deficiências dos cimentos de silicato afirmando que seu uso deveria ser limitado às pequenas cavidades em dentes vivos, após proteção com vernizes. Propôs especificações próprias para estes materiais e a determinação de técnica padronizada.

Em 1936, SWANSON (58), estudou o efeito do tamanho das partículas do pó sobre as propriedades físicas do cimento de silicato. No que se refere à solubili
dade, observou que os corpos de prova obtidos com quatro tamanhos de partículas: original (mistura de todos os tipos de partículas), maior, média e menor, eram solúveis em água destilada; contudo, aqueles obtidos com as menores partículas apresentaram menor solubilidade do que dos outros três tipos.

Em resumo sobre as pesquisas efetuadas pelo National Bureau of Standards em conjunto com a American Dental Association, nos anos de 1935 a 1936, PAFFENBARGER & SCHOONOVER (41), em 1937, informaram que investigações sobre os cimentos de silicato estavam sendo completadas e dados suficientes estavam disponíveis para a formulação de uma especificação satisfatória sobre estes

cimentos. No tocante à solubilidade em água destilada a 37°C, por um período de sete dias, observaram que variou de 0,7 a 5% em peso e que, decorrido este intervalo de tempo, a velocidade de solubilização diminuía acentuadamente. Afirmaram que dentre os elementos que influíam na solubilidade estavam: a composição, a relação pó/líquido, a condição da superfície do corpo de prova e sua idade e o tempo de imersão.

PAFFENBARGER et alii (42), em 1938, investigaram as propriedades físicas e químicas de especial relevância odontológica, de treze marcas comerciais de cimento de silicato de uso corrente na época. As propriedades do material foram avaliadas por meio de instrumentos e métodos de testes que, em muitos casos, foram planejados para este propósito. A solubilidade e desintegração foi medida pela anotação das perdas em peso de corpos de prova com formato de discos com 20 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, quando imersos em água destilada por sete dias, a 37°C; o valor máximo permitido foi calculado para ser da ordem de 2% em peso. O resultado desse trabalho foi acatado pela American Dental Association que o adotou como sua nona especificação, estabelecendo normas para avaliação *in vitro* do cimento de silicato, fazendo com que os futuros experimentos permitissem uma comparação entre si.

Em 1940, PAFFENBARGER (40) publicou os resultados de uma série de experimentos realizados com a cooperação de comitês de 115 dentistas praticantes em diferentes localidades dos Estados Unidos da América. Os resultados revelaram: 1 - o comportamento físico e químico de diferentes marcas comerciais de cimentos de silicato, e 2 - o efeito do método de manipulação sobre a utilidade destes cimentos. A quantidade de restaurações de cimento de silicato foi estimada em aproximadamente 11.000.000, o que proporcionalmente equivalia a 190 restaurações por ano por dentista. No que se refere à expectativa de vida útil média das restaurações com este cimento, foi estimada em quatro anos e meio. A alta solubilidade foi apontada como sendo uma das quatro principais causas de fracassos das restaurações e ficou comprovado que os cimentos de endurecimento lento apresentam solubilidade maior quando comparados com os de presa rápida.

GARRETT (22), em 1942, relatou as qualidades e condições que são vitais, do ponto de vista clínico, para o uso racional dos cimentos de silicato. Ressaltou a importância da proporção pó/líquido sobre a solubilidade e desintegração destes cimentos. Em adição, enumerou as indicações para o uso deste material restaurador; os cuidados essenciais para o preparo cavitário; e, a técnica de

manipulação, inserção e acabamento.

Em 1945, FAGGART (17) listou diversas sugestões para a obtenção de melhores restaurações com cimentos de silicato, dando ênfase especial à temperatura da placa de aglutinação. Afirmou que a desintegração superficial das restaurações pode ser causada por: tempo de aglutinação demasiado longo; uso de placa de vidro não resfriada; falhas durante a inserção do material na cavidade ou na manutenção da tira matriz durante três minutos; proteção deficiente da restauração com manteiga de cacau ou verniz e procedimentos de acabamento realizados prematuramente.

Em 1949, HENSCHEL (25) afirmou, através de análise crítica de milhares de restaurações de cimento de silicato por um período de 20 anos, que a velocidade de desintegração é influenciada por: "rapidez e eficiência com que o mecanismo natural de salivagem neutraliza os restos alimentares aderentes; quantidade e frequência da ingestão de carboidratos; e relativa limpeza da boca, que seja natural ou devido ao escrupuloso e efetivo método de higiene".

A primeira revisão da especificação nº 9 para cimentos de silicato datada de 1938, foi realizada por PAFFENBARGER et alii (43), em 1950. No referente à so

lubilidade e desintegração, o valor máximo permitido foi reduzido de 2 para 1,4% e, ao mesmo tempo, o período de imersão em água destilada passou de 7 dias para 24 horas.

Em estudo realizado em 1955, CORRÊA (7) verificou que, para cada marca de cimento de silicato, existe uma proporção pó/líquido definida em que: a solubilidade e desintegração é menor do que em qualquer outra proporção e, a resistência à compressão é máxima. Contudo, foi observado que não há uma relação pó/líquido onde coincida o mínimo de solubilidade e o máximo de resistência à compressão.

Em 1956, PAFFENBARGER (39) avaliando as pesquisas clínicas e laboratoriais executadas mundialmente nos anos de 1951 a 1955, admitiu a impraticabilidade da execução de ótimas restaurações com cimento de silicato, em clima quente e úmido.

NORMAN et alii (36), em 1957, utilizando corpos de prova com uma área média de 229 mm², analisaram a solubilidade de duas marcas de cimento de silicato, em diferentes meios de imersão constituídos de soluções tampoadas em pH 4 e 5 de ácidos acético, lático e cítrico; soluções de hidróxido de amônia em pH 8 e água destilada em pH 6. Foram realizadas leituras após 24 horas e 7 dias, com e sem troca de solução. Constataram que a solubilida-

de foi muito maior em soluções de ácido cítrico do que em soluções de ácidos lático, acético e em água, tendo estes três últimos meios apresentado resultados semelhantes. Observaram que existe mais dissolução de material em soluções de ácidos orgânicos de pH 4 do que em pH 5. Embora as diferentes soluções ácidas tenham apresentado o mesmo potencial hidrogeniônico, o fato das soluções de ácido cítrico possuírem maior poder de dissolução foi atribuído a alguma atividade do próprio íon citrato e que vários íons orgânicos podem ser mais destrutíveis que outros. Não houve dissolução dos corpos de prova em solução de hidróxido de amônia, durante o período de 24 horas, sem renovação da solução. A renovação diária das soluções aumentou a solubilidade cumulativa do material durante o período de 7 dias, embora tenha ocorrido diminuição na proporção de dissolução no final do segundo e terceiro dia. Esta gradual redução da solubilidade com o passar do tempo, não foi observada nos testes com ácido cítrico. Como conclusão geral, os autores sugeriram que a durabilidade das restaurações de cimento de silicato é, basicamente, dependente do tipo e pH dos ácidos aos quais ficam expostas.

Através de análises espectroquímicas, BRAUER et alii (4), em 1958, listaram as seguintes porcentagens dos principais constituintes do material solubilizado do

cimento de silicato na água: sódio - acima de 20%; fósforo - 10 a 20%; alumínio - 5 a 6%; sílica - 4 a 5% e cálcio - 1 a 2%. Em adição, mostraram que a incorporação de pequena quantidade de sílica na mistura de cimento reduziu a solubilidade e desintegração em aproximadamente 20%, quando imerso em água por 23 horas e 7 dias.

Para COY (9), em 1958, a solubilidade é o principal defeito dos cimentos de silicato e desde que se ja utilizada uma técnica adequada - uso de placa resfriada ou balão de borracha - este inconveniente poderia ser minorado.

Em trabalho comparativo sobre os cimentos de silicato e as resinas acrílicas quimicamente ativadas, DELGADO (11), em 1959, analisou as principais propriedades dos dois materiais. No tocante à solubilidade nos fluidos orais concluiu que as resinas apresentam superioridade indiscutível, sendo o cimento de silicato tão solúvel nos fluidos bucais, desintegrando-se em tal quantidade que, é praticamente impossível a sua permanência por tempo considerável. Mais ainda, nos respiradores bucais, por causa da sinérese, é absolutamente contra-indicado o silicato.

Em 1959, NORMAN et alii (37), seguindo a linha de pesquisa iniciada em 1957, determinaram o efeito

de certas variáveis de manipulação, tão bem como o efeito dos meios de imersão: água (pH 6), ácido acético (pH 4), ácido lático (pH 4) e ácido cítrico (pH 4), em conjunto com a renovação diária das soluções, na velocidade de solubilização dos cimentos de silicato. Constataram que a solubilidade destes materiais é maior em ácidos do que na água e que embora os meios ácidos possuissem pH iguais, a solubilidade era diferente, dependendo do tipo de ácido constituinte do meio de imersão. Demonstraram também que, o ácido cítrico em pH 4 continuou a produzir marcada dissolução do cimento de silicato depois de 28 dias. A alteração da proporção pó/líquido não produzia modificações relevantes na solubilidade quando o meio de imersão consistia de ácido cítrico, pH 4; o mesmo não acontecia com a água destilada, visto que, a diminuição na proporção pó/líquido ocasionava aumento na solubilidade.

Em estudo sobre a influência da pressão efetuada com a tira de celulóide sobre a solubilidade dos cimentos de silicato, PILOWNIC (44), em 1960, apresentou as seguintes conclusões: "1 - a análise dos resultados obtidos, não possibilitam determinar a pressão ideal exercida com a tira de celulóide, que seja comum aos cimentos testados, a fim de se obter uma exígua solubilidade; 2 - a pressão maior exercida sobre os materiais testados, em

relação com a quantidade de sílica existente nos mesmos, parece influir na solubilidade dos cimentos de silicato".

DELGADO (12), em 1960, tecendo considerações a respeito da técnica de aglutinação dos cimentos de silicato, ressaltou a necessidade da: mensuração do pó e líquido; aglutinação ao invés de espatulação enérgica; adição controlada do pó ao líquido e do uso de maior quantidade de pó, dentro dos limites já conhecidos e específicos para cada material. Importância especial foi dada à influência da relação pó/líquido, especialmente sobre a solubilidade e desintegração do material e, segundo o autor, a solubilidade constitui o grande problema dos cimentos de silicato, e qualquer tentativa feita no sentido de superar ou mesmo minorar tal fator deve ser altamente considerada.

Em 1962, MACPHERSON & CHARBENEAU (31) verificaram a influência da consistência, do método de preparo dos corpos de prova, usando tira matriz lubrificada, do tempo decorrido entre presa inicial e acabamento, e da finura do disco de papel usado para acabamento, sobre a solubilidade e desintegração de uma marca de cimento de silicato. A porcentagem de desintegração foi obtida de acordo com a especificação nº 9 da American Dental Association. Concluíram que o uso de misturas menos espessas e a

exposição prematura dos corpos de prova à água (15 minutos em vez de 1 hora), aumentaram a solubilidade e desintegração para valores duas vezes maiores que o valor normal. Observaram redução da solubilidade com o aumento do tempo decorrido entre presa inicial e acabamento, enquanto que nenhuma diferença foi observada no que se refere ao método de preparo dos corpos de prova e finura do disco abrasivo.

JØRGENSEN (27), em 1963, publicou os resultados de pesquisa, cujo início datou de 1955, sobre a solubilidade de dez diferentes marcas comerciais de cimento de silicato. Os testes foram realizados de acordo com a especificação nº 9 para cimento de silicato da American Dental Association, com algumas modificações para certas séries experimentais. Meios de imersão ácidos constituídos de soluções tamponadas de ácido lático de níveis de pH aproximadamente 3, 4 e 5, foram utilizados para os testes de solubilidade em ácido, sendo que os corpos de prova eram imersos em água por 24 horas antes da imersão no meio ácido, de maneira que o teste de solubilidade em ácido era realizado no segundo dia após a mistura. O autor concluiu que a solubilidade dos cimentos de silicato é inversamente proporcional ao pH dos meios de imersão utilizados; o aumento na proporção pó/líquido resultou num con

siderável aumento da durabilidade do cimento, assim como a efetiva proteção contra a saliva durante as primeiras horas após o início da mistura; e finalmente, que o prolongamento do tempo de aglutinação e o polimento superficial do cimento têm pouco efeito na durabilidade do cimento de silicato.

Em 1º de dezembro de 1962, a AMERICAN DENTAL ASSOCIATION (1) adotou a especificação para cimento de silicato da Fédération Dentaire Internationale como especificação oficial daquela Associação, a qual estabelece que a porcentagem máxima permitida de solubilidade e desintegração do cimento de silicato em 24 horas é de 1% ao invés de 1,4%.

Em 1963, NORMAN et alii (38) determinaram a solubilidade de várias marcas de cimento de silicato, por períodos de imersão de 24 horas e 7 dias, em água destilada e em soluções de ácidos acético e cítrico (0,001 M, tampoadas em pH 4), expressando-a em miligramas (mg) de resíduo dissolvido por centímetro quadrado (cm²) de superfície exposta. Os discos do material, tendo uma área superficial de 2,3 cm², foram imersos em 25 ml dos meios solventes, e a quantidade de desintegração foi medida pela determinação gravimétrica do resíduo. Constataram que o meio contendo ácido cítrico foi o mais lesivo aos corpos

de prova, tendo os outros dois meios apresentado resultados semelhantes.

PORTO (45), em 1964, tentando reproduzir *in vitro* as condições bucais às quais as restaurações de cimento de silicato são expostas, analisou as influências de três meios líquidos: ácido acético (pH 5), água destilada (pH 6,6) e solução de hidróxido de amônia (pH 8), sobre a solubilidade e desintegração do cimento de silicato da S.S.White, cor 21. A metodologia seguida foi aquela indicada pela especificação nº 9 da American Dental Association, revisão de dezembro de 1962. Concluiu que a natureza do meio líquido afeta sensivelmente a ação solubilizante e desintegrante sobre o referido material, sendo a porcentagem maior em ácido acético (0,514%), seguido pela água destilada (0,452%) e finalmente em hidróxido de amônia (0,303%).

Apresentando um método para proporcionar e aglutinar mecanicamente o cimento de silicato, BERGLARS (3), em 1964, afirma que o método proporciona bons resultados. As seguintes vantagens foram ressaltadas: 1 - o método é preciso e padronizado; 2 - a mistura é uniforme; 3 - economia de tempo; 4 - maior quantidade de pó pode ser incorporado ao líquido. Empregou em sua técnica de aglutinação um amalgamador "Wig-L.Bug." e tempo de aglutinação de 7 a 10 segundos.

GABRIELLI (20), em 1964, verificou a solubilidade e desintegração de três marcas de cimento de silicato quando submetidos às cargas de 0, 500, 1.000, 1.500, 2.000, 2.500 e 3.000 gramas durante a geleificação. Concluiu que as diferentes cargas tiveram influência sobre a solubilidade e desintegração dos cimentos utilizados, sendo que "as faixas de cargas mais altas proporcionaram solubilidade e desintegração mais baixas".

A influência da alteração do conteúdo de água dos líquidos de cimentos de silicato sobre sua solubilidade e desintegração, foi estudada por GABRIELLI & GALVÃO (21), em 1967. Empregando, para alteração do conteúdo de água, dois níveis de umidade relativa (33 e 77%), com tempos de exposição de 30 e 60 minutos, concluíram que as alterações do teor de água, nas intensidades por eles verificadas, não influem na solubilidade e desintegração desses materiais, ficando na dependência apenas da marca.

Uma avaliação *in vitro* da proteção oferecida por vários produtos no sentido de reduzir a solubilidade de três marcas de cimento de silicato, em água destilada contendo dióxido de carbono atmosférico e solução de ácido cítrico - 0,1M, tamponada em pH 4 com citrato de sódio 0,1M - foi realizada por SMITH (51), em 1967. Os testes de solubilidade foram realizados nos moldes da especi

ficacão 3365 da British Standards, para cimento de silicato. Demonstraram que a solubilidade do cimento New Filling Porcelain em água foi da ordem de 0,5%, sendo bem menor do que a solubilidade em solução ácida. Os vernizes ofereceram boa proteção ocasionando redução da solubilidade, sendo esta redução maior em solução ácida do que na água destilada.

MUELLER et alii (35), em 1967, analisando os efeitos da aglutinação mecânica sobre as propriedades físicas dos cimentos de silicato, concluíram que a solubilidade não é afetada por aquela variável, exceto em certas temperaturas onde a consistência do material foi consideravelmente reduzida.

WILSON & BATCHELOR (61), em 1967, baseando seus estudos na análise química quantitativa do material que se dissolve em meio aquoso, estudaram a solubilidade de diferentes marcas de cimento de silicato, variando o tempo de pré-imersão. Os autores conseguiram demonstrar que a considerável quantidade de material dissolvido durante as primeiras 24 horas possui composição química que guarda pouco relacionamento com aquela do cimento original. A maior parte deste material consiste de sais de sódio solúveis, produtos de uma reação ácido-base, entre o pó e o líquido; conseqüentemente, a quantidade diminui con

sideravelmente com o envelhecimento do cimento. Durante o período experimental de três meses, foram detectados compostos de: silício, alumínio, zinco, cálcio, sódio, fósforo e flúor. O padrão de solubilização do fosfato, no qual a quantidade inicial é consideravelmente alta se tornando eventualmente mínima, sugere que o processo é uma simples lavagem dos sais solúveis do gel do cimento. O padrão de solubilização do óxido de silício é inteiramente diferente daquele do fosfato: a diminuição da quantidade com o envelhecimento do cimento é muito menor e sugere que o processo de dissolução é originário de uma lenta desintegração do gel de sílica do cimento. As quantidades de alumínio, zinco e cálcio são pequenas e com o tempo se tornam negligíveis. Os padrões de solubilização do sódio e fluoreto são similares ao do fosfato, entretanto, estes íons ainda podiam ser detectados em solução até o período de três meses, sugerindo que suas origens estão relacionadas com partículas de pó que não participaram da reação e não com a matriz. Os autores concluíram que em meios adequadamente representados pela água, a desintegração do cimento de silicato, nas primeiras duas a três semanas após a preparação, não é de significância; o teste de solubilidade proposto pela American Dental Association permite somente uma avaliação limitada, embora importante, da erosão do

cimento de silicato, porque não é estimada a quantidade de silicato que se solubiliza.

Empregando três técnicas de confecção de restaurações com cimento de silicato, MITCHEM (33), em 1967, investigou a correlação entre os testes de laboratório e o comportamento clínico daquele material. Depois de três meses de avaliação o autor concluiu que os testes de laboratório para a resistência e a solubilidade não são comparáveis ao comportamento clínico.

Em 1967, ROLFSEN (49) observou a influência de duas técnicas de aglutinação, em três tempos diferentes (40, 60 e 80 segundos), sobre a solubilidade e desintegração de três marcas de cimento de silicato. Concluiu que os valores apresentados pelas marcas diferem estatisticamente, contudo, as técnicas e os tempos de aglutinação não apresentaram resultados significativos.

Ainda no mesmo ano, WILSON & BATCHELOR (62), baseando-se em análise química quantitativa dos elementos que se solubilizam de corpos de prova de cimento de silicato, investigaram a influência das variáveis associadas com o preparo do cimento, sobre sua durabilidade. Concluíram que as quantidades de fosfato, silicato e sódio que se solubilizam em água e o tempo de presa, aumentam com a diminuição da proporção pó/líquido, sendo o efeito de cará-

ter permanente sobre a durabilidade do material. A correlação existente entre fosfato despreendido e o tempo de presa sugere que a durabilidade é dependente da velocidade da reação de formação do cimento. Os autores observaram que o aumento do período de proteção temporária contra o con-tato com o meio aquoso reduz a quantidade de material que se solubiliza do cimento endurecido.

STEAGALL (53), em 1968, construiu curvas de solubilidade, partindo da consistência padrão com incrementos de 0,05 g de pó para 0,4 ml de líquido, de quatro marcas de cimento de silicato, com a finalidade de verificar como estes materiais se comportavam frente à nova especificação que estabelecia em 1% a solubilidade máxima. Concluiu que somente uma marca não se enquadrou dentro da norma e que, em geral, a solubilidade diminui com o aumento da proporção pó/líquido.

Em 1968, WILSON & BATCHELOR (63), utilizando métodos químicos fotolorimétricos para a determinação do fosfato e silicato, afirmaram que a natureza do meio aquoso tem considerável efeito sobre a durabilidade dos cimentos de silicato. Quando os corpos de prova encontram-se livres dos produtos solúveis da reação de formação do cimento, há pouca dissolução na faixa de pH de 5,5 a 8 — semelhante ao pH da saliva natural; mas são drasti

camente atacados por ácidos sendo o grau de ataque dependendo do poder de dissolução do ácido. O ácido acético foi menos lesivo do que os ácidos pirúvico e lático e o aminoácido glicina não teve efeito sobre a solubilidade. O ácido cítrico, que teve um efeito complexo, foi o mais agressivo dos ácidos. As soluções alcalinas atacam levemente os cimentos de silicato sendo o ataque mais severo com compostos de sódio do que com aqueles de cálcio e magnésio. Os autores, baseados na química do fosfato, concluíram que os mesmos são importantes constituintes da matriz do gel.

Tecendo considerações a respeito dos possíveis fatores que influem na solubilidade dos cimentos dentários, EICHNER et alii (13), em 1968, observaram o efeito do tempo de dissolução, da concentração do soluto no meio solvente, do formato dos corpos de prova e do tipo de líquido dissolvente, sobre a solubilidade de cinco marcas de cimento de silicato. Os experimentos foram feitos em duas séries, uma de acordo com a especificação nº 9 da American Dental Association e outra de acordo com as recomendações do fabricante no que se refere às proporções pó/líquido e consistências utilizadas. Concluíram que a solubilidade diminui exponencialmente com o tempo e tende a aumentar com a renovação diária do meio dissolvente, não

saturado de soluto. Tentaram medir a desintegração diante da saliva, nos moldes da American Dental Association, mas o resíduo impediu essa medida.

Continuando seus estudos, WILSON et alii (69), ainda em 1968, avaliaram o efeito da adição de alumínio, zinco e ácido bórico ao líquido dos cimentos de silicato, sobre as propriedades do produto final. Concluíram que a adição de sais de zinco e de alumínio (a uma concentração considerada ótima) reduz consideravelmente a quantidade de material solúvel (fosfato e silicato) no cimento resultante; o aumento na proporção Zn/Al ocasiona concomitante aumento do tempo de presa devido à redução do conteúdo de água livre; a adição de ácido bórico como "co-modificador" para estabilizar o líquido do cimento é de eficácia duvidosa. Para os autores, os cimentos preparados com líquidos modificados somente com alumínio, foram significativamente mais resistentes ao ataque ácido do que qualquer outro tipo de cimento, de maneira que deveria ser esperado que as restaurações confeccionadas com estes cimentos tenham maior duração.

Em 1968, FREITAS (19) analisou, quimicamente, a composição dos solutos diluídos em água destilada, de uma marca de cimento de silicato, sobre o período de 52 semanas. Os solutos mais predominantes foram sódio,

fluoreto e sílica que, juntamente com o alumínio, continuaram a ser extraídos dos espécimes até o final do período experimental. Os outros elementos detectados foram: fosfato, cuja solubilidade inicial relativamente alta diminuiu para zero depois de 4 semanas consecutivas de extração; cálcio; e magnésio, em pequenas quantidades. Zinco não foi detectado pelos métodos utilizados no teste.

WILSON & KENT (65), em 1968, com o objetivo de determinar a duração da reação de formação dos cimentos de silicato e, elucidar a natureza dos processos de presa e endurecimento, determinaram a variação da condutibilidade elétrica com o envelhecimento do cimento. Concluíram que a diminuição na condutibilidade com o passar do tempo mostra evidência direta de que a reação de formação é vagarosa e que continua por muitas semanas. A água foi considerada um fator crítico no controle da velocidade de reação, desde que os sais que se precipitam, em conseqüência do curso da reação, são hidratados. Também inferiram, através de correlação da condutibilidade com o teste de solubilidade proposto pela British Standards (3365), que este teste é, de fato, uma medida do estágio em que se encontra a reação, melhor do que uma análise da solubilidade final do cimento.

Com o objetivo de verificar a eficácia de diferentes agentes protetores (vaselina; vaselina e verniz; verniz; lanolina; lanolina e verniz; graxas siliconizadas) na redução da solubilidade dos cimentos de silicato, MANNERBERG & BRATTHALL (32), em 1968, analisaram, através do uso de espectrofotômetro de chama, o conteúdo de fósforo da água em que os corpos de prova ficaram imersos por períodos de 1, 3, 20 e 24 horas. Concluíram que verniz e vaselina+verniz constituem os meios que oferecem melhor proteção para os cimentos de silicato.

WILSON & MESLEY (68), em 1968, através de estudos com espectroscopia de absorção de raios infravermelhos, demonstraram que gel de sílica e íons $\text{H}_2\text{PO}_4^{-1}$ são formados em misturas frescas de cimentos de silicato; subsequentemente, durante a presa e endurecimento, os íons $\text{H}_2\text{PO}_4^{-1}$ reagem para formar fosfatos covalentes e são removidos do sistema. Utilizando material que não se enquadra nas especificações da British Standards, encontraram íons $\text{H}_2\text{PO}_4^{-1}$ em quantidades apreciáveis, os quais foram responsabilizados pela baixa resistência e durabilidade do cimento resultante.

A diminuição da acidez dos cimentos de silicato com o envelhecimento foi objeto de estudo de KENT

& WILSON (28) em 1969. O aumento de pH nos cimentos demonstrou evidência direta da característica ácido-básica da reação de formação e suporta o ponto de vista de que o cimento endurece como resultado da precipitação de fluoretos e fosfatos metálicos. Os autores consideraram a diminuição da acidez como o principal fator de controle da reação de presa e concluíram que o tipo de líquido (concentração maior ou menor de H_3PO_4), a proporção pó/líquido, a temperatura e as condições de armazenagem (maior ou menor umidade) também afetam a acidez dos cimentos.

CORRÊA & STEAGALL (8), em 1969, observaram o efeito do tamanho das partículas do pó de três marcas de cimento de silicato sobre suas solubilidades. Após separação das partículas do pó em tamanhos menor e maior, e usando duas consistências — padrão e mais espessa — chegaram à conclusão de que "os níveis de solubilidade das partículas menores foram numérica e estatisticamente inferiores às partículas maiores", e que, "as consistências mais espessas, nem sempre se comportaram, em nível de solubilidade, inferiores ao da consistência mais fluida (padrão)".

Em 1969, STEAGALL (54), empregando duas consistências diferentes, verificou o efeito da umidade relativa do ar do ambiente de aglutinação, cujos valores va-

riaram de 35% a 95%, sobre a solubilidade e desintegração de quatro marcas de cimento de silicato. Concluiu que a variação da umidade não altera a solubilidade e desintegração do cimento em nenhuma das consistências utilizadas, e que, exceto para uma marca, o emprego da consistência mais espessa diminui a solubilidade do cimento.

SANTOS (50), em 1969, estudando uma marca de cimento de silicato em função de sua solubilidade frente à proteção superficial dos corpos de prova, concluiu que: 1 - a proteção superficial do cimento de silicato diminui, de maneira eficaz, a solubilidade e desintegração do material; 2 - parece haver uma considerável diminuição da solubilidade e desintegração dos corpos de prova armazenados durante 24 horas em atmosfera saturada de umidade. Tal diminuição é mais acentuada do que aquela conseguida com a proteção do material, por qualquer um dos agentes isolantes, durante o mesmo período de tempo; 3 - não houve diferença entre as proteções exercidas pelos dois agentes (poliéster e solução de nitrocelulose em acetato de amila), ou seja, os dois parecem oferecer semelhante potencial de proteção.

WILSON & KENT (66), em 1970, investigaram a fase inicial da reação entre pó e líquido de cimento de silicato, em sistema aquoso altamente diluído que, segun-

do os autores, é um método consideravelmente diferente dos usuais mas que, constitui o único meio possível de estudo dos estágios iniciais da reação. Concluíram que o ataque ácido do pó pelo líquido resulta na decomposição do pó vítreo com liberação de cátions e íons fluoretos, sendo a extensão do ataque dependente do grau de acidez do líquido. Fizeram determinações do conteúdo de fosfato diluído, em tempos que variavam de 30 segundos a 1.000 minutos e concluíram que a concentração de fosfato foi aumentando, do início da reação até o décimo minuto, após o qual foi decrescendo gradualmente.

Em 1970, STEAGALL (55) investigou o efeito da aplicação de um verniz protetor sobre a superfície dos corpos de prova confeccionados com partículas de pó de tamanho original (fornecidas pelo fabricante) e com partículas menores. Concluiu que há redução da solubilidade dos cimentos de silicato, com a utilização do verniz, superando, até certo ponto, o efeito do tamanho das partículas.

KENT et alii (29), em 1970, analisaram a distribuição dos elementos constituintes de cimentos de silicato, após a presa, através da microscopia eletrônica de varredura. Concluíram que o cimento endurecido é um material constituído de um conglomerado de partículas vítreas, unidas em uma matriz contínua de fosfato. As parti

culas são bem definidas e conservam sua forma original, desde que, o silício, ao contrário do alumínio e cálcio, não migra para o interior da matriz. O fósforo foi encontrado em maior quantidade na região da matriz, e em menor, no interior das partículas. Os autores provaram que o fósforo do líquido não migra para as partículas e que o fósforo ali presente (1,4%) é adicionado, durante a fabricação do pó.

Através da determinação da perda de peso dos corpos de prova, expressando-a em mg/cm^2 , ERIKSSON (15), em 1970, analisou a solubilidade de 7 marcas de cimentos de silicato em meios de imersão constituídos de soluções de sete ácidos tamponados em pH 4, 5 e 7. Observou uma variação muito maior entre as soluções ácidas do que entre as marcas de cimento. O ácido cítrico mostrou valores de dissolução significativamente maiores do que os valores em ácidos tartárico e lático, em qualquer pH que fosse tamponado, sendo que, em pH 4 houve o maior valor de solubilidade. Os ácidos succínico, fórmico, acético e propiônico atuaram de forma muito menos acentuada e nem sempre significativamente diferentes um do outro. A dissolução foi maior, em ordem decrescente, em pH 4, 5 e 7. Os autores inferiram que outras propriedades dos ácidos que devem ter influência na dissolução são a constante de dis

sociação e o coeficiente de difusão, parecendo que quanto mais forte o ácido maior é a dissolução.

ERIKSSON & STRÅLFORS (16), ainda em 1970, deram continuidade à linha de pesquisa realizando uma série de experimentos para verificar a dissolução do cimento de silicato em saliva natural com diversos níveis de pH (7,35; 5; 4) e com adição de 4% de açúcar, em períodos de 24 horas, 2 e 7 dias. Os autores não observaram dissolução do cimento em saliva neutra (pH 7,35) durante 24 horas ou 7 dias. Entretanto, quando a saliva foi acidificada com ácido lático, existiu uma dissolução significativa, maior em pH 4 do que em pH 5. Na mistura saliva-açúcar, onde a fermentação ocasionou diminuição do pH (de 7,15 para 3,4), também existiu uma dissolução significativa após 2 dias. Concluíram que é possível que o fosfato seja a substância que previna a dissolução do cimento de silicato na saliva neutra.

WILSON & KENT (67), em 1970, através de análises químicas, investigaram os materiais solúveis extraídos de cimentos de silicato de diferentes estágios de envelhecimento. Observaram que o processo de presa e endurecimento corresponde à precipitação de fosfatos e fluoros metálicos e que, a velocidade da reação é altamente influenciada por essa etapa de precipitação e, conseqüente-

mente, pelo pH do sistema. Também verificaram que, a partir do início da aglutinação até 48 horas após, a quantidade de fosfato extraído foi diminuindo gradualmente até permanecer constante, tempo este que coincide com o final do processo de precipitação.

Ainda naquele ano, PULVER & ROSSINGTON(47), através do uso da espectrofotometria de absorção atômica, analisaram, quantitativamente, as soluções resultantes da imersão de corpos de prova de um cimento de silicato experimental por um período de 28 dias. Os meios de imersão consistiram de solução de sacarose, de soluções de ácido cítrico (pH 4 e pH 5), lático (pH 4 e pH 5), acético (pH 4 e pH 5) e água destilada. Os resultados indicaram que todos os elementos analisados (Na, Zn, Ca, Al e Si) mostraram uma diminuição da proporção de solubilização com o aumento do tempo. Concluíram que a solubilidade é maior em soluções de pH 4 do que em soluções do mesmo tipo de ácido em pH 5. Todos os ácidos foram mais destrutíveis do que a água destilada e que as soluções de ácido cítrico, tanto em pH 4 como em pH 5, foram particularmente os meios mais destrutíveis seguido pelas soluções de ácido lático, ácido acético e finalmente água destilada. A partir dos resultados os autores inferiram que a severidade do ataque, além de depender do pH, é também uma função da natu-

reza dos ânions presentes no meio de imersão.

O efeito da proporção água:ácido ortofosfórico no líquido, sobre as propriedades do cimento de silicato, foi extensivamente estudado por WILSON et alii (70), em 1970. No que se refere ao fosfato solúvel, quantidades máximas eram extraídas, na água, quando as concentrações de ácido atingiam os valores de 38% e 58% de H_3PO_4 (p/p), enquanto que nas concentrações de 49% e 63% de H_3PO_4 (p/p) o mínimo de fosfato era obtido. Os autores verificaram que não existe um valor definido para a concentração de ácido, no qual todas as propriedades do cimento podem ser melhoradas, de maneira que, a seleção de um particular líquido é dependente da propriedade considerada mais essencial ou então de um balanço total entre as diferentes propriedades.

Em 1971, WILSON & BATCHELOR (64), considerando o aparecimento e crescente importância dos cimentos de silicato em cápsulas, apontaram a necessidade da realização de testes de solubilidade e desintegração. Como a cápsula contém quantidade insuficiente para produzir corpos de prova nas dimensões indicadas pela respectiva especificação da British Standards Institution, é impossível a mistura do conteúdo de várias cápsulas para formar quantidade maior. Assim, os autores desenvolveram corpos de

prova de dimensões reduzidas que foram avaliados por um método cujo princípio básico consiste na determinação colorimétrica do fosfato solúvel.

Procurando contornar o problema da avaliação da desintegração em meios líquidos que deixam resíduos, STEAGALL (56), em 1972, apresentou trabalho que aborda o problema sob outro ângulo. Após efetuada comparação entre porcentagem de desintegração, obtida pelo método da especificação nº 9 da American Dental Association, e a porcentagem de fosfato dissolvido, também em água destilada, o autor notou que cada marca de cimento de silicato apresentava um quociente que identificava quantas vezes a desintegração era maior que o fosfato. Essa razão, que é constante em cada marca, permitiria um cálculo aproximado da desintegração, quando da avaliação da solubilidade em meios de imersão que contêm resíduos. É interessante salientar que, para a marca de cimento de silicato da S.S. White, a porcentagem de desintegração em água destilada foi da ordem de 0,69, a porcentagem de fosfato foi 0,47 e a razão entre a porcentagem de desintegração e a porcentagem de fosfato foi da ordem de 1,96.

TAVEIRA (59), em 1972, analisou a proteção oferecida por quatro marcas de vernizes à solubilidade e desintegração de quatro marcas de cimento de silicato, uti

lizando duas consistências: padrão e outra mais espessa. Concluiu que o uso de verniz reduz, consideravelmente, a solubilidade e desintegração, superando o efeito do emprego de consistência mais espessa.

Tecendo considerações a respeito da importância da proteção de restaurações de cimento de silicato, como meio de reduzir sua solubilidade e desintegração, GUIMARÃES (24), em 1972, empreendeu estudos com intuito de observar a influência de vernizes e vaselina siliconada aplicados sobre os corpos de prova que foram submetidos à ação de meios de imersão com diferentes níveis de pH. Concluiu que os vernizes oferecem melhor proteção do que a vaselina siliconada, e que a solubilidade foi maior em água destilada (pH 6,7) do que em meio de hidróxido de amônia (pH 8); o meio de ácido acético (pH 4,2) não diferiu dos outros dois.

Realizando estudo para avaliar a correlação entre os resultados de testes de laboratório e o comportamento clínico de restaurações de silicato, MITCHEM (34), em 1972, usou três técnicas para inserção das restaurações que mostraram resultados diferentes de resistência e solubilidade. Depois de três anos de avaliação pode concluir que as mudanças observadas clinicamente não poderiam ser relacionadas às diferenças demonstradas pelos tes

tes laboratoriais. O autor concluiu que as diferenças observadas em testes de laboratório não correspondem ao desempenho clínico dos cimentos de silicato, desde que, a qualidade da higiene oral e a localização de placas são os principais fatores envolvidos na solubilidade e desintegração desses cimentos.

FONTANA (18), em 1973, verificou a influência da técnica de aglutinação (manual e mecânica), do tempo de aglutinação mecânica (4; 5,5; 7; 8,5 e 10 segundos), da relação pó/líquido e das diferentes marcas de cimento de silicato sobre sua solubilidade e desintegração. Algumas de suas conclusões foram de que não existe diferença na solubilidade e desintegração dos cimentos de silicato aglutinados mecanicamente e manualmente e que os diferentes tempos de aglutinação mecânica apresentaram o mesmo efeito sobre aquela propriedade.

Em 1973, CAMPANA (5) calculou a solubilidade e desintegração, por meio da porcentagem de fosfato, de três marcas de cimento de silicato em meios de imersão constituídos de refrigerantes carbonatados, cujos pH variavam de 2,8 a 3,3. Concluiu que a solubilidade e desintegração aumentam em todos os meios utilizados quando comparados com água destilada desionizada (pH 6,7), e que existe uma correlação entre solubilidade e desintegração

e a quantidade de ácido cítrico existente naqueles refri
gerantes.

Em estudo clínico com duração de três anos, ERIKSEN (14), em 1974, comparou restaurações de classe III e V de cimentos de silicato com restaurações de resinas compostas convencionais, quanto à cor, adaptação marginal, retenção da forma anatômica e descoloração marginal. Concluiu que as restaurações de resina composta se comportam melhor no tocante à adaptação marginal e retenção da forma anatômica, enquanto que os cimentos de silicato foram superiores no aspecto de estabilidade de cor.

Investigando o efeito de alguns materiais (alumínio e plásticos) empregados na confecção de matrizes, sobre a solubilidade dos cimentos de silicato, STEAGALL (57), em 1975, observou que os materiais não influem na porcentagem de desintegração destes cimentos. Notou que há diferenças de solubilidade entre as marcas utilizadas, entretanto, os valores não ultrapassam o limite aceito pela especificação nº 9 da American Dental Association.

Em 1976, CAMPANA & STEAGALL (6) avaliaram, por meio da porcentagem de fosfato, a solubilidade e desintegração de três marcas de cimento de silicato, utilizando cerveja (pH 4,1), vinho (pH 3,4) e suco de limão (pH 2,7) como meios de imersão. Concluíram que há varia-

ção quanto à marca de cimento e quanto aos meios, sendo o mais lesivo aquele que contém ácido cítrico ou citratos: suco de limão. A cerveja e o vinho branco não são tão destrutíveis, pois seus níveis de desintegração, estatisticamente iguais, não ultrapassaram o limite admitido pela especificação nº 9 da American Dental Association. Como conclusão geral, os autores inferiram que o uso de bebidas cítricas pode encurtar, consideravelmente, a vida útil de restaurações de cimentos de silicato.

ANZAI et alii (2), em 1977, determinaram, através da espectrofotometria de absorção atômica, os principais elementos solúveis de corpos de prova de uma marca de cimento de silicato, os quais ficaram imersos por períodos de 1 e 7 dias. Concluíram que a solubilidade do sódio é $247 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ por dia e $305 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ em 7 dias, constituindo-se no elemento mais solúvel deste tipo de cimento. É válido ressaltar que os autores não determinaram as quantidades de fósforo.

3. PROPOSIÇÃO

De acordo com a análise dos trabalhos apresentados, tornou-se possível constatar que não foi definida uma investigação sobre a influência exercida pelas soluções antissépticas da cavidade oral sobre a solubilidade e desintegração dos cimentos de silicato.

Desta maneira, julgou-se oportuno desenvolver um estudo comparativo entre os fatores meios de imersão, constituídos de soluções antissépticas bucais, com a água destilada, que é o meio solvente preconizado pela especificação nº 9 da American Dental Association (1), para verificação da solubilidade e desintegração do cimento de silicato.

4. MATERIAL E MÉTODO

4.1. Material

4.1.1. Cimento de Silicato e Meios de Imersão

O cimento de silicato utilizado foi a Porcelana Melhorada da S.S.White. Os frascos de pó e líquido, cor 22 e lotes 641 e 010, respectivamente, foram facilmente adquiridos em casa comercial especializada. Pó e líquido, em quantidades suficientes para todas as fases experimentais foram colocados separadamente, nas suas formas originais, em frascos de vidro e homogeneizados manualmente.

Foram usados, além da água destilada (M_1), cinco meios de imersão identificados pelas siglas M_2 , M_3 , M_4 , M_5 e M_6 . Os referidos meios constituíram-se de soluções diluídas de antissépticos bucais, amplamente conhecido pelos odontólogos e ordinariamente usados pela população.

As relações dos nomes comerciais dos antis
sêpticos e respectivos fabricantes encontram-se no Quadro
I.

Quadro I - Antissêpticos e Fabricantes.

NOME COMERCIAL	FABRICANTE
Malvona	Laboratórios Primá S/A
Flogoral	Degussa S.A. - Divisão Labofarma
Malvatricin	Laboratório Brasileiro de Medicamentos Ltda.
Anapyon	Dorsay
Cepacol	Merrell - Divisão Lepetit

Os fabricantes relatam, nas respectivas bu
las, as seguintes composições dos colutórios:

Antisséptico (Malvona) constituinte do meio M₂

Cada 5 ml contém:

Cloreto de cetilpiridina	0,005g
Borato de sódio	0,3g
Benzocaína	0,001g
Fenosalil	0,2ml
Mentol	0,008ml
Sacarina sódica	0,002g
Essência de <i>Eucalyptus globulus</i>	0,01ml
Extrato fluido de <i>Malva silvestris</i>	0,666ml
Veículo	q.s.p. 5ml

Antisséptico (Flogoral) constituinte do meio M₃

Cada 100 ml contém:

Benzidamina HCl	150mg
-----------------------	-------

Antisséptico (Malvatricin) constituinte do meio M₄

Tirotricina	1,50mg
Hidrolato de malvas	1,25 cm ³
Quinosol	50,0mg
Ácido láctico	0,2125 cm ³
Mentol	4,0mg
Veículo q.s.p.	5,0cm ³

Antisséptico (Anapyon) constituinte do meio M₅

Cada 1,5 ml contém:

Clorofila	7,5mcg
Tirotricina	30mcg
Hortelã	0,00285ml
Ácido Tânico	0,015g
Tint. Guassatunga q.s.p.	1,5ml

Antisséptico (Cepacol) constituinte do meio M₆

Cada ml contém:

Cloreto de cetilpiridínio 0,5mg (1:2000) em veículo tamp_onado e aromatizado.

As diluições das soluções antissépticas em água destilada foram estabelecidas de acordo com as recomendações dos fabricantes.

Os respectivos potenciais hidrogeniônicos (pH) dos meios de imersão foram determinados com auxílio de um potenciômetro marca ORION RESEARCH, modelo 701.

As diluições e pH dos meios de imersão encontram-se no Quadro II.

Quadro II - Diluição em água destilada (em % V/V) e pH médio dos meios de imersão.

	MEIO DE IMERSÃO					
	M ₁	M ₂	M ₃	M ₄	M ₅	M ₆
Diluição	-	3,3	20	6,6	20	50
pH médio	6,9	8,4	5,4	3,0	4,0	7,4

4.2. Método

4.2.1. Teste de Consistência

Foram realizados testes preliminares com intuito de familiarização com o material e obtenção de padronização da técnica manual de aglutinação.

A proporção pó/líquido (P/L) de 1,465g/0,4 ml foi determinada após a realização do teste de consistência indicado pela especificação nº 9 da AMERICAN DENTAL ASSOCIATION (A.D.A.), (1). Durante a realização deste ensaio, a temperatura ambiente foi de $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$, enquanto que a umidade relativa foi de $82 \pm 5\%$. As quantidades de pó foram pesadas em balança analítica, marca WE. METTLER, tipo H15, com capacidade de 160 g e precisão de 0,1 mg; e o líquido foi dosado com auxílio de pipeta com capacidade de 1 ml.

4.2.2. Método para avaliação da solubilidade e desintegração

O método gravimétrico indicado pela especificação nº 9 da A.D.A. (1), para avaliação da desintegração, não pode ser usado quando os meios de imersão deixam resíduos, pois é impraticável separar o resíduo do próprio meio daquele deixado pelos espécimes de cimento. Este problema ocorreu com os meios de imersão utilizados neste experimento.

Com a finalidade de resolver este problema e obter resultados mais confiáveis, optou-se pelo método indireto de avaliação da porcentagem de desintegração, através da porcentagem de fosfato, de acordo com as recomendações de STEAGALL (56). De modo que, para avaliação da desintegração, adotou-se a seguinte metodologia: calculou-se a porcentagem de desintegração em água destilada de acordo com o método gravimétrico recomendado pela A.D.A. (1), como também a porcentagem de fosfato liberado no mesmo meio. A seguir, obteve-se a razão média entre esses dois valores. Multiplicou-se então essa razão, pela porcentagem de fosfato liberado nos outros meios de imersão (soluções antissépticas) e, desta maneira, estimou-se a desintegração do cimento de silicato nos referidos meios.

4.2.3. Fases Experimentais

A totalidade do experimento pode ser dividida em duas fases. A primeira teve como objetivo a determinação da porcentagem de desintegração do cimento de silicato em água destilada, de acordo com a especificação nº 9 da A.D.A. (1). Enquanto que na segunda fase, determinou-se a porcentagem de fosfato liberado pelos corpos de prova em todos os meios de imersão.

4.2.3.1. Preparo dos Corpos de Prova

Os corpos de prova foram preparados em conformidade com a especificação nº 9 da A.D.A. (1), exceto no que diz respeito às condições ambientais e tipo de matriz. A temperatura ambiente foi de $24,5 \pm 3^{\circ}\text{C}$, enquanto que a umidade relativa foi de $84,5 \pm 6,5\%$. As matrizes utilizadas constituíram-se de anéis de P.V.C., com as mesmas dimensões recomendadas pela norma nº 9 da A.D.A. (1).

4.2.3.2. Ensaio de Solubilidade e Desin tegração

Após o preparo dos corpos de prova, efetua
va-se o ensaio de solubilidade e desintegração em água des
tilada obedecendo à norma nº 9 da A.D.A. (1).

O mesmo procedimento foi empregado para a determinação do teor de fósforo dissolvido em todos os meios de imersão, sendo que as diluições dos antissépticos eram efetuadas imediatamente antes do ensaio. Após a permanência por 23 horas em estufa HERAEUS, regulada a $37 \pm 1^{\circ}\text{C}$, os pesa-filtros eram removidos e os corpos de prova retirados do seu interior depois de ligeira agitação. A etapa seguinte consistia na coleta de amostras dos meios de imersão para ulterior determinação do conteúdo de fósforo.

Tendo em vista a excessiva pigmentação adquirida pelos espécimes após o período de imersão em determinados meios, especialmente M_5 e M_6 , foi feita documentação fotográfica (Figura 1, página 58).

4.2.3.3. Determinação do conteúdo de fósforo e cálculo da porcentagem de fosfato

A determinação do conteúdo de fósforo foi efetuada com auxílio de espectrofotômetro da marca SPECTRONIC 20 da BAUSCH & LOMB, pertencente ao laboratório de Bioquímica da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP. O método utilizado foi o de FISKE & SUBBAROW apud LELOIR & CARDINI (30).

Após estabelecer que havia uma linearidade entre as leituras (D.O. a 660 nm) e a quantidade de fósforo em soluções padrões (de 3 a 14 $\mu\text{g P}$), as quantidades de fósforo das amostras foram determinadas utilizando-se, diariamente, um padrão interno de 6 $\mu\text{g P}$.

A absorbância das amostras das soluções controle de cada meio de imersão era, subtraída da quantidade de luz absorvida pelas amostras das respectivas soluções experimentais.

Uma vez determinada a quantidade de fósforo liberado em 50 ml do meio de imersão, multiplicou-se o valor obtido por 3,067, um fator constante que a transforma em massa de fosfato (PO_4^{--}). Este valor multiplicado por 100 e dividido pelo peso dos corpos de prova, mostra a porcentagem de fosfato que se solubilizou dos respectivos espécimes.

4.2.4. Delineamento Experimental

O delineamento experimental foi inteiramente casualizado com 6 tratamentos e 5 repetições, segundo o esquema de GOMES (23).

Em caso de significância ao nível de 5%, as médias foram comparadas pelo teste de Tukey.

As análises dos dados foram realizadas com auxílio de computador eletrônico modelo TK-85.

5. RESULTADOS

Considerando que a desintegração do cimento nos meios de imersão diferentes da água destilada foi estimada através da razão entre porcentagem de desintegração e porcentagem de fosfato liberado em água destilada, doravante esta desintegração será considerada como "desintegração calculada", para diferenciá-la daquela obtida com o método gravimétrico.

É importante destacar que existe semelhança entre a desintegração calculada com aquela obtida pelo método gravimétrico, desde que, a razão foi obtida sob as condições da especificação nº 9 da A.D.A.(1).

Na tabela I está disposta a razão média entre as porcentagens de desintegração, obtida pelo método gravimétrico, e as porcentagens de fosfato liberado em água destilada.

Tabela I - Razão média.

% DESINTEGRAÇÃO	% FOSFATO	RAZÃO MÉDIA
0,6771	0,3698	
0,6745	0,3557	
0,6077	0,4029	1,7957
0,7029	0,3743	
0,6293	0,3305	

Na tabela VI do apêndice encontram-se os dados referentes ao conteúdo de fósforo e fosfato liberados nos meios de imersão, bem como os pesos médios dos corpos de prova.

O meio M₆ apresentou, de acordo com o método de análise utilizado, uma reação específica indicando que sua fórmula original contém 30,5 mg de fósforo em cada 100 ml.

A tabela II mostra os valores das porcentagens de fosfato dissolvido nos respectivos meios de imersão.

Tabela II - Porcentagem de fosfato (PO_4^{-3}) obtida nos diversos meios de imersão.

REPETIÇÃO	M E I O					
	M_1	M_2	M_3	M_4	M_5	M_6
1	0,3698	0,1972	0,5554	0,6126	0,2045	0,1700
2	0,3557	0,2816	0,5466	0,5612	0,1561	0,1900
3	0,4029	0,3903	0,5858	0,6047	0,1641	0,1337
4	0,3743	0,3170	0,4959	0,5486	0,1985	0,1832
5	0,3305	0,2443	0,4805	0,6375	0,1705	0,1546

Os valores percentuais da desintegração obtida de acordo com a especificação nº 9 da A.D.A. (1) no meio água destilada (M_1), e das desintegrações calculadas para o restante dos meios de imersão, encontram-se na tabela III.

Tabela III - Porcentagem de desintegração calculada indiretamente pela razão.

M_1^*	M_2	M_3	M_4	M_5	M_6
0,6771	0,3541	0,9973	1,1000	0,3672	0,3053
0,6745	0,5057	0,9815	1,0077	0,2803	0,3412
0,6077	0,7009	1,0519	1,0858	0,2947	0,2401
0,7029	0,5692	0,8905	0,9851	0,3564	0,3290
0,6293	0,4387	0,8628	1,1447	0,3062	0,2776

* Porcentagem de desintegração pelo método gravimétrico.

Para se poder analisar comparativamente os efeitos do fator meios de imersão, efetuou-se a análise de variância para a porcentagem de desintegração, admitindo-se a hipótese de nulidade, isto é, que os tratamentos são todos equivalentes, e determinando-se depois, a rejeição ou não da hipótese nula, pelo nível estimado. Como todos os tratamentos contêm o mesmo número de repetições, tornou-se viável a aplicação do teste de Tukey para comparar todo e qualquer contraste entre duas médias de tratamento.

Na tabela IV, pode-se observar o resultado da análise de variância para a porcentagem de desintegração, onde o tratamento "meios de imersão", foi estatisticamente significativo ao nível de 1%.

Tabela IV - Análise de variância da porcentagem de desintegração do fator meios de imersão.

Causa da Variação	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Quadrados Médios	F
Meios	5	2,5759	0,5152	95,03**
Resíduo	24	0,1301	0,0054	-
TOTAL	29	2,7060		

** Significativo ao nível de 1%.

Para maior clareza, na verificação da tabela V pode-se observar as médias percentuais dos respectivivos meios de imersão e o contraste entre as mesmas, segundo a diferença mínima significativa (d.m.s.), calculada pelo teste de Tukey, que no caso é 0,1439%.

Tabela V - Médias percentuais de desintegração calculada nos meios de imersão e a diferença mínima significativa.

M ₆	M ₅	M ₂	M ₁ *	M ₃	M ₄	d.m.s.
0,2986	0,3210	0,5137	0,6583	0,9568	1,0647	0,1439

* Porcentagem de desintegração pelo método gravimétrico.

6. DISCUSSÃO

Diante dos dados obtidos no desenrolar do experimento, segue-se uma análise crítica da situação em que os meios de imersão influenciaram sobre a solubilidade e desintegração dos corpos de prova.

Pelo exame da tabela V observa-se que M_6 e M_5 são iguais estatisticamente e constituem o grupo que apresentou menor valor de desintegração. Os meios M_2 e M_1 são estatisticamente diferentes, tendo M_1 apresentado maior poder de dissolução. Finalmente o agrupamento dos meios M_3 e M_4 mostra maior poder de dissolução sendo estatisticamente iguais.

Procurando estabelecer uma comparação entre o poder de dissolução e os potenciais hidrogênioônicos dos meios de imersão, apresentados no quadro II, do item 4.1.1, do capítulo Material e Método, observa-se que os meios M_5 e M_6 , cujos níveis de desintegração foram desta-

tisticamente iguais e menores que os demais, possuem pH de grandezas diferentes, sendo M_5 um meio ácido (pH 4,0) e M_6 em torno da neutralidade (pH 7,4). Esses resultados são discordantes daqueles de VOELKER (60), NORMAN et alii (36, 37 e 38), JØRGENSEN (27), PORTO (45), SMITH (51), WILSON & BATCHELOR (63), ERIKSSON (15), ERIKSSON & STRÅLFORS (16), CAMPANA (5) e CAMPANA & STEAGALL (6), que indicam ser certos meios ácidos produtores de maior dissolução.

Essa discrepância de resultados pode ser explicada pela suposição de que corantes graxos podem ter sido adsorvidos pelos corpos de prova imersos no meio M_5 , oferecendo proteção contra a dissolução, de maneira análoga aos vernizes e lubrificantes, comprovadamente eficazes na redução da solubilidade e desintegração como demonstrado por FAGGART (17), SMITH (51), MANNERBERG & BRATTHALL (32), SANTOS (50), STEAGALL (55), TAVEIRA (59) e GUIMARÃES (24). Observa-se na figura 1 que o corpo de prova de M_5 é o mais colorido.



Figura 1 - Aspecto visual dos corpos de prova após imersão por 23 horas nas soluções antissépticas e na água destilada.

Comparando-se a porcentagem de desintegração calculada, do grupo constituído por M_5 (pH 4,0) e M_6 (pH 7,4) e o meio M_2 (pH 8,4), nota-se que foi maior em M_2 , fato este surpreendente pois seria esperado que no meio mais básico M_2 , a desintegração fosse menor, de acordo com os trabalhos de PORTO (45), ERIKSSON (15), ERIKSSON & STRÅLFORS (16) e GUIMARÃES (24). Utilizando a hipó

tese anteriormente exposta, supõe-se que a adsorção de componentes graxos dos meios M_5 e M_6 pelos espécimes, funcionou como uma película protetora reduzindo a desintegração, a ponto de ser menor que no meio M_2 , comprovadamente básico. Esta adsorção pareceu ser maior para os corpos de prova imersos em M_5 , o que pode ser comprovado pela coloração mais intensa apresentada pelo espécime da figura 1.

Além da hipótese já levantada, a diferença entre o poder de dissolução dos meios M_2 (pH 8,4) e M_6 (pH 7,4), que apresentam pH básicos, poderia ser também explicada lançando-se mão do trabalho de WILSON e BATCHLOR (63), no qual afirmam que, apesar das soluções alcalinas atacarem levemente os cimentos de silicato, o ataque é mais severo com compostos de sódio. Como pode ser verificado pela composição dos antissépticos descrita no item 4.1.1., do capítulo Material e Método, o meio M_2 contém borato de sódio e sacarina sódica. Neste caso, as afirmações daqueles autores corroboram os resultados apresentados neste experimento. Um outro fator coadjuvante para a menor desintegração apresentada no meio M_6 , em relação com M_2 , seria a presença de fósforo na sua composição. Partindo do fato de que a desintegração foi estimada a partir do teor de fósforo que se solubilizou dos corpos de prova, a con-

centração do soluto no meio solvente M_6 foi equilibrada mais rapidamente do que no meio M_2 , que não contém fósforo em sua composição. Esta justificativa se apoia no trabalho de EICHNER et alii (13).

O valor de 0,6585% para a desintegração em água destilada (M_1) está de acordo com aquele obtido por STEAGALL (56), para a mesma marca e com a mesma metodologia utilizada neste trabalho. Esta porcentagem de desintegração em M_1 (pH 6,9) foi maior do que a porcentagem de desintegração calculada para o grupo constituído por M_5 e M_6 e para o meio M_2 . A menor dissolução apresentada pelos meios M_2 e M_6 com relação a M_1 , pode ser explicada em termos de potenciais hidrogeniônicos sendo os meios mais básicos (M_2 e M_6) menos lesivos, corroborando os resultados apresentados por PORTO (45), ERIKSSON (15), ERIKSSON & STRÅLFORS (16) e GUIMARÃES (24). Apesar de possuir um baixo pH, o meio M_5 apresentou menor poder de dissolução do que a água destilada. Seguindo-se a mesma linha de raciocínio utilizada para justificar a igualdade estatística entre M_5 e M_6 , poder-se-ia dizer que componentes graxos da solução antisséptica constituinte do meio M_5 foram adsorvidos pelos corpos de prova formando uma película protetora contra a dissolução.

Os meios M_3 e M_4 constituíram o grupo com a maior porcentagem de desintegração calculada. Ambos os meios são ácidos, embora com pH diferentes, M_3 (pH 5,4) e M_4 (pH 3,0), tendo M_4 apresentado o menor valor no conjunto dos potenciais hidrogeniônicos de todos os meios de imersão utilizados no presente trabalho. Este baixo valor de pH é possivelmente devido à presença de ácido láctico em sua composição (item 4.1.1.). O meio M_4 , apesar de estatisticamente igual a M_3 , apresentou o maior valor médio de desintegração, sendo este resultado concordante com os de VOELKER (60), NORMAN et alii (36, 37, 38), JØRGENSEN (27), PORTO (45), SMITH (51), WILSON & BATCHELOR (63), ERIKSSON (15), ERIKSSON & STRÅLFORS (16), PULVER & ROSSINGTON (47), CAMPANA (5) e CAMPANA & STEAGALL (6), que relatam ser os meios ácidos possuidores de maior poder de dissolução.

Embora o meio M_3 tenha apresentado pH maior do que M_4 apresentou porcentagem de desintegração estatisticamente igual, o que parece confirmar as conclusões de NORMAN et alii (37, 38) e PULVER & ROSSINGTON (47), de que a intensidade do ataque é dependente não só do pH dos ácidos mas também da natureza do ânion do meio e também as de ERIKSSON (15) de que a constante de dissociação e o coeficiente de difusão dos ácidos devem ter influência na desintegração dos cimentos de silicato.

Comparando-se os pH dos meios M_3 (5,4) e M_5 (4,0), poderia parecer incoerente que os dois meios tenham ocupado lugares extremos na escala crescente da porcentagem de desintegração. Entretanto, como ficou comprovado pelos trabalhos de NORMAN et alii (37, 38), PULVER & ROSSINGTON (47) e ERIKSSON (15), não somente o pH mas também o tipo e outras propriedades dos ácidos determinam o poder de dissolução do meio. Este fato, aliado à possível proteção superficial oferecida por componentes graxos de alguns meios, como M_5 , aos corpos de prova, poderiam justificar a discrepância dos resultados apresentados.

7. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos no presente trabalho permitiram as seguintes conclusões:

- 1) a desintegração foi maior no grupo constituído pelos meios M_3 (Flogoral) e M_4 (Malvatricin), seguidos, em ordem decrescente por M_1 (água destilada) M_2 (Malvona) e finalmente pelo grupo constituído pelos meios M_5 (Anapyon) e M_6 (Cepacol);
- 2) A porcentagem de desintegração em água destilada, apresentada pelo cimento utilizado, está de acordo com o índice estabelecido pela especificação nº 9 da American Dental Association.

8. SINOPSE

O objetivo deste trabalho foi verificar a influência exercida pelas soluções antissépticas da cavidade oral, sobre a solubilidade e desintegração do cimento de silicato Porcelana Melhorada da S.S.White, comparando-a com a desintegração em água destilada, que é o meio solvente recomendado pela especificação nº 9 da American Dental Association.

Em virtude da dificuldade de separar o resíduo seco do próprio meio daquele deixado pelos corpos de prova do cimento, a desintegração nas soluções antissépticas foi calculada a partir da porcentagem de fosfato liberado nos referidos meios.

Os resultados analisados permitiram concluir que:

- 1) a desintegração foi maior no grupo constituído pelas soluções antissépticas "Flororal" e "Malvatri

cin", seguidas em ordem decrescente por água destilada, "Malvona" e finalmente pelo grupo constituído pelas soluções de "Anapyon" e "Cepacol";

- 2) a porcentagem de desintegração em água destilada, apresentada pelo cimento utilizado, está de acordo com o índice estabelecido pela especificação nº 9 da American Dental Association.

9. SUMMARY

The present study was carried out to evaluate the influence of antiseptical solutions upon the solubility and disintegration of one brand of silicate cement, in comparison with the amount of disintegration in distilled water, according to American Dental Association Specification n. 9.

Due to the fact that the application of the A.D.A. method may distort the results and cause difficulty in interpretation, the disintegration was calculated indirectly from the phosphate percentage evaluated from the specimens.

The results have shown that:

- 1) the disintegration level was bigger in the media M_3 (Flogoral) and M_4 (Malvatricin) followed by M_1 (water distilled), M_2 (Malvona) and finally by

the group that presented the lowest disintegration, M₅ (Anapyon) and M₆ (Cepacol);

- 2) the disintegration percentage presented by the brand of silicate cement is in accordance with the level established by American Dental Association Specification n. 9.

10. BIBLIOGRAFIA

- 1 - AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Council adopts F.D.I. specification for dental silicate cement. J. Am. dent. Ass., 66(5):727-32, May 1963.
- 2 - ANZAI, M. et alii. Studies on soluble elements and solubility of dental cement. (1) - Solubilities of zinc phosphate cement, carboxylate cement and silicate cement in the distilled water. J. Nihon Univ. Sch. Dent., 19(1):26-39, Mar. 1977.
- 3 - BERGLARS, G.K. Mechanical mixing of silicate cement. Part one. Dent. Dig., 70(5):217-9, May 1964.
- 4 - BRAUER, F.J.; WHITE JR., E.E.; BURNS, C.L. Investigations to reduce the solubility of silicate cements. J. dent. Res., 37(1):89-90, Feb. 1958.
- 5 - CAMPANA, R.A. Cimentos de silicato; Contribuição para o estudo de sua solubilidade e desintegração, em bebidas refrigerantes, avaliadas por meio da porcentagem de fosfato. São José dos Campos, 1973. 33 p. [Tese (Doutoramento) - Fac. Odontologia].

- 6 - CAMPANA, R.A. & STEAGALL, L. Cimentos de silicato -
- Estudo de sua solubilidade e desintegração em be-
bidas, tais como: cerveja, vinho e suco de limão,
avaliadas por meio da porcentagem de fosfato. Rev-
ta Fac.Odont.São José dos Campos, 5(1):1-6, jan./
jun. 1976.
- 7 - CORRÊA, A.A. Contribuição ao estudo da solubilidade
nas restaurações a cimento de silicato. São Paulo,
1955. 92 p. [Tese (câtedra) - Fac. Farmácia e Odon-
tologia].
- 8 - ----- & STEAGALL, L. Efeito da separação das par-
tículas na solubilidade de alguns cimentos de sili-
cato. Revta.Fac.Odont.S.Paulo, 7(2):267-79, jul./
dez. 1969.
- 9 - COY, H.D. Silicate cements and direct filling resins:
a comparative study. J.Am.dent.Ass., 56(6):848-53,
June 1958.
- 10 - CROWELL, W.S. Physical chemistry of dental cements.
J.Am.dent.Ass., 14:1030-48, June 1927.
- 11 - DELGADO, V.P. Seleção do material restaurador: acrí-
lico ou cimento de silicato? Revta.Ass.paul.Cirurg.
dent., 13(4):177-93, jul./ago. 1959.
- 12 - ----- . Técnica da manipulação do cimento de sili-
cato. Revta. bras.Odont., 18(105):88-100, maio/jun.
1960.

- 13 - EICHNER, K.; LAUTENSCHLAGER, E.P.; VON RADNOTH, M. Investigation concerning the solubility of dental cements. J.dent.Res., 47(2):280-5, Mar./Apr. 1968.
- 14 - ERIKSEN, H.M. A clinical evaluation of silicate and composite restorations after 3 years of use. J. oral Rehabil., 1(4):317-21, Oct. 1974.
- 15 - ERIKSSON, S.E. IV. The rate of dissolution of dental silicate cement - The effects of different organic acids. Odont. Revy., 21:309-18, 1970.
- 16 - ----- & STRÅLFORS, A. V. The rate of dissolution of dental silicate cement. Experiments in saliva. Odont.Revy., 21:433-7, 1970.
- 17 - FAGGART, H.L. Suggestions for better silicate fillings. J.Am.dent.Ass., 32(21):1436-9, Nov./Dec. 1945.
- 18 - FONTANA, U.F. Cimento de silicato - Estudo comparativo da solubilidade e desintegração do cimento aglutinado manual e mecanicamente; Efeito de tempo de aglutinação, relação pó/líquido e material. Araraquara, 1973. 76 p. [Tese (Doutoramento) Fac. de Farmácia e Odontologia].
- 19 - FREITAS, J.F. The long-term solubility of silicate cement. Aust.dent.J., 13(2):129-34, Apr. 1968.

- 20 - GABRIELLI, F. Contribuição para o estudo da solubilidade e desintegração de alguns cimentos de silicato. Ação de cargas diversas durante a gelei-ficação. Araraquara, 1964. 48 p. [Tese (Douto-ramento) Fac. de Farmácia e Odontologia].
- 21 - ----- & GALVÃO, E. Estudo da influência da alte-ração de água em líquido de cimentos de silicato, sobre o tempo de presa e a solubilidade e desin-tegração. Revta.Fac.Farm.Odont.Araraquara, 1(1): 121-38, jan./jun. 1967.
- 22 - GARRETT, W.A. Silicate cements. J.Am.dent.Ass., 29: 960-4, June 1942.
- 23 - GOMES, F.P. Experimentos inteiramente casualizados. In: ----- Curso de Estatística Experimental. 6ª ed. São Paulo, Livraria Nobel, 1976. cap.4, p.61-78.
- 24 - GUIMARÃES, G. Contribuição para o estudo da solubi-lidade dos cimentos de silicato. Influência de al-guns agentes protetores em corpos de prova subme-tidos à ação de meios solventes com pH diversos. Revta.Fac.Odont.S.Paulo, 10(1):47-55, jan./jun. 1972.
- 25 - HENSCHER, C.J. Observations concerning in vivo di-sintegration of silicate cement restorations. J.dent.Res., 28(5):528, Oct. 1949.

- 26 - HUFF, M.D. Silicate cements - their use and their abuse. J.Am.dent.Ass., 22:939-43, June 1935.
- 27 - JØRGENSEN, K.D. On the solubility of silicate cements. Acta odont.scand., 21(2):141-58, Apr. 1963.
- 28 - KENT, B.E. & WILSON, A.D. Dental silicate cements: VIII. Acid-base aspect. J.dent.Res., 48(3):412-8, May/June 1969.
- 29 - -----; FLETCHER, K.E.; WILSON, A.D. Dental silicate cements: XI. Eletron probe studies. J.dent.Res., 49(1):86-92, Jan./Feb. 1970.
- 30 - LELOIR, L.F. & CARDINI, C.E. Characterization of phosphorus compounds by acid lability. In: COLOWICK, S.P. & KAPLAN, N.O. Methods in enzymology. New York, Academic Press Inc., 1957. v.3, p.840-50.
- 31 - MACPHERSON, W.G. & CHARBENEAU, G.T. Influence of surface finishing procedures upon solubility of silicate cement. J.Mich.dent.Ass., 44(3):306-11, Nov. 1962.
- 32 - MANNERBERG, F. & BRATTHALL, D. The protection of silicate cement restorations immediately after insertion in a cavity. J.Am.dent.Ass., 76(4/6):1023-5, May 1968.
- 33 - MITCHEM, J.C. Validity of laboratory tests in predicting clinical behavior of silicate cements. J.prosth.Dent., 18:168-76, 1967.

- 34 - MITCHEM, J.C. Correlation of laboratory testing to three-year clinical behavior of silicate cements. J.prosth.Dent., 27(2):172-5, Feb. 1972.
- 35 - MUELLER, H.J.; COMBE, E.C.; GREENER, E.H. Studies in silicate cements: the effects of mechanical mixing on physical properties. J.prosth.Dent., 18(2):160-7, Aug. 1967.
- 36 - NORMAN, R.D.; SWARTZ, M.L.; PHILLIPS, R.W. Studies on solubility of certain dental materials. J.dent. Res., 36(6):977-85, Dec. 1957.
- 37 - -----; -----; -----. Additional studies on the solubility of certain dental materials. J.dent. Res., 38(5):1028-37, Sept./Oct. 1959.
- 38 - -----; -----; -----. Studies on film thickness, solubility and marginal leakage of dental cements. J.dent.Res., 42(4):950-8, July/Aug. 1963.
- 39 - PAFFENBARGER, G.C. Dental materials and instruments 1951-55. Int.dent.J., 6(3):299-322, Sept. 1956.
- 40 - -----. Silicate cement: an investigation by a group of practicing dentists under the direction of the A.D.A. Research Fellowship at the National Bureau of Standards. J.Am.dent.Ass., 27(10):1611-22, Oct. 1940.

- 41 - PAFFENBARGER, G.C. & SCHOONOVER, I.C. Report of the research commission of the American Dental Association. Outline of the cooperative dental research between the National Bureau of Standards and the American Dental Association (1935-1936). J.Am.dent.Ass., 24(2):277-9, Feb. 1937.
- 42 - -----; ----- & SOUDER, W. Dental silicate cements: physical and chemical properties and a specification. J.Am.dent.Ass.dent.Cosmos, 25(1):32-87, Jan. 1938.
- 43 - ----- et. alii. American Dental Association Specification nº 9 for dental silicate cement: first revision, effective July 1, 1950. J.Am.dent.Ass., 40(2):186-93, Feb. 1950.
- 44 - PILOWNIC, T. Estudo sobre a solubilidade dos cimentos de silicato em função da pressão efetuada com a tira de celulóide. Revta.gaúcha Odont., 8(1):58-66, jan./mar. 1960.
- 45 - PORTO, F.A. Contribuição ao estudo da solubilidade e desintegração dos cimentos de silicato. Ação da agitação, do meio líquido e da abrasão. Araraquara, 1964. 40 p. [Tese (Doutoramento) - Fac.Farmácia e Odontologia].
- 46 - PRIME, J.M. The relative merits of our principal filling material as known and used today. J.Am.dent.Ass., 9(1):9-17, Jan. 1922.

- 47 - PULVER, J.C. & ROSSINGTON, D.R. Solubility of a silicate cement. J.dent.Res., 49(6):1530-6, Nov./Dec. 1970.
- 48 - RAY, K.W. The behavior of silicious cements. J.Am.dent.Ass., 21(2):237-51, Feb. 1934.
- 49 - ROLFSEN, R.L. Estudo da influência de técnicas e tempos de manipulação na solubilidade e desintegração do cimento de silicato. Revta.Fac.Farm.Odont.Araraquara, 1(2):151-62, jul./dez. 1967.
- 50 - SANTOS JR., J. Solubilidade do cimento de silicato frente à sua proteção superficial. Revta.Fac.Odont.S.Paulo, 7(2):281-92, jul./dez. 1969.
- 51 - SMITH, D.C. Protection of silicate restorations from contamination by moisture. Br.dent.J., 122(9):382-6, May 1967.
- 52 - SMITH, E.J.C. Silicates. J.Am.dent.Ass., 16(1):79-83, Jan. 1929.
- 53 - STEAGALL, L. Solubilidade de alguns cimentos de silicato frente à nova especificação. Revta.Ass.paul.Cirurg.dent., 22(2):47-56, mar./abr. 1968.
- 54 - ----- Solubilidade dos cimentos de silicato - Efeito de diversos graus de umidade relativa do ar na aglutinação sobre duas consistências. Revta.Fac.Odont.S.Paulo, 7(2):337-59, jul./dez. 1969.

- 55 - STEAGALL, L. Solubilidade dos cimentos de silicato. Efeito do tamanho das partículas e da aplicação de verniz protetor. Revta.Fac.Odont.S.Paulo, 8(1): 153-61, jan./jun. 1970.
- 56 - -----, Cimentos de silicato. Estudo comparativo da porcentagem de desintegração com a de fosfato. I. Análise da porcentagem de desintegração com fosfato e razão desintegração/fosfato. Revta.Fac.Odont.S.Paulo, 10(1):13-20, jan./jun. 1972.
- 57 - -----, Efeito de materiais empregados na confecção de matrizes sobre a solubilidade dos cimentos de silicato. Revta.Fac.Odont.S.Paulo, 13(2):205-8, jul./dez. 1975.
- 58 - SWANSON, E.W. Effect of particle size on the physical properties of silicate cements. J.Am.dent.Ass., 23(9):1620-31, Sept. 1936.
- 59 - TAVEIRA, W.S. Contribuição para o estudo da solubilidade dos cimentos de silicato. Efeito da proteção de alguns vernizes em corpos de prova obtidos em consistências espessa e padrão. Revta.Fac.Odont.S.Paulo, 10(1):39-46, jan./jun. 1972.
- 60 - VOELKER, C.C. Dental silicate cement in theory and practice. Dent.Cosmos, 58(10):1098-111, Oct. 1916.
- 61 - WILSON, A.D. & BATCHELOR, R.F. Dental silicate cements: I. The chemistry of erosion. J.dent.Res., 46(5):1075-85, Sept./Oct. 1967.

- 62 - WILSON, A.D. & BATCHELOR, R.F. Dental silicate cements: II. Preparation and durability. J.dent.Res., 46(6):1425-32, Nov./Dec. 1967.
- 63 - ----- & ----- . Dental silicate cements. III. Environment and durability. J.dent.Res., 47(1):115-20, Jan./Feb. 1968.
- 64 - ----- & ----- . Inicial solubility and disintegration of dental silicate cements. A test with miniature specimens. Br.dent.J., 130(4):143-6, Feb. 1971.
- 65 - ----- & KENT, B.E. Dental silicate cements: V. Eletrical conductivity. J.dent.Res., 47(3):463-70, May/June 1968.
- 66 - ----- & ----- . Dental silicate cements: IX. Decomposition of the powder. J.dent.Res., 49(1):7-13, Jan./Feb. 1970.
- 67 - ----- & ----- . Dental silicate cements: X. The precipitation reaction. J.dent.Res., 49(1):21-6, Jan./Feb. 1970.
- 68 - ----- & MESLEY, R.J. Dental silicate cements. VI. Infrared studies. J.dent.Res., 47(4):644-52, July/Aug. 1968.
- 69 - ----- ; KENT, B.E.; BATCHELOR, R.F. Dental silicate cements: IV. Phosphoric acid modifiers. J.dent.Res., 47(2):233-43, Mar./Apr. 1968.

- 70 - WILSON, A.D. et alii. Dental silicate cements: XII.
The role of water. J.dent.Res., 49(2):307-14,
Mar./Apr. 1970.

11. APÊNDICE

Tabela VI - Conteúdo de fósforo e fosfato liberados nos meios de imersão e peso médio dos corpos de prova.

REPETIÇÃO	M ₁	M ₂	M ₃	M ₄	M ₅	M ₆	
I	1	2,7008	1,5016	4,0897	4,3613	1,4965	1,2300
	2	2,5068	2,0980	4,0779	4,1271	1,1721	1,3691
	3	2,8224	2,6656	4,1650	4,1944	1,2103	0,9702
	4	2,8579	2,3487	3,5786	4,0077	1,4673	1,3224
	5	2,5074	1,8905	3,5770	4,5770	1,2835	1,1243
II	1	8,2833	4,6055	12,5431	13,3761	4,5898	3,7724
	2	7,6883	6,4346	12,5069	12,6578	3,5948	4,1990
	3	8,6563	8,1754	12,7740	12,8642	3,7120	2,9756
	4	8,7652	7,2035	10,9756	12,2916	4,5002	4,0558
	5	7,6902	5,7982	10,9706	14,0376	3,9365	3,4482
III	1	2.239,7	2.334,9	2.258,4	2.183,6	2.224,6	2.219,1
	2	2.161,4	2.285,1	2.288,1	2.255,3	2.302,8	2.210,4
	3	2.148,2	2.094,5	2.180,7	2.127,5	2.261,7	2.225,1
	4	2.341,5	2.272,3	2.213,1	2.240,3	2.266,7	2.213,2
	5	2.326,7	2.373,1	2.282,9	2.201,8	2.308,5	2.229,8
IV	1	0,3698	0,1972	0,5554	0,6126	0,2045	0,1700
	2	0,3557	0,2816	0,5466	0,5612	0,1561	0,1900
	3	0,4029	0,3903	0,5858	0,6047	0,1641	0,1337
	4	0,3743	0,3170	0,4959	0,5486	0,1985	0,1832
	5	0,3305	0,2443	0,4805	0,6375	0,1705	0,1546

I: Conteúdo de fósforo - mg em 50 ml.

II: Conteúdo de fosfato - mg em 50 ml.

III: Peso médio dos corpos de prova - em mg.

IV: % de fosfato dissolvido dos corpos de prova.

O presente trabalho foi apresentado a Exame de Mestrado no dia ____ de _____ de ____ e considerado _____ com a avaliação _____ tendo sido examinadores:

_____	_____
_____	_____
_____	_____
(Nome)	(Faculdade)