



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



### CONCORDÂNCIA DO ORIENTADOR

Declaro que o (a) aluno (a) **Paola Andreia Soares Fusinato RA 105503** esteve sob minha orientação para a realização do Trabalho de Conclusão de Curso intitulado **Efeito do vidro líquido na rugosidade de resinas compostas após armazenamento em vinho tinto e escovação** no ano de **2013**.

Concordo com a submissão do trabalho apresentado à Comissão de Graduação pelo aluno, com requisito para aprovação na disciplina DS833 – Trabalho de Conclusão de Curso.

Piracicaba, 19 de setembro de 2013.

  
(Nome e Assinatura do Orientador)  
Luis Roberto Marcundes Martins



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



Paola Andreia Soares Fusinato

**“Efeito do vidro líquido na rugosidade de resinas compostas após  
armazenamento em vinho tinto e escovação.”**

PIRACICABA  
2013



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



Paola Andreia Soares Fusinato

**“Efeito do vidro líquido na rugosidade de resinas compostas após  
armazenamento em vinho tinto e escovação.”**

Trabalho de Conclusão do Curso de  
apresentado à Faculdade de Odontologia  
de Piracicaba da Universidade Estadual  
de Campinas como parte dos requisitos  
para conclusão do curso de Graduação  
em Odontologia .

---

**Orientador:** Prof. Dr. Luís Roberto M. Martins

Piracicaba

2013

Av. Limeira, 901 Caixa Postal 52 - Piracicaba - SP CEP 13414-903  
Tel.: (19) 2106-5200 - Fax.: (19) 3421-0144

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR  
MARILENE GIRELLO – CRB8/6159 - BIBLIOTECA DA  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

F986e Fusinato, Paola Andreia Soares, 1990-  
Efeito do vidro líquido na rugosidade de resinas  
compostas após armazenamento em vinho tinto e  
escovação / Paola Andreia Soares Fusinato. --  
Piracicaba, SP: [s.n.], 2013.

Orientador: Luís Roberto Marcondes Martins.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) –  
Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de  
Odontologia de Piracicaba.

1. Escovação dentária. 2. Polimento dentário. I.  
Martins, Luís Roberto Marcondes, 1960- II.  
Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de  
Odontologia de Piracicaba. III. Título.

A Deus por iluminar meu caminho e estar presente em todos os momentos de minha vida.

Aos meus pais Carmen Lúcia Soares de Oliveira e Anselmo Fusinato que sempre acreditaram em meu potencial, me ajudaram e incentivaram na minha formação profissional e pessoal. E sempre serão essenciais na minha vida, pois sem eles isso não seria possível.

A minha irmã Michele Maiara Soares Fusinato pela amizade e carinho em todos os momentos da minha vida.

Ao meu companheiro e sempre presente na minha vida Leonardo Improta pela compreensão, amor e força que me deu todos esse anos.

De forma especial a toda minha família, que de alguma forma esteve presente nessa caminhada.

## **AGRADECIMENTOS**

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, na pessoa do seu Diretor Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior.

Às minhas amigas e companheiras de todos os dias, que são parte dessa conquista Bianca Santana Azevedo, Cristhiane Sueli Quezada Mota, Gabriela Novo Borghi, Isabella Bonato Nascimento, Karina Harumi Komada, Renata Prete.

À turma T-54 com quem convivi todos esses anos.

A Cristiane Rumi Fujiwara Yanikian, que foi fundamental para o trabalho, além de ser uma nova amiga.

À Mônica Martins da Silva Prado e Phamela Araújo, amigas que mesmo com a distância nunca deixaram de me apoiar.

Ao professor Dr. Luís Roberto Marcondes Martins.

## RESUMO

Os selantes de superfície a base de monômeros resinosos de baixo peso molecular foram desenvolvidos com o intuito de preencher possíveis defeitos das resinas compostas restauradoras para manter ou melhorar a sua lisura superficial. Contudo, apesar da relativa eficácia deste produto, ela não é eficiente para manutenção da rugosidade e da estabilidade em longo prazo. Portanto, o objetivo foi de fazer estudos *in vitro* randomizado e controlado de Nanopool® Liquid Glass (NPLG) como um selante de superfície. Trata-se de um produto a base de nanopartículas de sílica em forma líquida ( $\text{SiO}_2$  NPs) amplamente utilizado para impermeabilização e manutenção asséptica de superfícies. O fabricante descreve o produto como atóxico, hidrofóbico, liofóbico e resistente à abrasão. Três tipos de resina composta classificadas quanto a morfologia de partículas inorgânicas foram submetidas a 3 tipos de tratamento de superfície (n=10): somente polimento (controle) e polimento e aplicação direta de NPLG sobre a resina. Os corpos de prova foram submetidos ao armazenamento experimental em vinho tinto e escovação mecânica simulada. Foi mensurado em cada espécime a rugosidade superficial (Ra), a energia livre de superfície ( $\text{erg/cm}^2$ ) e micromorfologia superficial avaliada em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Os testes foram feitos após 24 horas ( $T_0$ ) da confecção das amostras, 15 ( $T_1$ ) e 60 ( $T_2$ ) dias após imersão em vinho tinto e 60 dias após a imersão em vinho somado à escovação mecânica simulada ( $T_3$ ). Os resultados mostraram que o NPLG causou aumento na rugosidade superficial logo após a sua aplicação e reduz significativamente a energia livre de superfície das resinas compostas. Após o envelhecimento artificial o NPLG não foi efetivo na manutenção da rugosidade superficial, mas manteve a energia livre de superfície mais baixa do que as resinas não tratadas.

**Palavras-Chave:** Degradação química. Rugosidade superficial. Escovação dentária. Polimento dentário.

## Abstract

The surface sealants are resin monomers of low molecular weight based materials and have been developed in order to fill any defects of composite resin restorative to maintain or improve their surface smoothness. However, despite the relative effectiveness of this product, it is not efficient to maintain the surface roughness and seal microleakages in long-term. Therefore, the aim was to make a randomized controlled *in vitro* study of Nanopool® Liquid Glass (NPLG) as a surface sealant. It is a product based on silica nanoparticles in liquid form (SiO<sub>2</sub> NPs) widely used for aseptic sealing and maintenance of surfaces. The manufacturer describes the product as nontoxic, hydrophobic, lyophobic and abrasion resistant. Three types of composite morphology classified as inorganic particles were subjected to three kinds of surface treatment (n = 10): just polishing (control) and polishing and direct application of NPLG over the resin. The specimens were stored at experimental red wine and submit to simulated toothbrushing. In each specimen the surface roughness (Ra) and the surface free energy (erg/cm<sup>2</sup>) was measured and surface micromorphology was evaluated by Scanning Electron Microscope (SEM). Tests were performed after 24 hours (T<sub>0</sub>) of the preparation of the samples, 15 (T<sub>1</sub>) and 60 (T<sub>2</sub>) days after staining in red wine and 60 days after immersion into wine and simulated toothbrushing (T<sub>3</sub>). The outcomes showed that the NPLG caused an increase in surface roughness after their application and reduced significantly the surface free energy of the composites. After artificial aging the NPLG was not effective in maintaining the surface roughness, but kept the surface free energy lower than the untreated resins.

**Keywords:** Chemical degradation. Superficial roughness. Toothbrushin. Dental polishing.

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	3
2.1 Armazenamento em solução alcoólica.....	3
2.2 Simulação de desgaste mecânico.....	6
2.3 Armazenamento experimental associado ao desgaste mecânico.....	7
3 PROPOSIÇÃO.....	10
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	11
4.1 Delineamento experimental.....	11
4.2 Obtenção dos corpos de prova em resina composta.....	12
4.3 Tratamento da superfície da resina e divisão dos grupos de estudo.....	14
4.4 Avaliação da rugosidade de superfície.....	15
4.5 Análise da energia livre de superfície.....	16
4.6 Armazenamento experimental.....	17
4.7 Escovação mecânica simulada.....	18
4.8 Avaliação em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	19
5 RESULTADOS.....	21
5.1 Rugosidade média superficial.....	21
5.2 Energia livre total de superfície.....	22
5.3 Micromorfologia superficial.....	24
6 DISCUSSÃO.....	27
7 CONCLUSÃO.....	30
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	31

## 1 INTRODUÇÃO

Desde que os sistemas adesivos foram desenvolvidos, a utilização de resinas compostas na Odontologia se tornou popular devido às suas características mecânicas, estética e baixo custo.(1)O sucesso clínico das restaurações diretas com este material depende de vários fatores e muitos deles estão relacionados à biodegradação do compósito na cavidade oral.(2) A literatura revela que as resinas compostas são muito susceptíveis à dinâmica físico-química do ambiente oral e que a sua composição influencia na resposta aos diversos tipos de substâncias presentes neste ambiente. (3)(4)(5)(6)Soluções que contém álcool, agem preferencialmente na matriz monomérica e substâncias ácidas, como o produto do biofilme bacteriano age na matriz orgânica e também causam danos no componente inorgânico. Além da água que por meio de sorção e solubilidade pode causar lixiviação das partículas de carga. (5)Essa degradação gera perda de microdureza e maior rugosidade na superfície de resinas compostas. (3)(5)

Restaurações com superfícies lisas são importantes para evitar a aderência de biofilme bacteriano e a impregnação de corantes nos materiais restauradores. (8)(9)A rugosidade crítica para acúmulo de biofilme bacteriano está em torno de rugosidade média (Ra) de 0.2  $\mu\text{m}$ . (9)(10)E estudos clínicos também demonstram que rugosidades entre Ra de 0.25 e 0.50 $\mu\text{m}$  podem ser reconhecidas pelos pacientes com a língua, portanto, restaurações de superfície uniforme e lisa são importantes para o conforto pessoal. (9)(11)

E apesar de muitos estudos serem feitos a respeito das resinas compostas de uso odontológico, a rugosidade superficial ainda é uma questão de preocupação para o clínico e na tentativa de manutenção da lisura superficial de restaurações em resina composta, no final dos anos 80 foi sugerido o uso de resinas compostas sem carga para cobertura de restaurações diretas. (12)(13)A partir daí foram desenvolvidos os selantes de superfície, que têm certa capacidade de minimizar microfendas nas margens da restauração e preencher defeitos da resina composta promovendo uma superfície mais uniforme.(14)(15) Há algumas evidências de que a aplicação de selantes de superfície pode melhorar a textura,

resistência à abrasão e prevenir alteração de cor dos compósitos. Por outro lado, muitos estudos contestam a eficiência desses produtos em longo prazo, quanto à sua capacidade de selar completamente as margens da restauração e de sua resistência ao desgaste ou abrasão.(16)(17)(18) Isso é explicado pelo fato dos selantes de superfície disponíveis comercialmente serem compostos basicamente de monômeros resinosos de baixo peso molecular, ou seja, apenas matriz orgânica. Por isso, são mais susceptíveis à biodegradação do que a própria resina composta, que possui partículas inorgânicas que conferem certa resistência físico-química. Isso é provado por meio de vários estudos que demonstram que superfícies seladas não foram mais resistentes à alteração de cor, tampouco mais resistentes à abrasão ou biodegradação. (12)(13)(19) Por este motivo, é desejável que um selante de superfície com maior resistência ao desgaste e menos susceptível à degradação química seja desenvolvido, o que sugere ser o produto estudado neste projeto.

O vidro líquido, Nanopool Liquid Glass® (NPLG), trata-se de nanopartículas de sílica ( $\text{SiO}_2$  NPs) em solução, amplamente utilizado para impermeabilização de superfícies em geral, como automóveis, estofados, vidros, ambientes hospitalares e outros. Sua fórmula é protegida por patente conferida à empresa alemã Nanopool®, GmbH Schwalbach, Alemanha, porém, ela divulga as características do produto como: fácil de limpar; protege contra agressões do ambiente, protege contra abrasão, hidrofóbico, liofóbico, atóxico, protege contra corrosão e é antimicrobiano. Por isso, sugerimos que haja aplicabilidade deste composto em Odontologia, que foi comprovada por meio de testes laboratoriais.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Armazenamento em solução alcoólica

Wu & McKinney (1982)(20) testaram os efeitos de soluções químicas na resistência ao desgaste de compósitos dentais. Utilizaram uma resina a base de monômeros de 66,4% BisGMA e 29,5% TEGDMA, 0,9% de peróxido de benzoíla e 0,2%N,N-bis(2-hidroetil)-P-toluidine e uma resina composta de uso comercial (Adaptic/Johnson & Johnson). Corpos-de-prova de 18 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura foram confeccionados e a superfície padronizada por processo de polimento. Cada espécime foi submetido ao armazenamento nas soluções: água destilada, ciclo-hepatano e etanol/água nas concentrações de 100, 75, 50, 25 e 0%. O armazenamento experimental foi de duas semanas para cada solução em estufa a 37°C. Os testes de desgaste e de dureza foram realizados 30 minutos após a remoção das soluções químicas. Os resultados mostraram a alta suscetibilidade do BisGMA em todas as soluções testadas. A solução etanol/água a 75% causou maior degradação e solução a 25% causou menor degradação. Os compósitos dentais a base de BisGMA demonstraram baixa resistência ao desgaste quando imersos em soluções químicas. Nas fases iniciais de teste de desgaste houve menores valores de resistência, pois a camada mais superficial da resina é a mais afetada pela solução testada. Nas soluções de etanol e água, a taxa de desgaste aumentou com a concentração da solução usada para armazenar a resina composta.

Schwartz & Soderholm (2004)(21) avaliaram a dureza e rugosidade superficial de resinas compostas com partículas de carga de diferentes tamanhos quando imersas em água destilada e álcool. Três compósitos experimentais com 53 vol% de partículas foram preparados. O tamanho médio da carga inorgânica foi de 1.5, 3.0, e 10 µm, tratadas com silano. A matriz orgânica foi composta por TEGDMA e UDMA. Os corpos de prova consistiram em discos com 2mm de espessura. Vinte corpos de prova por resina composta foram colocados na máquina de teste de desgaste com 200.000 ciclos. Seis corpos-de-prova de cada material foram suspensos em 27 ml de água com 30 g e 120 g de grãos de arroz. Os corpos-de-prova remanescentes foram suspensos em solução de 25% de etanol/água. Os

espécimes foram mensurados com um perfilômetro para avaliar o desgaste. Para o teste de dureza vinte corpos de prova com 20 mm de diâmetro por 2mm de espessura foram preparados para cada material. Doze corpos-de-prova de cada resina foram divididos em dois grupos de seis corpos-de-prova. Um grupo foi armazenado em água e o outro em solução de 25% de etanol. A dureza inicial foi medida antes da imersão dos corpos de prova, depois foram suspensos nas soluções por 2 semanas, removidos e submetidos a mais um teste de dureza. O resultado do teste do perfilômetro mostrou que as partículas mais finas (1,5 µm de diâmetro) desgastaram menos que as partículas maiores (10 µm de diâmetro). O desgaste foi significativamente maior na solução de 25% de etanol/água. Os valores de dureza foram menores para as resinas armazenadas em solução de etanol/água. A dureza diminuiu à medida que a concentração de álcool foi aumentada. Os autores concluíram que quanto menor o tamanho das partículas maior é a resistência ao desgaste. A diminuição da dureza foi mais acentuada nas resinas com partículas menores, e foi mais pronunciada após a imersão em solução de etanol/água. Os resultados mostraram uma relação inversa entre rugosidade e dureza. Os dados encontrados aceitam a hipótese de que compósitos dentais com partículas pequenas são mais resistentes do que os com partículas maiores, e que a resistência ao desgaste aumenta com a dureza e diminui após o compósito ter exposto a soluções alcoólicas.

Catelan et al.(2010) (22) fizeram um estudo para avaliar o efeito do envelhecimento artificial acelerado sobre a rugosidade superficial e microdureza de compósitos microhíbridos (Vit-I-escence e Opalis) e nanoparticulados (Filtek SupremeXT) submetidos ou não ao selamento superficial. Cem amostras em forma de disco foram feitas para cada resina composta. Após 24 horas, todas as amostras foram polidas e o selante de superfície (Biscover LV) foi aplicado em 50 amostras de cada composto. A rugosidade superficial (Ra) foi determinada por um perfilômetro e a dureza Knoop foi avaliada com um microdurômetro. Dez espécimes de cada grupo foram envelhecidas durante 252 horas em uma câmara de envelhecimento acelerado por luz ultra-violeta (UV) ou imerso por 28 dias em refrigerante a base de cola, suco de laranja, vinho tinto ou água destilada. O envelhecimento artificial causou diminuição dos valores de microdureza para todos os materiais, com

exceção de Vit-I-escence e Supreme XT submetidos ao selamento de superfície. Contudo, o processo de envelhecimento artificial não alterou os valores de rugosidade em nenhum grupo. O armazenamento experimental em água teve menor efeito sobre a microdureza, em comparação com os outros processos de envelhecimento. Os materiais selados apresentaram menor rugosidade e microdureza, quando comparado com os compósitos não selados. Portanto, os métodos de envelhecimento reduziram os valores de microdureza das resinas compostas estudadas, com a exceção de alguns compósitos selados, mas não alteraram a rugosidade da superfície dos materiais. Deste modo, a utilização de selantes de superfície pode ser relevante para manutenção de restaurações em resina composta.

Sideridou e Karabela (2011) (5) estudaram a sorção e perda de água, etanol e soluções de 50% e 70% de água/etanol de resinas compostas baseadas em BisGMA, BisEMA, UDMA, TEGDMA ou D<sub>3</sub>MA. Três resinas compostas experimentais foram criadas e com elas confeccionados discos de 15mm de diâmetro por 1,5mm de espessura. Esses corpos de prova foram secos por 24 horas imersos em cada solução por 30 dias, e em intervalos pré-determinados eram removidos das soluções, secos levemente para retirar o excesso de solução e pesados para medir a sorção de líquido. Depois, foi feito o processo inverso, em que foram secos por 30 dias onde em intervalos pré-determinados eram medidos para determinar a perda de massa. Cálculos de perda de massa foram feitos para determinar a solubilidade e coeficiente de difusão do compósito pelas soluções. O etanol foi o que mais solubilizou as resinas e dos monômeros o Bis-GMA foi o mais susceptível. Quanto ao coeficiente de difusão, a água foi o que resultou em maiores valores, e o Bis-GMA mais uma vez foi o mais susceptível. O TEGDMA foi o que menos solubilizou em etanol. Portanto, quanto a solubilidade o etanol é o mais prejudicial, mas a água tem maior potencial de difusão.

Correr et al. (2012)(2) avaliaram armazenamento experimental em diferentes soluções para simular os seus efeitos em longo prazo na degradação de resinas compostas. Foram estudadas as resinas: Filtek Z250, Esthet X, Filtek Flow, Dyract AP e Vitremer. Sessenta discos de cada material foi confeccionado e após 24 horas

foi polido. Os corpos de prova então foram distribuídos em cinco grupos (n=12) de acordo com a solução ao qual foram imersas: água, etanol, ácido cítrico, Coca-cola® e ácido láctico. Medidas de rugosidade média foram tomadas antes do armazenamento e depois de 1 semana, 1 mês, 3 meses e 6 meses de imersão nas soluções experimentais. Os resultados mostraram que não houve aumento de rugosidade para Filtek Z250, Filtek Flow e Vitremer independente do tempo de exposição ou tipo de solução ao qual foram expostos. Aumento significativo de rugosidade foi visto no grupo de Esthet X com 1 mês de imersão em Coca-cola® e 3 meses em ácido cítrico. Dyract AP teve valores de rugosidade aumentados em 6 meses de armazenamento em água. Não houve diferenças nos níveis de degradação entre resina composta e compômeros, porém, o ionômero de vidro modificado por resina apresentou rugosidade superior a outros materiais resinosos. A conclusão dos autores é que o armazenamento em diferentes soluções causam aumento na rugosidade de materiais resinosos e este tipo de degradação é material-solução- e tempo-dependente.

## 2.2 Desgaste mecânico

Lee et al.(2005)(23) fizeram estudo da perda de brilho e de rugosidade superficial após simulação de desgaste em resinas compostas. Foram realizados 400.000 ciclos de desgaste sobre seis resinas compostas: Estelite, Esthet-X, FiltekSupreme, Heliomolar, Renamel e Tetric-Ceram). Foram confeccionados 24 corpos-de-prova para cada resina composta com 8 mm de diâmetro e 3 mm de espessura. O brilho de cada corpo-de-prova foi mensurado a cada 100.000 ciclos por meio de um medidor de brilho. A rugosidade de superfície foi aferida para cada corpo-de-prova antes e após os 400.000 ciclos. O desgaste da superfície foi analisado com um perfilômetro. Os resultados mostraram que a perda de brilho ficou intimamente relacionada com o aumento do número de ciclos e ocorreu uma interação significativa entre o número de ciclos e o tipo de resina composta. A rugosidade de superfície foi influenciada pelo aumento de desgaste da superfície das resinas compostas.

Cilli et al (2009)(18) avaliaram a influência de dois selantes de superfície (BisCover e Single Bond) e três técnicas de aplicação (sem selamento, selamento convencional e selamento por co-polimerização) sobre a rugosidade de dois compósitos (Filtek Z250 e Filtek Z350) após o teste de escovação. Setenta e duas amostras retangulares de 5 mm por 10 mm de extensão e 3 mm de espessura foram confeccionados e distribuídos em 12 grupos (n = 6). Cada amostra foi submetida a três leituras de rugosidade média: no início do estudo, após 100.000 ciclos de escovação (intermediário), e após 200.000 ciclos de escovação (final). A rugosidade foi obtida pela média aritmética da leitura de cada espécime em cada fase experimental. A integridade do selante de superfície foi avaliada qualitativamente por microscópio óptico e classificados em escores (0-3). Os grupos de Filtek Z250 não diferiram estatisticamente entre si no início do estudo. O grupo do Filtek Z350 não selada teve os menores valores iniciais. Todos os grupos não selados apresentaram decréscimo gradual da rugosidade em comparação aos valores basais. Desde o início até a fase intermediária, o grupo de Filtek Z250 que recebeu selamento por co-polimerização apresentou uma redução significativa na rugosidade. Já as resinas que receberam selamento de maneira convencional não apresentaram mudanças significativas de rugosidade. O grupo selado convencionalmente com Single Bond teve aumento significativo da rugosidade na fase intermediária. Na última fase do estudo, os valores de rugosidade obtidos foram classificados da seguinte forma: resinas seladas de maneira convencional < resinas copolimerizadas com Single Bond < resinas co-polimerizadas com BisCover. A conclusão dos autores é de que o selamento de superfície, independente da forma, melhora o desempenho das resinas compostas quanto à abrasão mecânica.

### 2.3 Armazenamento experimental associado ao desgaste mecânico

Lepri & Palma-Dibbi(2012)(24) fizeram um estudo que avaliou a influência de bebidas e escovação sobre a rugosidade superficial (Ra) e alteração de cor ( $\Delta E$ ) sobre resina composta. Para isso, 120 discos de 10 mm de diâmetro por 2 mm de espessura de resina composta (Filtek-Z250) foram preparadas e polidas. A rugosidade e as medidas de cor foram tomadas inicialmente com rugosímetro e espectrofotômetro e depois as amostras foram divididas em quatro grupos: vinho

tinto, refrigerante, aguardente de cana, ou saliva artificial (controle) e três subgrupos (sem escovação, escovação com Colgate ou escovação com Close-Up). As amostras foram imersas nas soluções por 30 dias durante 5 minutos por dia e dois subgrupos passaram por 120 ciclos de escovação após a exposição à solução. As medidas de cor foram tomadas após 15 e 30 dias de exposição ao corante e após repolimento. A rugosidade média foi tomada somente após 30 dias de exposição às soluções. Os valores de  $\Delta E$  foram estatisticamente diferentes após a imersão na bebida ( $p < 0,05$ ). Vinho tinto promoveu a maior alteração, seguido pelo refrigerante, depois da aguardente e finalmente saliva. No 30<sup>o</sup> dia as amostras apresentaram  $\Delta E$  maior do que em 15 dias, e após o repolimento o  $\Delta E$  foi semelhante ao 15<sup>o</sup> dia. Bebidas e escovação influenciaram negativamente a rugosidade média. A conclusão dos autores é de que Ra e  $\Delta E$  podem ser influenciadas por exposição a bebidas e pela escovação mecânica simulada.

Zimmerli et al. (2012)(9) avaliaram o desempenho de selantese polimento convencional de superfícies de resina composta após envelhecimento. Oitenta restaurações de resina composta circulares foram realizadas em molares humanos extraídos. Depois a superfície foi padronizada e passaram por diferentes tratamentos: selamento superficial com Lasting Touch (LT) ou com BisCover LV(BC) ou com G-Coat Plus (GP) ou com um adesivo Heliobond (HB) ou polidas manualmente com polidores de silicone (MP). Os grupos consistiram de 16 corpos de prova ( $n = 16$ ). A rugosidade média (Ra) e parâmetro colorimétrico (CP) foram avaliadas antes do envelhecimento e após serem submetidas a um processo de ciclagem térmica, exposição ao café e escovação mecânica. Após cada etapa de envelhecimento, as medidas de Ra e CP foram repetidas. A análise qualitativa da superfície foi realizada em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os menores valores de Ra foram alcançados com HB, BC e GP, em que os valores foram abaixo de 0,2  $\mu\text{m}$  (limiar clinicamente aceitável), enquanto que os grupos LT e MP obtiveram valores maiores de Ra. O grupo LT mostrou alteração de cor maior após a primeira exposição ao café, mas após escovação os valores colorimétricos se equipararam aos outros grupos. Apesar das diferenças estatisticamente significativas dos valores de Ra e CP após termociclagem e armazenamento em café, após a escovação todos os grupos tiveram valores que não diferiram

estatisticamente. A avaliação em MEV mostrou alterações claras depois envelhecimento em todos os grupos de estudo. Portanto, selantes de superfície e adesivos têm o potencial de reduzir a rugosidade de superfície, mas seu efeito não permanece em longo prazo.

### 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi de fazer testes randomizado e controlado *in vitro* do efeito do NanopoolLiquid Glass® como um selante de superfície sobre resinas compostas. As variáveis independentes foram: composição das resinas compostas, tempo de exposição ao vinho tinto e escovação mecânica simulada. E as variáveis resposta estudadas foram: rugosidade média (Ra) e micromorfologia superficial em Microscopia Eletrônica de Varredura. As hipóteses testadas foram: 1) o NPLG mantém a rugosidade superficial após envelhecimento artificial; 2) o NPLG reduz a energia livre total de superfície das resinas compostas; e 3) o NPLG mantém a micromorfologia superficial das resinas compostas.

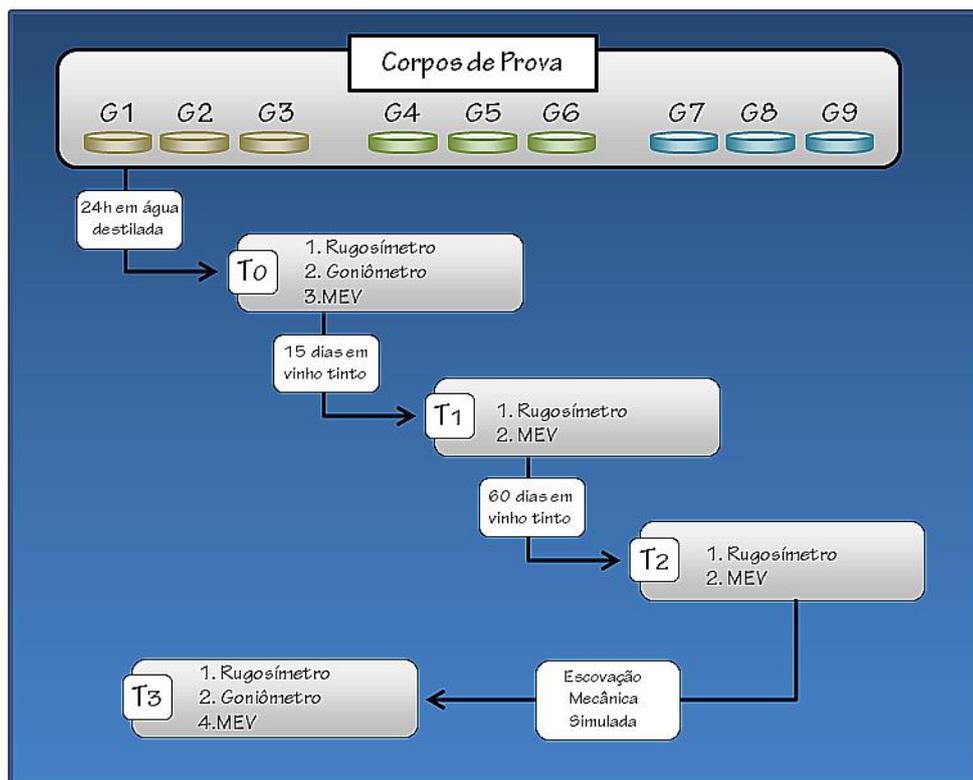
## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Delineamento experimental

Foi realizado um estudo experimental randomizado e controlado em paralelo de medidas repetidas. Três resinas compostas foram utilizadas: uma microhíbrida (Filtek Z250XT, 3M ESPE), uma nanoparticulada (Filtek Z350XT, 3M ESPE) e uma nanohíbrida (IPS EmpressDirect, IvoclarVivadent), de acordo com a classificação dos fabricantes. Todos os compósitos estudados são do matiz A2, e denominados como resina para esmalte, listados na Tabela1. Avaliou-se o efeito do vidro líquido sobre a resina composta logo após a sua aplicação e após 15 dias e 60 dias de armazenamento experimental em vinho tinto e após 60 dias de armazenamento somado a 7.500 ciclos de escovação mecânica simulada (Figura1). As variáveis independentes foram: tratamento com NPLG, composição da resina composta, tempo de exposição ao vinho tinto e escovação mecânica simulada. As variáveis resposta foram rugosidade média (Ra), energia livre total de superfície ( $\text{erg/cm}^{-2}$ ) e micromorfologia superficial em MEV.

<b>Tabela1. Materiais utilizados neste estudo</b>			
<b>Material</b>	<b>Composição química</b>	<b>Nome comercial e fabricante</b>	<b>Lote/Validade</b>
Resina Composta	BisGMA, BisEMA e UDMA, Partículas: sílica/zircônia, Fotoiniciador	Filtek Z250XT / 3M ESPE St Paul, MN, USA	N396501BR Maio/2015 
Resina Composta	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA e TEGDMA Partículas: sílica/zircônia Fotoiniciador	Filtek Z350XT / 3M ESPE St Paul, MN, USA	N402839BR Maio/2015 
Resina Composta	Bis-GMA, UDMA Partículas: vidro de bário, trifluoreto de itérbio, copolímero, óxidos mistos Fotoiniciador	IPS Empress Direct / IvoclarVivadentSchaa n, Liechtenstein.	R67351 Maio/2016 
Vidro líquido	Sílica ( $\text{SiO}_2$ ), solventes	Nanopool Liquid Glass / Nanopool GmbHSchwalbach, Germany	Manipulação laboratorial

BisGMA: Bisfenol A glicidil metacrilato; BisEMA: Bisfenol A etoxilato de dimetacrilato; UDMA: Uretano dimetil dimetacrilato; TEGDMA: Trietilenoglicol dimetacrilato.



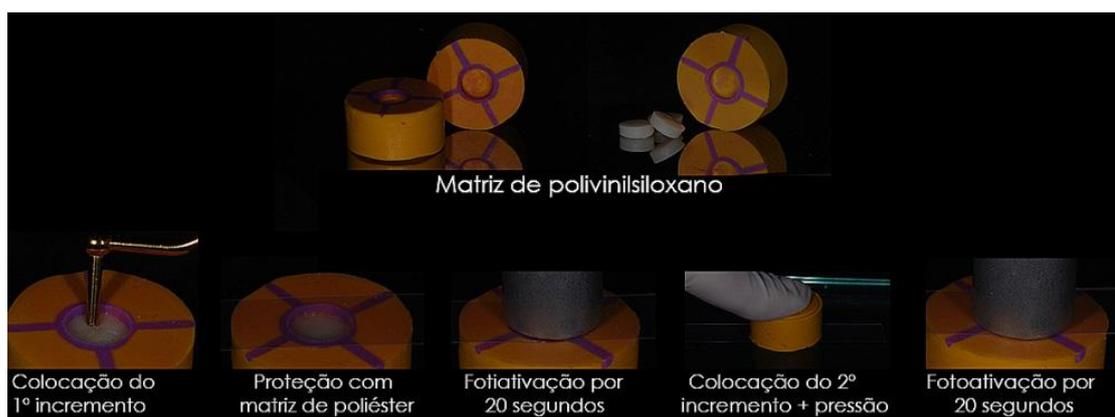
**Figura1.** Esquema representando o plano de trabalho nos diferentes tempos (T), em que: T<sub>0</sub>: tempo inicial, após 24 horas da confecção do corpo de prova; T<sub>1</sub>: após 15 dias de armazenamento experimental em vinho tinto; T<sub>2</sub>: após 60 dias de armazenamento experimental em vinho tinto; e T<sub>3</sub>: após 60 dias de armazenamento experimental em vinho tinto somado a 7.500 ciclos de escovação mecânica simulada.

#### 4.2 Obtenção dos corpos de prova em resina composta

Os corpos de prova foram confeccionados a partir de uma matriz de polivinilsiloxano (Express XT, 3M ESPE) com 7mm de diâmetro por 2mm de espessura. As resinas compostas foram inseridas na matriz em dois incrementos, cada um deles foi fotopolimerizado por luz halógena Optilux 501 (KerrCorp., Orange, CA, EUA) por 20s a uma irradiância de 600mW/cm<sup>2</sup>, com a ponteira do aparelho intimamente em contato com a matriz protegida por uma tira de poliéster (Figura1). A irradiância foi verificada periodicamente por meio de radiômetro acoplado à unidade fotopolimerizadora. A face inferior de cada amostra foi marcada, para que as leituras de cor e rugosidade sejam feitas sempre na face superior(Figura2). Dessa forma foram confeccionados 18 espécimes para cada resina, totalizando 108 corpos de prova.

Logo após a confecção das peças em resina, os mesmos foram armazenados por 24 horas a 37° em água destilada. Em seguida, foram submetidos

ao processo de polimento na politriz horizontal (modelo APL-4; Arotec, SP, Brasil). As faces superior e inferior de cada espécime foi polido por 1 minuto em cada disco de lixa de SiC, seguindo a gradação 800, 1000 e 2000 (CARBIMET PaperDiscs;Buehler, IL, EUA). Para finalizar o polimento, utilizou-se discos de feltro impregnado em pasta diamantada nas seguintes gradações: feltro marrom com pasta de granulação  $3\mu\text{m}$ , feltro verde com pasta de granulação  $\frac{1}{2}\mu\text{m}$ , feltro azul com pasta de granulação  $\frac{1}{4}\mu\text{m}$  e feltro azul sem pasta. Entre cada lixa as amostras passaram por banho ultrassônico com água destilada por 15 minutos. E ao final do processo de polimento, uma lavagem ultrassônica de 30 minutos em água destilada foi realizada, trocando-se a água a cada 10 minutos, para certificação de que qualquer resíduo de pasta diamantada foi removido, ficando a amostra com um aspecto liso e brilhante (Figura3).



**Figura2.** Confecção dos corpos de prova



**Figura3.** Confecção dos corpos de prova

#### 4.3 Tratamento da superfície da resina e divisão dos grupos de estudo

Das amostras confeccionadas, 54 unidades, 18 de cada resina composta, foram separadas para o grupo controle, sem tratamento de superfície. Outras 54 foram imersas em Nanopool® Liquid Glass (NPLG) por 1 minuto, agitadas para remover o excesso do produto por 15 segundos e secas na posição vertical em temperatura ambiente (25°C) por 10 minutos.

Os espécimes foram isolados e identificados por meio de acondicionamento em microtubos tipo eppendorfs (AxygenScientific ;Axygen, CA, EUA). A identificação de cada corpo de prova permitiu a obtenção de parâmetros individuais de comparação. A classificação se deu de acordo com os grupos a seguir (Figura4):

- G1 = resina Filtek Z250XT (3M ESPE) sem tratamento de superfície (controle);
- G2 = resina Filtek Z350XT (3M ESPE) sem tratamento de superfície (controle);
- G3 = resina IPS EmpressDirect (IvoclarVivadent) sem tratamento (controle);
- G4 = resina composta Filtek Z250XT (3M ESPE) tratado com NPLG;
- G5 = resina composta Filtek Z350XT (3M ESPE) tratado com NPLG;
- G6 = resina IPS EmpressDirect (IvoclarVivadent) tratado com NPLG;

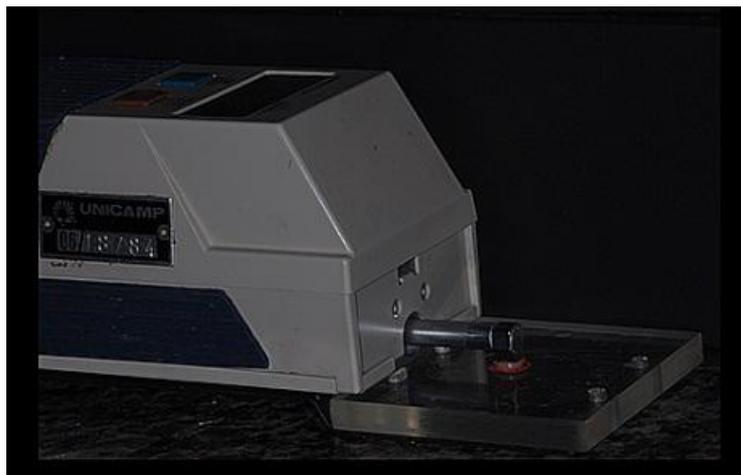
Cada grupo conteve 10 corpos de prova (n=10) e as amostras excedentes de cada grupo foram separados para análise de MEV, duas em cada tempo experimental (T<sub>0</sub> a T<sub>3</sub>). Logo após a separação dos grupos, as amostras foram mantidas nos microtubos por 24h a 37°C em água destilada.



**Figura3.** Divisão dos grupos e identificação das amostras.

#### 4.4 Avaliação da rugosidade de superfície

Três leituras dos perfis reais das superfícies de cada peça foram realizadas, sendo a média aritmética das leituras o seu valor representativo. Para tanto, utilizou-se um Rugosímetro (Surftest211; Mitutoyo, Japão) com ponta diamantada de 2  $\mu\text{m}$  de diâmetro (Figura4) que percorreu uma superfície previamente delimitada (1,25 mm), numa velocidade de 0,5 mm/seg com carga de 0,7 mN. Foi utilizado o parâmetro de Ra (rugosidade média) que traduz o valor da média aritmética de todas as distâncias absolutas do perfil de rugosidade (R) desde a linha central, dentro da extensão média Lm (Limite de medição) que foi de 1,25 mm e cut off de 0,25 mm. As tolerâncias (T) foram de 0,01  $\mu\text{m}$  (T mínima) e 0,5  $\mu\text{m}$  (T máxima). Foi utilizado o parâmetro Ra, devido à facilidade de comparação com resultados de outros estudos que utilizaram esse parâmetro. O teste de rugosidade foi realizado em T<sub>0</sub>, T<sub>1</sub>, T<sub>2</sub> e T<sub>3</sub>.

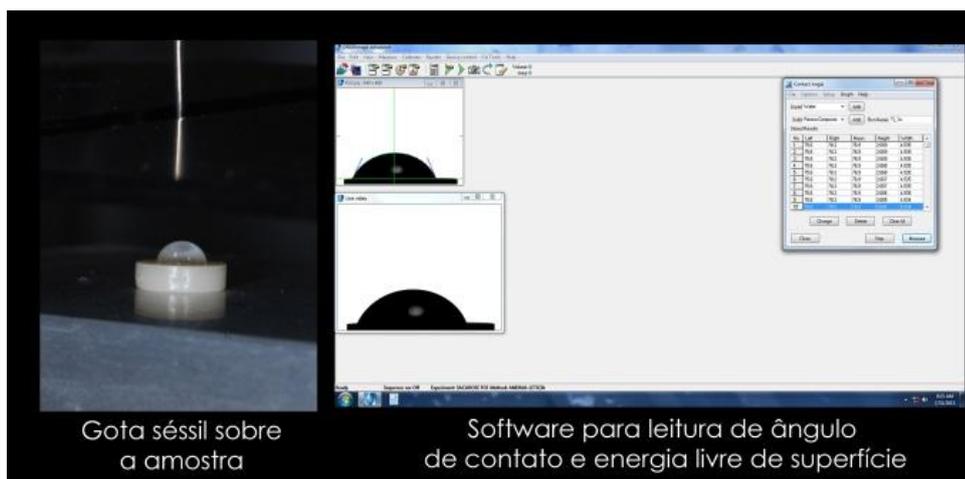


**Figura4.** Leitura no rugosímetro

#### 4.5 Análise da energia livre de superfície

As superfícies a serem submetidas à mensuração de energia livre de superfície ( $\text{erg}/\text{cm}^2$ ) foram descontaminadas por meio de lavagem com sabão neutro e enxágue com água destilada, seguido de banho ultrassônico em solução 1:1 de água destilada e etanol por 10 minutos e secos em temperatura ambiente. O ângulo de contato formado entre a superfície do espécime e uma gota séssil ( $15 \mu\text{L}$ )(Figura 6) de um dos três líquidos utilizados (Bromonaftaleno 96%, Formamida 99,5% e água destilada) foi mensurada com auxílio do goniômetro (Ramé-Hart 500, Ramé-Hart Instrument Co., NJ, EUA). Os líquidos utilizados foram determinados de acordo com sua polaridade para determinar os componentes polar e dispersivo e a energia livre total de cada amostra por meio do software Ramé-hart DROPimage Standard (Ramé-hart Instrument Co., NJ, EUA)(Figura 6).

Os valores de ângulo de contato, componentes polar e dispersivo e energia livre total foram obtidos em  $T_0$  e  $T_3$ , para quantificar o efeito da degradação química e mecânica dos tratamentos de superfície estudados.



**Figura6.** Mensuração de energia livre de superfície

#### 4.6 Armazenamento experimental

Para o armazenamento experimental, o vinho tinto foi a solução de escolha devido ao seu baixo pH e presença de etanol na composição (Tabela3). Os valores do pH do vinho tinto foram determinados usando um pHmetro (Orion Modelo 420, Analyzer Com. e Ind. Ltda., São Paulo, SP, Brasil). Previamente a imersão dos corpos-de-prova o medidor de pH foi imerso no vinho para converter o valor de potencial do eletrodo em unidades de pH. Este procedimento foi repetido diariamente antes da troca da solução. A composição da solução e o valor médio, determinado a partir dos valores diários, de pH estão descritos na Tabela3. As amostras foram imersas em aproximadamente 1,5ml de vinho tinto (Figura7), que foi trocado diariamente durante o período total de armazenamento experimental, obedecendo ao período de validade e consumo após aberto do produto, recomendado pelo fabricante.

**Tabela2. Descrição da solução a ser utilizado neste estudo, de acordo com o fabricante.**

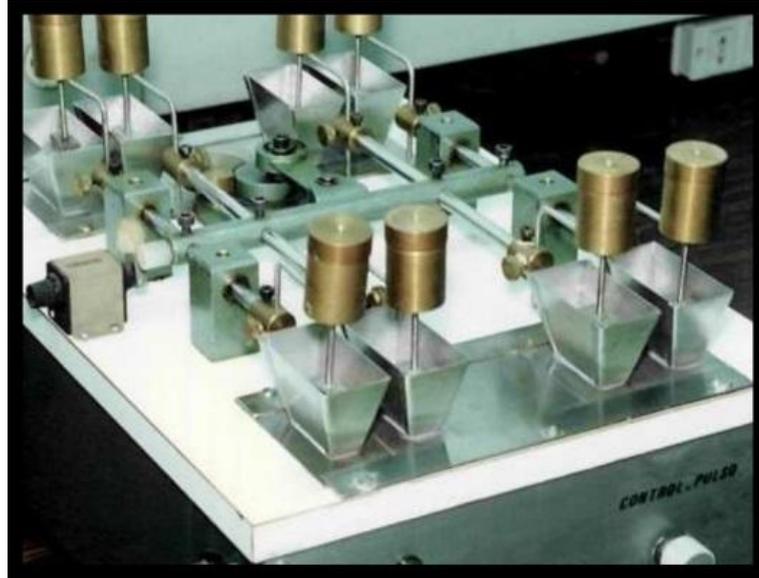
Solução	pH	Composição	Marca comercial/fabricante
Vinho tinto	3,48	água, álcool 14%, ácidos tartárico 5,5 e 8,5g/l., ácidos graxos, glicerina, açúcar, aminoácidos, carboidratos, mono terpenos, aldeídos e ésteres.	Trapiche Syha, Industria Argentina



**Figura7.** Amostra imersa em vinho tinto

#### 4.7 Escovação mecânica simulada

Após a mensuração de rugosidade em  $T_2$ , as amostras foram submetidas à escovação mecânica simulada em máquina de escovação (Equilabor, Piracicaba, SP, Brasil) (Figura 8), representando  $T_3$  como armazenamento experimental em vinho por 60 dias somado à escovação mecânica simulada. Cada amostra foi escovada individualmente utilizando escova dental com cerdas de náilon macias (Colgate Classic, São Paulo, SP, Brasil). Durante o teste, as amostras foram imersas em solução de dentífrico (Colgate Máxima Proteção de Cáries, São Paulo, SP, Brasil) e água destilada na proporção de 1:2 dentífrico/água em peso. 7.500 ciclos de escovação foram realizados com carga axial constante de 200g. Após o teste, os espécimes foram lavados com spray ar/água, por 30 segundos, seguido de lavagem ultrassônica em água destilada por 15 minutos. Após a escovação simulada, os valores de rugosidade e energia livre total foram mensurados novamente conforme descrito nos itens 4.4 e 4.5. As variáveis respostas encontradas nos grupos experimentais foram comparadas às variáveis do grupo controle, para avaliar a resistência à abrasão do NPLG.



**Figura8.** Simulador de escovação.

#### 4.8 Avaliação em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Avaliação qualitativa da integridade das superfícies foi realizada em MEV. Foram analisadas 8 amostras selecionadas aleatoriamente, representativas de cada grupo, sendo duas em cada tempo, totalizando 48 amostras. Esses corpos de prova foram limpos em banho ultrassônico por 30 minutos, trocando-se a água a cada 10 minutos, secos por 24h em estufa a 37°C, montados em stubs metálicos e recobertos com ouro. Esses conjuntos, então, foram avaliados em MEV operando a 15 kV (JSM 5600LV – Jeol Inc., Peabody, MA, EUA) (Figura9), com aumento de 1000 vezes.

Esta análise permitiu avaliar a microestrutura das amostras e criar parâmetros reais de degradação química e mecânica das superfícies a serem estudadas.



**Figura9.** Microscopia eletrônica de varredura

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Rugosidade média superficial

Tabela3. Médias de Ra( $\mu\text{m}$ ) e desvio padrão após meios de envelhecimento								
	T0		T1		T2		T3	
<b>G1</b>	0,09 ( $\pm 0,02$ )	Aa	0,09 ( $\pm 0,02$ )	Aa	0,07 ( $\pm 0,02$ )	Aa	0,12 ( $\pm 0,04$ )	Bb
<b>G2</b>	0,07 ( $\pm 0,01$ )	Aa	0,09 ( $\pm 0,02$ )	Aa	0,08 ( $\pm 0,03$ )	Aa	0,11 ( $\pm 0,03$ )	Bb
<b>G3</b>	0,09 ( $\pm 0,02$ )	Aa	0,10 ( $\pm 0,02$ )	Ba	0,10 ( $\pm 0,02$ )	Ba	0,10 ( $\pm 0,02$ )	Ba
<b>G4</b>	0,11 ( $\pm 0,03$ )	Bb	0,12 ( $\pm 0,03$ )	Bb	0,09 ( $\pm 0,02$ )	Aa	0,11 ( $\pm 0,03$ )	Bb
<b>G5</b>	0,10 ( $\pm 0,03$ )	Bb	0,10 ( $\pm 0,02$ )	Bb	0,09 ( $\pm 0,01$ )	Aa	0,12 ( $\pm 0,02$ )	Bb
<b>G6</b>	0,11 ( $\pm 0,04$ )	Bb	0,1 ( $\pm 0,03$ )	Bb	0,09 ( $\pm 0,01$ )	Aa	0,13 ( $\pm 0,03$ )	Bb

Letras maiúsculas representam as colunas e letras minúsculas representam as linhas.

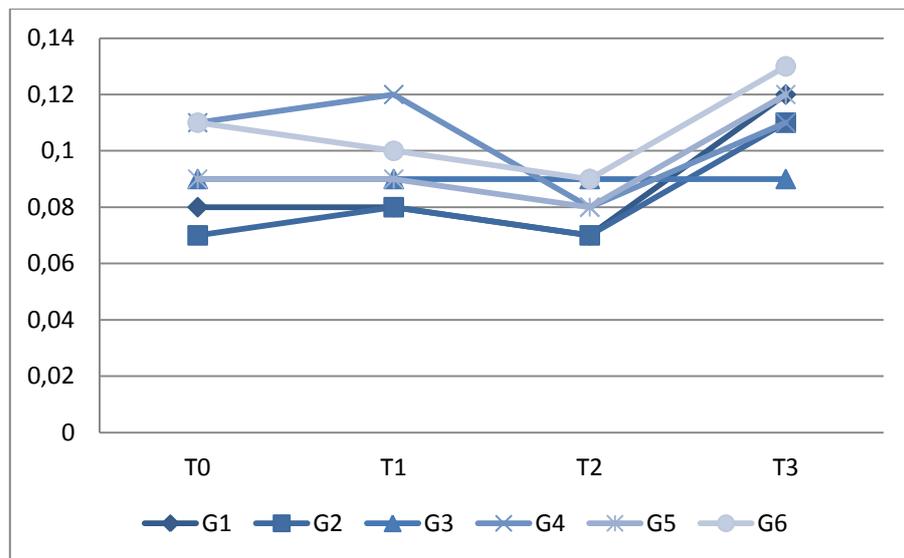


Figura10. Gráfico dos valores de rugosidade nos diferentes tempos

De acordo com as análises estatísticas ANOVA fatorial 2x4 e posterior teste de Tukey, houve diferença entre as superfícies tratadas e não tratadas com Nanopool® Liquid Glass ( $p < 0,05$ ), mostrada pelas letras maiúsculas. As superfícies tratadas tiveram rugosidade inicial aumentada provavelmente pela formação de uma película nanométrica de  $\text{SiO}_2$ .

Quanto ao armazenamento experimental, não houve diferença entre as amostras nos diferentes tempos de exposição ao vinho tinto ( $p>0,05$ ), porém, houve diferença estatisticamente significativa após a escovação mecânica simulada ( $p<0,05$ ) em quase todos os grupos estudados, com exceção da resina IPS Empress Direct sem tratamento de superfície que se manteve com valores de Ra constantes, mesmo após escovação mecânica simulada. Em T<sub>2</sub>, após 60 dias de armazenamento experimental, todos os grupos obtiveram valores de Ra estatisticamente iguais.

Quanto às resinas compostas utilizadas no presente estudo, não houve diferenças entre elas ( $p=0,181$ ), ou seja, a composição da resina composta não interferiu na resposta ao tratamento ou na resposta ao armazenamento experimental e escovação mecânica.

## 5.2 Energia livre total de superfície

**Tabela 4.** Médias de energia livre total ( $\text{mN/cm}^2$ ) e desvio padrão de resinas compostas com e sem NPLG

Tipo de Resina	Tipo de Tratamento			
	Sem NPLG		Com NPLG	
Filtek Z250XT	23,47 ( $\pm 2,2$ )	Aa	19,65 ( $\pm 0,98$ )	Ab
Filtek Z350XT	25,2 ( $\pm 2,57$ )	Aa	19,35 ( $\pm 2,1$ )	Ab
IPS Empress Direct	27,47 ( $\pm 2,07$ )	Aa	19,16 ( $\pm 0,89$ )	Ab

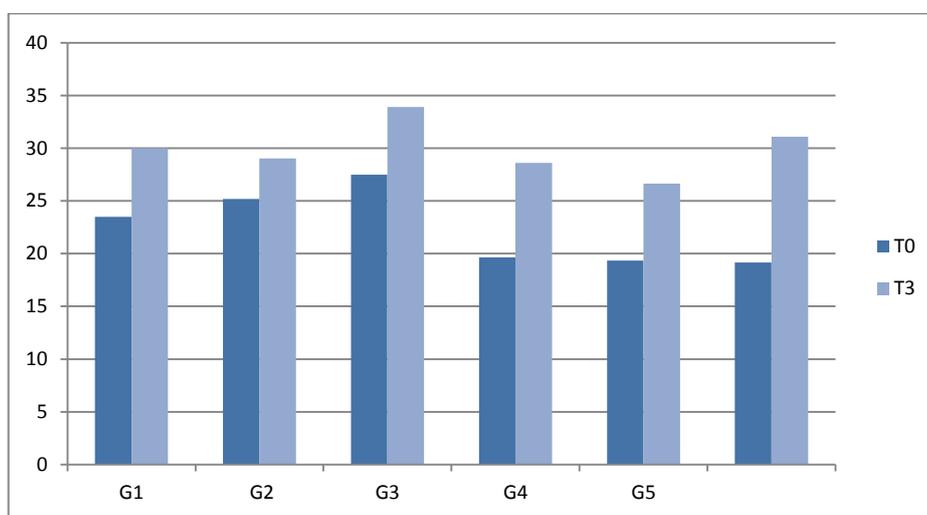
Letras maiúsculas representam colunas e minúsculas representam linhas.

Após análise dos dados por meio dos testes estatísticos ANOVA fatorial 2x3 e teste de Tukey, houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos que receberam NPLG e os grupos controle sem NPLG ( $p=0,048$ ), descrita pelas letras minúsculas que diferem entre si quando se trata do tipo de tratamento. Entretanto, a composição da resina composta não influenciou na resposta ao tratamento ( $p<0,05$ ), descrito pelas letras maiúsculas que não diferem entre si quando se trata do tipo de resina composta utilizada. A interação entre o tratamento e tipo de resina também não foi significativo ( $p>0,05$ ).

**Tabela5.** Médias de energia livre total (mN/cm<sup>2</sup>) e desvio padrão após meios de envelhecimento

	<i>T0</i>		<i>T3</i>	
<b>G1</b>	23,47 (±2,2)	Ba	29,98 (±4,34)	Cb
<b>G2</b>	25,2 (±2,57)	Ba	29,02 (±3,81)	Cb
<b>G3</b>	27,47 (±2,07)	Ba	33,9 (±5,83)	Cb
<b>G4</b>	19,65 (±0,98)	Ac	28,6 (±4,51)	Ba
<b>G5</b>	19,35 (±2,1)	Ac	26,63 (±4,18)	Ba
<b>G6</b>	19,16 (±0,89)	Ac	31,08 (±2,91)	Cb

Letras maiúsculas representam colunas e minúsculas representam linhas.



**Figura10.**Gráfico dos valores de energia livre total nos diferentes tempos

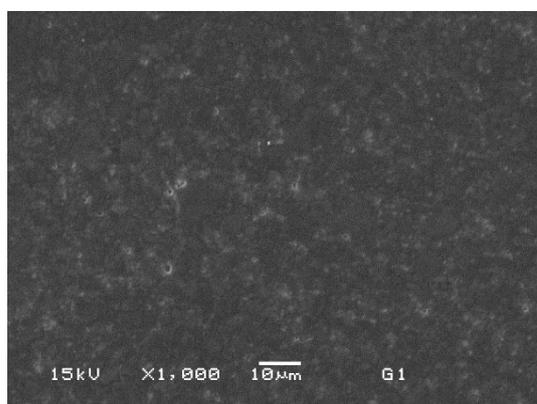
Para verificação do efeito do envelhecimento sobre os grupos tratados e não tratados com NPLG, foi aplicado o teste ANOVA fatorial 2x2 e o teste de Tukey. Os resultados mostraram que o tratamento de superfície reduziu os valores de energia livre de superfície para todos os grupos ( $p < 0,01$ ), descrito pelas letras minúsculas. Os grupos experimentais tiveram aumento proporcional maior do que os grupos controles, porém, após o envelhecimento a energia livre de superfície das resinas com NPLG ficou próxima aos valores iniciais da resina sem tratamento, ou seja, manteve-se mais baixa no grupo de Filtek Z250 XT e Filtek Z350 XT tratada com NPLG do que nas mesmas resinas sem tratamento, o que está descrito pelas letras maiúsculas. O grupo de IPS Empress Direct com e sem aplicação de NPLG obtiveram os valores de energia livre total equivalentes estatisticamente após o armazenamento e escovação.

### 5.3 Micromorfologia superficial

Imagens de MEV mostram os efeitos deletérios do armazenamento experimental em vinho tinto e da escovação mecânica simulada. As imagens foram feitas em  $T_0$  (controle) e em  $T_3$  (experimental).

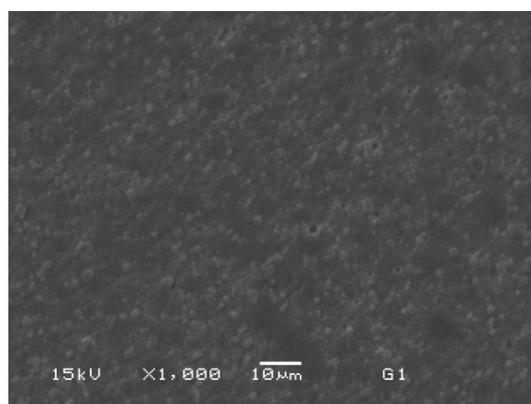
#### Imagens comparativas de MEV

$T_0$

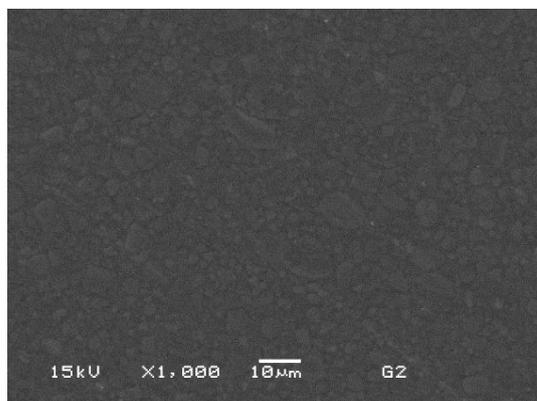


**Figura11.** Imagem de Filtek Z250XT sem NPLG, em MEV com aumento de 1.000x

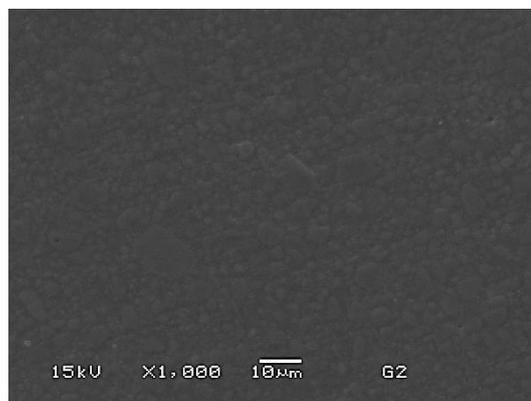
$T_1$



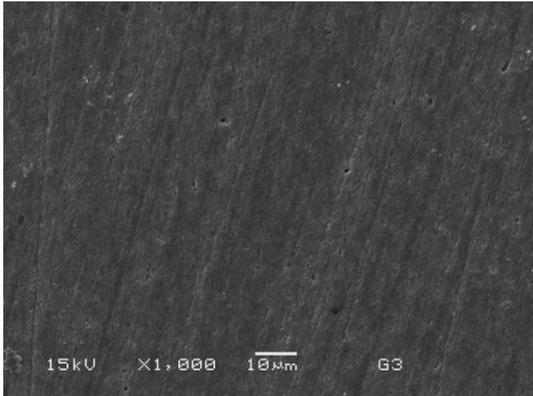
**Figura12.** Imagem de Filtek Z250XT sem NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento



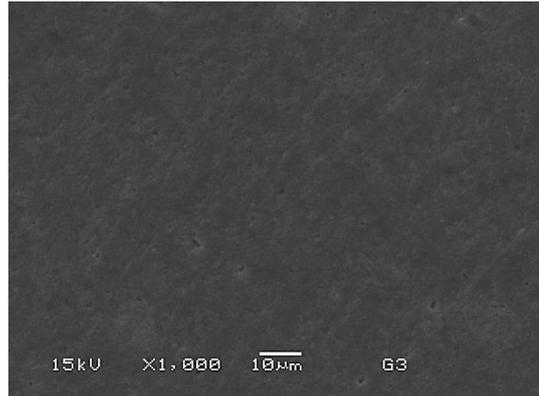
**Figura13.** Imagem de Filtek Z350XT sem NPLG, em MEV com aumento de 1.000x



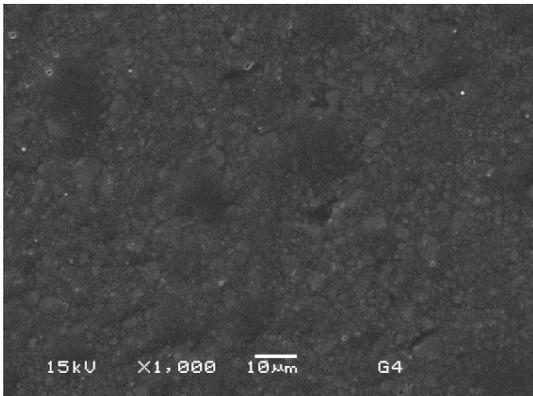
**Figura14.** Imagem de Filtek Z350XT sem NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento



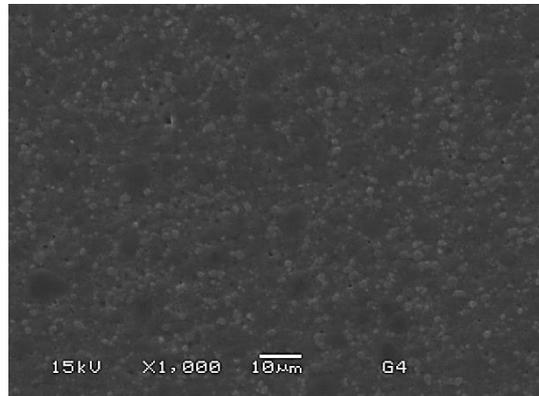
**Figura15.** Imagem de IPS Empress Directsem NPLG, em MEV com aumento de 1.000x



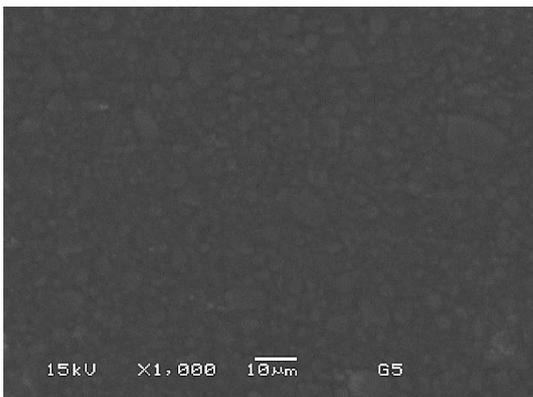
**Figura16.** Imagem de IPS Empress Directsem NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento



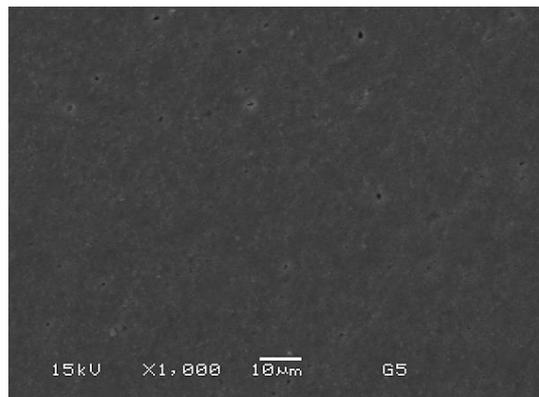
**Figura17.** Imagem de Filtek Z250XT com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x



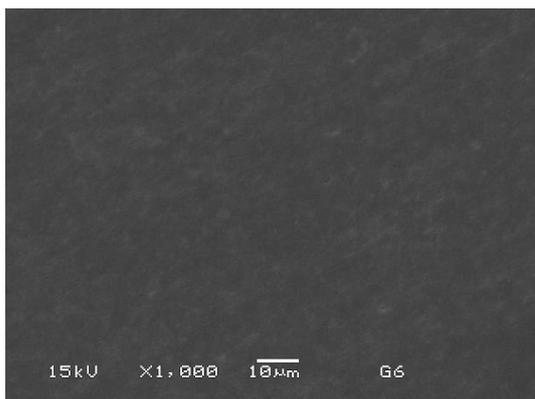
**Figura18.** Imagem de Filtek Z250XT com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento



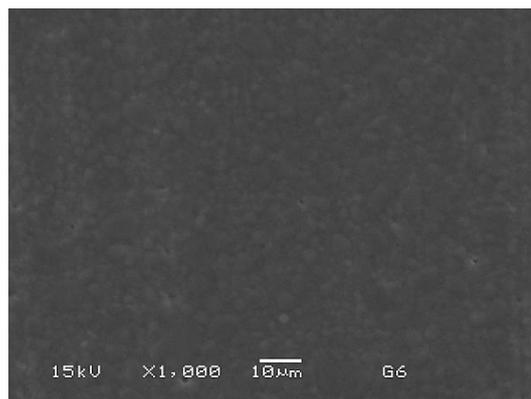
**Figura19.** Imagem de Filtek Z350XT com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x



**Figura20.** Imagem de Filtek Z350XT com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento



**Figura21.** Imagem de IPS Empress Direct com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x



**Figura22.** Imagem de IPS Empress Direct com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento

Comparando-se as imagens nos diferentes tempos, nota-se degradação superficial em todos os grupos, independente do tratamento ou não com NPLG.

## 6 DISCUSSÃO

A manutenção da superfície das resinas compostas ainda é um desafio para os pesquisadores e fabricantes de materiais dentários, pois a porção orgânica desses produtos é muito susceptível à ação das diferentes substâncias, temperaturas e injúrias mecânicas presentes na cavidade oral, provocando perda das características de superfície como o aumento da rugosidade. (3)(4)(6) Estudos mostram que uma superfície de resina composta mais rugosa tem a sua energia livre total aumentada, favorecendo adesão bacteriana e de compostos orgânicos.(25)(26) Portanto, a hipótese testada foi de que a aplicação de uma cobertura inorgânica reduziria a energia livre total dos compósitos e os danos provocados pelas agressões do ambiente oral.

O NPLG criou sobre a resina composta uma camada nanométrica de sílica, conferindo maior hidrofobicidade ao material ( $p < 0,05$ ) e maior rugosidade superficial ( $p < 0,05$ ), quando comparado à resina sem tratamento de superfície. Portanto, a hipótese 1 foi anulada, pois o NPLG além de aumentar a rugosidade logo após a sua aplicação, não a manteve após o envelhecimento artificial. Porém, a hipótese 2 foi aceita, uma vez que o NPLG reduziu significativamente a energia livre de superfície das resinas compostas.

Poucos estudos existem a respeito do efeito da energia total livre de superfície no sucesso clínico das restaurações, porém, algumas evidências provam que a menor energia livre total de superfície reduz a aderência de compostos orgânicos como o biofilme bacteriano e corantes da dieta (27)(25), portanto, a redução da energia livre total de superfície é relevante para a longevidade de uma restauração em resina composta.

Quanto a rugosidade superficial, Bollen et al. mostram que rugosidade média superiores a  $0,2\mu\text{m}$  são críticos para acúmulo bacteriano (10), e o presente estudo mostrou que o NPLG forma uma camada de sílica sobre a superfície da resina, conferindo maior rugosidade. Porém, a cobertura de NPLG não ultrapassou os limites críticos descritos pelo autor e se ela mantiver a superfície do compósito com

baixa energia livre de superfície em longo prazo, seu efeito benéfico pode superar o aumento de rugosidade. Para avaliar os efeitos da aplicação de NPLG em longo prazo, foi feito o envelhecimento artificial dos corpos de prova, por meio de exposição a soluções alcoólicas de baixo pH e abrasão simulada por meio de escovação mecânica.

Soluções alcoólicas agem preferencialmente na matriz orgânica da resina composta (3)(5)(28), o álcool presente no vinho tinto se difunde na resina, e age diretamente na interface partícula matriz orgânica causando redução de algumas propriedades mecânicas como a dureza, resistência ao desgaste e lisura. (29)Portanto, sugerimos que a aplicação de um selante inorgânico seria capaz de inibir a solubilidade da porção orgânica da resina, sendo relevante o estudo da influência de soluções alcoólicas sobre esses compósitos.

Os testes estatísticos mostraram que apesar de haver aumento na rugosidade nos grupos de Filtek Z250 XT e Filtek Z350 XT com NPLG logo após o tratamento de superfície e após 15 dias de armazenamento experimental em vinho tinto, caracterizando a presença da película de sílica, após 60 dias de imersão na solução alcoólica os valores de rugosidade foram iguais para todos os grupos, seja controle ou experimental. Isso demonstra que o NPLG foi efetivo até 15 dias de exposição em vinho, mas após 60 dias não manteve o efeito de proteção da matriz orgânica. Os valores de rugosidade se equipararam estatisticamente em  $T_2$ , pois além da ação do álcool sobre a matriz/partícula, as resinas compostas aqui estudadas possuem combinação do bisfenol A glicol dimetacrilato (bis-GMA) e/ou trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA) e/ou uretano dimetacrilato (UDMA). As moléculas de Bis-GMA possuem grupamentos OH nas moléculas responsáveis pela absorção de água e solubilidade das resinas compostas. A absorção da água por meio da hidroxila produz a plastificação do polímero, gerando redução das propriedades químicas e mecânicas(30)(31), além de reduzir os valores de rugosidade.

O teste de escovação mecânica simulada teve como objetivo estudar a resistência à abrasão do selante experimental. Os materiais dentários em geral são prejudicados com a escovação dentária, contudo, estudos conduzidos por Heintze et

al. demonstraram que as resinas compostas são muito susceptíveis à esse tipo de abrasão, causando prejuízos mecânicos e estéticos (32). E os selantes disponíveis comercialmente são também susceptíveis ao desgaste mecânico, porém, melhoram o desempenho das resinas quando comparado à resina não selada (9)(18). Neste estudo, o selante experimental não preveniu o desgaste mecânico quando avaliado pelo rugosímetro, porém, quando avaliado no goniômetro as resinas que receberam tratamento mostraram valores de energia livre total menores nos grupos de Filtek Z250 XT e Filtek Z350 XT tratados com NPLG. Estes grupos foram o que apresentaram os maiores valores iniciais de rugosidade, e podemos concluir que formaram uma película maior de NPLG, que pode ser comprovado nas imagens de MEV. Possivelmente o IPS Empress Direct apresentou película menor de sílica pois sua composição apresenta menor quantidade de vidro quando comparado às outras duas resinas, de acordo com o fabricante o vidro líquido reage quimicamente com a superfície, o que poderia explicar sua menor reatividade.

A hipótese 3 também foi rejeitada. As imagens de microscopia eletrônica de varredura mostraram que houve degradação mecânica em todos os grupos estudados, porém, nas resinas que foram tratadas com NPLG a superfície se apresenta ligeiramente mais irregular que os grupos não tratados. Pequenas partículas são observadas sobre a superfície, que indicam a presença de nanopartículas de sílica provavelmente decorrente da infiltração de vidro líquido em meio às porosidades inerentes à resina composta. Portanto, apesar da micromorfologia mostrar que o NPLG torna a superfície mais rugosa, o teste de goniômetro demonstra a presença do produto na superfície, reduzindo os valores de energia livre superficial.

Portanto, de acordo com este estudo inicial, o NPLG pode ser aplicado em Odontologia para redução da energia livre de superfície de restaurações em resinas compostas, principalmente em restaurações do tipo classe V, em que há menor abrasão e/ou atrição e requer superfície menos reativa para acúmulo de biofilme bacteriano. Porém, mais estudos devem ser feitos para se criar um produto cuja aplicação seja mais fácil e a longevidade aumentada.

## **7 CONCLUSÃO**

O NPLG causa aumento na rugosidade superficial logo após a sua aplicação e reduz significativamente a energia livre de superfície das resinas compostas.

Após o envelhecimento artificial o NPLG não foi efetivo na manutenção da rugosidade superficial, mas manteve a energia livre de superfície mais baixa do que as resinas não tratadas.

## Referências bibliográficas

1. Ren YF, Feng L, Serban D MH. Effects of common beverage colorants on color stability of dental composite resins the utility of a thermocycling stain challenge model in vitro.pdf. *Journal of Dentistry*. 2012;40s:e48–e56.
2. Correr GM, Bruschi Alonso RC, Baratto-Filho F, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MAC, Puppim-Rontani RM. In vitro long-term degradation of aesthetic restorative materials in food-simulating media. *Acta Odontologica Scandinavica* [Internet]. 2012 Mar [cited 2013 Aug 20];70(2):101–8. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21793637>
3. Yap AUJ, Tan SHL, Wee SSC, Lee CW, Lim ELC ZK. Chemical degradation of composite restoratives. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2001;28:1015–21.
4. Finer Y, Santerre JP. The influence of resin chemistry on a dental composite 's biodegradation. *Journal of Biomedical Materials Research A*. 2004;69(2):233–46.
5. Sideridou ID, Karabela MM. Sorption of water, ethanol or ethanol/water solutions by light-cured dental dimethacrylate resins. *Dental Materials* [Internet]. The Academy of Dental Materials; 2011 Oct [cited 2013 Aug 30];27(10):1003–10. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21783239>
6. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dental Materials* [Internet]. 2006 Mar [cited 2013 Aug 30];22(3):211–22. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/16087225>
7. 8. Yap AU, Low JS OL. Effect of food-simulating liquids on surface characteristics of composite and polyacid-modified composite restoratives. *Operative Dentistry*. 2000;25(3):170–6.
8. De Fúcio SB, Puppim-Rontani RM, de Carvalho FG, Mattos-Graner Rde O, Correr-Sobrinho L G-GF. Analyses of biofilms accumulated on dental restorative materials. *American Journal of Dentistry*. 2009;22(3):131–6.
9. Zimmerli B, Koch T, Flury S. The influence of toothbrushing and coffee staining on different composite surface coatings. *Clinical Oral Investigations*. 2012;16:469–79.
10. Bollen CM, Lambrechts P QM. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature. *Dental Materials*. 1997;13(4):258–69.
11. Jones CS, Billington RW, Pearson GJ. The in vivo perception of roughness of restorations. *British Dental Journal* [Internet]. 2004 Jan 10 [cited 2013 Aug 30];196(1):42–5; discussion 31. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/14966503>

12. Catelan A, Briso ALF, Sundfeld RH, Goiato MC, dos Santos PH. Color stability of sealed composite resin restorative materials after ultraviolet artificial aging and immersion in staining solutions. *The Journal of Prosthetic Dentistry* [Internet]. The Editorial Council of the Journal of Prosthetic Dentistry; 2011 Apr [cited 2013 Aug 30];105(4):236–41. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21458648>
13. Pe LL, Bolla M, Bertrand M, Leforestier E. Effect of Surface Penetrating Sealant on Surface Texture and Microhardness of Composite Resins. *Journal of Biomedical Materials Research A*. 2000;53(6):658–63.
14. Tjan AHL, Tan DE. Microleakage at gingival margins of Class V composite resin restorations rebonded with various low-viscosity resin systems. *Quintessence International*. 1991;22:565–73.
15. Dos Santos PH, Pavan S, Suzuki TYU, Briso ALF, Assunção WG, Sinhoreti MAC, et al. Effect of fluid resins on the surface roughness and topography of resin composite restorations analyzed by atomic force microscope. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* [Internet]. Elsevier Ltd; 2011 Apr [cited 2013 Aug 30];4(3):433–9. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21316631>
16. D'Alpino PH, Pereira JC, Rueggeberg F a, Svizero NR, Miyake K, Pashley DH. Efficacy of composite surface sealers in sealing cavosurface marginal gaps. *Journal of Dentistry* [Internet]. 2006 Mar [cited 2013 Aug 30];34(3):252–9. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/16169655>
17. Henrique P, Pavan S, Consani S, Sobrinho LC, Neudenir J, Filho A. In vitro evaluation of surface roughness of 4 resin composites after the toothbrushing process and methods to recover superficial smoothness. *Quintessence International*. 2007;38(442):247–54.
18. Cilli R, Cecilia M, Mattos R De, Marques H, Rios D, Amarante P, et al. The role of surface sealants in the roughness of composites after a simulated toothbrushing test. *Journal of Dentistry*. 2009;37:970–7.
19. Aguilar FG, Roberti Garcia Lda F, Cruvinel DR, Sousa AB de CPP-SF. Color and opacity of composites protected with surface sealants and submitted to artificial accelerated aging. *European Journal of Dentistry* [Internet]. 2012;6(1):24–33. Available from: <http://www.pubmedcentral.nih.gov/articlerender.fcgi?artid=3252809&tool=pmcentrez&rendertype=abstract>
20. Wu W MJ. Influence of chemicals on wear of dental composites. *Journal of Dental Research*. 1982;62(10):1180–3.
21. Schwartz JI SK. Effects of filler size, water, and alcohol on hardness and laboratory wear of dental composites. *Acta odontologica Scandinavica*. 2004;62(02):102–6.

22. Catelan A, Briso ALF, Sundfeld RH, Dos Santos PH. Effect of artificial aging on the roughness and microhardness of sealed composites. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* [Internet]. 2010 Oct [cited 2013 Sep 5];22(5):324–30. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21029336>
23. Lee Y-K, Lu H, Oguri M, Powers JM. Changes in gloss after simulated generalized wear of composite resins. *The Journal of prosthetic dentistry* [Internet]. 2005 Oct;94(4):370–6. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/16198175>
24. Lepri CP, Palma-Dibb RG. Surface roughness and color change of a composite: Influence of beverages and brushing. *Dental Materials Journal* [Internet]. 2012 [cited 2013 Aug 20];31(4):689–96. Available from: <http://japanlinkcenter.org/DN/JST.JSTAGE/dmj/2012-063?lang=en&from=CrossRef&type=abstract>
25. Rüttermann S, Trellenkamp T, Bergmann N, Raab WH-M, Ritter H, Janda R. A new approach to influence contact angle and surface free energy of resin-based dental restorative materials. *Acta biomaterialia* [Internet]. 2011 Mar [cited 2013 Sep 6];7(3):1160–5. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/20933616>
26. Quirynen M BC. The influence of surface roughness and surface-free energy on supra- and subgingival plaque formation in man. A review of the literature. *Journal of Clinical Periodontology*. 1995;22:1–14.
27. Combe EC, Owen B a, Hodges JS. A protocol for determining the surface free energy of dental materials. *Dental Materials* [Internet]. 2004 Mar [cited 2013 Sep 6];20(3):262–8. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15209231>
28. Bagheri R, Burrow MF, Tyas M. Influence of food-simulating solutions and surface finish on susceptibility to staining of aesthetic restorative materials. *Journal of Dentistry* [Internet]. 2005 May [cited 2013 Aug 30];33(5):389–98. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15833394>
29. Sarrett DC, Coletti DP PA. The effects of alcoholic beverages on composite wear. *Dental Materials*. 2000;16(1):62–7.
30. Soares LE, Cesar IC, Santos CG, De Cardoso AL, Liporoni PC ME, AA M. Influence of coffee on reflectance and chemistry of resin composite protected by surface sealant. *American Journal Of Dentistry*. 2007;20(5):299–304.
31. Moszner N, Fischer UK, Angermann J R. Bis-(acrylamide)s as new cross-linkers for resin-based composite restoratives. *Dental Materials*. 2006;22(12):1157–62.
32. Heintze SD; Forjanic M; Ohmiti K, Rousson V. Surface deterioration of dental materials after simulated toothbrushing in relation to brushing time and load. *Dental Materials* [Internet]. *The Academy of Dental Materials*; 2009;26(4):306–19. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.152>