

UNIVERSIDADE DE UBERABA
FERNANDA LUCIA LAGO DE CAMARGO MODESTO

**ANÁLISE DA SUPERFÍCIE E DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE
CIMENTOS DE IONÔMERO DE VIDRO SUBMETIDOS À AÇÃO DE UM GEL
CLAREADOR À BASE DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO**

UBERABA, MG

2016

FERNANDA LUCIA LAGO DE CAMARGO MODESTO

**ANÁLISE DA SUPERFÍCIE E DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE
CIMENTOS DE IONÔMERO DE VIDRO SUBMETIDOS À AÇÃO DE UM GEL
CLAREADOR À BASE DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO**

Trabalho apresentado ao programa de Mestrado em Odontologia da Universidade de Uberaba - UNIUBE, para a obtenção do Título de Mestre em Odontologia - Área de concentração em Biomateriais.

Orientador: Prof. Dr. Luciano de Souza
Gonçalves

UBERABA-MG

2016

Catálogo elaborado pelo Setor de Referência da Biblioteca Central UNIUBE

M72a Modesto, Fernanda Lúcia Lago de Camargo.
Análise da superfície e das propriedades mecânicas de cimentos de ionômero de vidro submetidos à ação de um gel clareador à base de peróxido de hidrogênio / Fernanda Lúcia Lago de Camargo Modesto. – Uberaba, 2016.
38 f. ; il. color.

Dissertação (mestrado) – Universidade de Uberaba. Programa de Mestrado em Odontologia. Área de Biomateriais, 2016.
Orientador: Prof. Dr. Luciano de Souza Gonçalves.

1. Cimentos ionômeros de vidro. 2. Dentes – Clareamento. 3. Água oxigenada. I. Universidade de Uberaba. Programa de Mestrado em Odontologia. Área de Biomateriais. II. Título.

CDD 617.695

FERNANDA LUCIA LAGO CAMARGO MODESTO

"ANÁLISE DA SUPERFÍCIE E DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CIMENTOS DE IONÔMERO DE VIDRO SUBMETIDOS À AÇÃO DE UM GEL CLAREADOR A BASE DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO".

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia do Programa de Pós-Graduação em em Odontologia - Mestrado da Universidade de Uberaba.

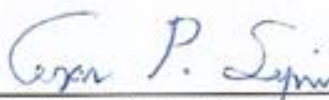
Área de concentração: Biomateriais

Aprovado(a) em: 4/3/2016

BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. Luciano de Souza Gonçalves
Orientador
Universidade de Uberaba



Prof. Dr. Cesar Penazzo Lepri
Universidade de Uberaba



Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca
Universidade Federal de Goiás

DEDICATÓRIA

À Deus, minha família, amigos, colegas de trabalho e orientador pelo apoio, força, incentivo, companheirismo e amizade. Sem eles nada disso seria possível.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao meu mestre Professor Dr. Luciano de Souza Gonçalves, muito obrigada por ter aceitado ser meu orientador, pela conversa franca que teve comigo no início do curso que me encheu de coragem, para continuar, por incansavelmente me fazer pensar e por ter sido realmente PROFESSOR!

Obrigada por ser tão competente e exigente na docência, confesso que fiquei com medo de não conseguir concluir o mestrado. Muito obrigada por ser sempre disponível e disposto a ajudar, por querer que eu aproveitasse cada segundo dentro do mestrado para absorver algum tipo de conhecimento.

Você foi e será referência profissional para meu crescimento. Obrigada por tudo.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus pela vida e pela força de vontade de que tenho em estudar, pela paciência necessária para romper os desafios.

À minha família, pelo carinho, paciência e incentivo.

À Universidade de Uberaba, representada pelo Magnífico Reitor Dr. Marcelo Palmério.

À Pró-Reitoria de Pós-Graduação, Pesquisa e Extensão da Universidade de Uberaba, na pessoa do Pró-Reitor Prof. Dr. André Luís Teixeira Fernandes.

A todos os professores do Programa de Mestrado, Cesar Penazzo Lepri, Maria Angélica Hueb de Menezes; Marcelo Rodrigues Pinto; Geraldo Thedei; Gilberto Antônio Borges; Ruchele Dias Nogueira; Thiago Assunção Valentino; Vinícius Rangel Geraldo Martins.

Aos professores Almir Miranzi e Benito Miranzi; Saturnino Calabrez pelo exemplo e incentivo em ser mestre.

À CAPES, pela concessão do auxílio financeiro sob a forma de taxa de estudo.

Aos colegas de pós-graduação com os quais convivi: Ana Luiza Silvestre Abrahão, Lara Almeida Cyrillo Cerqueira de Oliveira, Guilherme Ortiz Pinto da Cruz, Carlla Martins Guimarães, Ranielle Fernandes Rezende, Michelle Gomides e Maiza Segatto Cury.

Em especial a Carlla e Ranielle pelo companheirismo e amizade, aprendi muito com vocês e levo comigo a certeza de que “Um amigo que conhece suas lágrimas vale muito mais que um monte de amigos que só conhecem seu sorriso”. Autor Desconhecido

À Flávia, secretária do Curso de Pós-Graduação da Universidade de Uberaba, pela dedicação ao trabalho e pontualidade quando precisei.

Ao Marcelo Hermeto, técnico do Laboratório de Ensaio Mecânicos, por estar sempre empenhado nos testes do projeto de pesquisa, pelo interesse e compromisso para com o seu ofício, e pela disponibilidade de horários que me proporcionou, pela convivência e amizade.

Aos membros da banca do exame de qualificação do mestrado. Professores Luís Henrique Borges; Cesar Penazzo Lepri; Vinícius Rangel Geraldo Martins.

Aos Técnicos Nominato Martins Borges e Kellen, pela atenção dispensada a mim e a presente pesquisa.

A Universidade Federal de Goiás (UFG) na pessoa do professor Dr. Rodrigo Borges Fonseca, pela disponibilização do laboratório de biomecânica bem como do aparelho rugosímetro.

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização desta pesquisa.

“Quando falta sorte, tem que sobrar
atitude, o azar morre de medo de
pessoas determinadas.”

Frank Bettger

RESUMO

Cimentos de Ionômero de Vidro (CIV) são utilizados na Odontologia como materiais restauradores temporários, podendo substituir as restaurações definitivas defeituosas durante o clareamento dental (CD). Existem poucas informações sobre a influência dos peróxidos sobre as propriedades dos diferentes tipos de CIVs: Convencionais e modificado por resina. Portanto, o objetivo no estudo foi avaliar o efeito de um agente clareador a base de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) sobre a resistência à tração diametral (RTD – $n=10$), perda de massa (PM – $n=5$), dureza Knoop (DK – $n=10$), rugosidade superficial (Ra – $n=5$) de diferentes CIVs: Ketac Molar Easy Mix (KM), Ketac Cem Easy Mix (KC), Vitro Fil (VF), Vidrion R (VR), Maxxion R (M), Vitro Molar (VM) e modificado por resina, Vitremer (V). Para caracterização dos materiais ($n=3$) foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva por raio-x (EDS). As amostras foram submetidas ao protocolo de técnica de consultório com gel clareador a base de peróxido de hidrogênio 37%, em 3 sessões diárias de 20 min cada, durante 3 dias (24h, 48h e 72h) e comparadas ao controle (sem tratamento). A perda de massa foi avaliada em balança analítica após 7 dias de imersão em água, as outras análises foram realizadas 24h após a manipulação dos CIVs. Cada ensaio foi submetido à análise estatística específica: (RTD) kuskal-Wallis e o post-hoc de Dunn ($\alpha<0,05$); (PM) teste Wilcoxon; (DK) e (Ra) o teste Holm-sidak; com ($\alpha=0,05$). O H_2O_2 apresentou influência negativa sobre a RTD de VF e M. Não houve diferença significativa entre os tratamentos sobre a PM para todos os cimentos testados. No entanto, VF e VM não foram avaliados devido sua desintegração durante a imersão em água destilada. A maior parte dos cimentos mostrou aumento da DK em 24h e 48h com redução após 72h, principalmente nos grupos expostos ao agente clareador. KM apresentou redução dos valores de DK após 24h, esses valores foram estabilizados em 72h e apenas V e KM mostraram diferença entre os tratamentos. A Ra dos cimentos KM, VR, VM e M não foram influenciadas pelo H_2O_2 . No entanto, as análises em MEV e EDS apresentou modificações na superfície e composição dos materiais submetidos ao H_2O_2 . Pode-se concluir que a influência do agente clareador sobre as propriedades dos ionômeros de vidro é dependente da composição do cimento e do número de sessões do tratamento.

Palavras-chave: Cimentos de Ionômeros de Vidro; Clareamento dentário; Peróxido de Hidrogênio.

ABSTRACT

Glass ionomer cements (GIC) are used in dentistry as temporary restorative material may replace the defective definitive restorations during dental bleaching (CD). There is little information on the influence of peroxides on the properties of different types of GICs: Conventional and modified resin. Therefore, the aim in this study was to evaluate the effect of a bleaching agent the basis of hydrogen peroxide (H_2O_2) on the diametrical tensile strength (RTD - $n = 10$), weight loss (PM - $n = 5$), Knoop hardness (DK - $n = 10$), surface roughness (Ra - $n = 5$) different GICs: Ketac Molar Easy Mix (KM), Ketac Cem Easy Mix (KC), Vitro Fil (VF), Vidrion R (VR), Maxxion R (F) Molar Vitro (VM) and resin-modified, Vitremer (V). For characterization of materials ($n = 3$) were analyzed by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy x-ray (EDS). The samples were subjected to surgery technique protocol with bleaching gel to basic hydrogen peroxide 37% in three daily sessions of 20 minutes each for 3 days (24h, 48h and 72h) and compared to the control (no treatment). The mass loss was measured in an analytical balance after 7 days of immersion in water, the other analyzes were performed 24 hours after handling the GICs. Each test was subjected to the specific statistical analysis (RTD) Kruskal-Wallis test and post hoc Dunn ($\alpha < 0.05$); (PM) Wilcoxon; (DK) and (R) the Holm Sidak-test; with ($\alpha = 0.05$). H_2O_2 showed a negative influence on the RTD VF and M. There was no significant difference between treatments on the PM for all sealers tested. However, VM and VF were not evaluated because its disintegration during immersion in distilled water. Most of cements showed an increase in the DK 24h and 48h to 72h after reduction, especially in groups exposed to the bleaching agent. KM decreased the DK values after 24 hours, these values were stabilized in 72 hours and only V and KM showed differences between treatments. The Ra of KM cements, VR, VM and M were not influenced by H_2O_2 . However, the analysis by SEM and EDS showed changes in surface composition and the material subjected to H_2O_2 . It can be concluded that the influence of the bleaching agent on the properties of glass ionomers is dependent on the cement composition and the number of treatment sessions.

Keywords: Glass Ionomer Cements; Dental bleaching; Hydrogen Peroxide.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - EMIC DL 3000, máquina de ensaio universal.	20
Figura 2 - Corpos de prova de perda de massa (A). Balança Analítica digital (B).	21
Figura 3 - Amostras do ensaio de dureza embutidas em resina epóxi (A). Durômetro Shimadzu HMV-2 (B).	22
Figura 4 - Rugosímetro portátil TR210.	22
Figura 5 - Esquema das leituras radiais no centro da amostra.	23
Figura 6 - Mediana dos valores de resistência à tração diametral (MPa).	24
Figura 7 - Imagens de MEV dos CIVs.	29

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Materiais utilizados no estudo.	18
Tabela 2 - Valores de mediana seguida pelo intervalo interquartil da resistência à tração diametral (MPa).	24
Tabela 3 - Medianas seguidas dos intervalos interquartis da perda de massa em porcentagem dos cimentos testados.	25
Tabela 4 - Valores de dureza Knoop (KHN).	26
Tabela 5 - Resultados de Rugosidade de Superfície.	27
Tabela 6 - Distribuição dos elementos químicos da composição dos CIVs em porcentagem relativa em peso (wt%) estabelecida pelo teste de Qui-quadrado.	28

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVOS	17
2.1 Objetivos Gerais	17
2.2 Objetivos Específicos	17
3 MATERIAIS E MÉTODOS	18
3.1 Manipulação dos Materiais	19
3.2 Tratamento com o gel Clareador	19
3.3 Resistência à tração diametral	19
3.4 Perda de massa	20
3.5 Dureza Knoop	21
3.6 Rugosidade Superfície	22
3.7 Caracterização dos Materiais	23
4 RESULTADOS	23
4.1 Resultados de Resistência à Tração Diametral	24
4.2 Resultados de Perda de Massa	24
4.3 Resultados de Dureza Knoop	25
4.4 Resultados de Rugosidade de superfície	26
4.5 Resultados de Espectroscopia de Energia Dispersiva por Raio-x (EDS)	27
4.6 Resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	28
5 DISCUSSÃO	30
6 CONCLUSÃO	35
REFERÊNCIAS	36

1 INTRODUÇÃO

Em 1971 Wilson e Kent introduziram os cimentos de ionômero de vidro (CIV) como materiais restauradores na Odontologia. Esse material é composto por pó e líquido, sendo o líquido constituído por uma combinação do ácido poliacrílico (ácidos tartárico, itacônico e maleico) e o pó composto por vidro de flúor-cálcio-alumínio-silicato (BRESCIANI et al., 2004). O CIV apresenta várias propriedades importantes como: liberação de flúor produzindo um efeito anti-cariogênico, adesão química ao substrato dental, coeficiente de expansão térmica semelhante ao do dente (CARVALHO et al., 2012), sendo biocompatível e com baixa toxicidade BRESCIANI et al., (2004). Entretanto, o CIV é suscetível aos fenômenos de sinérese e embebição, abrasão, friável, apresenta baixa translucidez e alta sensibilidade da técnica (ARITA et al., 2011; KHOROUSHI et al., 2013), apresentando desempenho inferior quando comparado aos compósitos restauradores, principalmente se submetidos a tensões mastigatórias (LIM et al., 2009).

Os CIVs podem ser classificados quanto à sua composição em: cimento de ionômero de vidro convencional (CIVC) e cimento de ionômero de vidro modificado por resina (CIVMR), neste último apresenta em sua composição uma mistura de água/HEMA e até três tipos de presa: física, através da fotoativação, química (ácido-base) e dupla ativação, propiciando maior tempo de trabalho e controle da presa (MOUNT et al., 2002). Entretanto, esses materiais continuam sensíveis à degradação pela absorção de fluidos pela matriz, que é solúvel e perde seus componentes devido à ação da água, (DE PAULA et al., 2014).

A constante busca pela melhora das propriedades desses materiais tem proporcionado melhoras no seu sucesso clínico El-Murr et al., (2011). Materiais de diferentes composições, com a introdução de fibras de celulose têm sido lançados no mercado com o intuito de aumentar a resistência mecânica do CIV (MOUNT, 2002; KOBAYASHI et al., 2000; XIE et al., 2008). Foi observado que a adição de fibras de celulose promove aumento da resistência à abrasão e compressão, aumento da resistência de união ao dente (SILVA et al., 2015), e também eleva o módulo de elasticidade do cimento (HUDA et al., 2008; REDDY et al., 2009).

Um dos objetivos da odontologia restauradora é a preservação dos tecidos dentários sadios assim como a recomposição do tecido perdido buscando, através do emprego de materiais adequados e técnicas bem conduzidas. Dentre esses materiais, os que mais se destacam são os cimentos de ionômero de vidro (CIV), quando inserido na estrutura dentária, tem a capacidade de se ligar quimicamente ao substrato de dentina e esmalte, favorecendo assim uma união adesiva satisfatória protegendo o elemento dental de injúrias, como em casos de tratamentos clareadores, que os peróxidos podem causar danos irreversíveis ao complexo

dentino pulpar de dentes que tenha restauração insatisfatória ou uma lesão não cáriosa como abfração e erosão. (FRANCISCONI, et al.,2009)

O clareamento dental visa melhorar a estética do sorriso através de dentes em tons mais claros (SALOMÃO et al., 2014; BAROUDI et al., 2014). No entanto o uso de agentes clareadores à base de peróxidos pode causar alterações na rugosidade superficial de materiais restauradores, devido às altas concentrações de peróxidos, ou à susceptibilidade desses materiais sofrerem alterações (EL-MURR et al., 2011; MARKOVIC et al., 2014). Estudos prévios mostram que os géis clareadores apresentam efeitos negativos sobre a superfície dos CIVs, como aumento da rugosidade e diminuição da dureza superficial (YU et al., 2010; ZAVANELLI et al., 2011; EL-MURR et al., 2011; YU et al., 2013).

O peróxido de carbamida comumente utilizado se dissocia em amônia, uréia, CO_2 e H_2O_2 , que em contato com a saliva se decompõe em H_2O e O_2 e esses componentes podem alterar a dissolução do CIV (CRIM, 1992; EL-MURR et al., 2011; BAROUDI et al., 2014). Alguns CIVs podem sofrer dissolução depois da aplicação do gel clareador devido à plastificação da superfície do cimento que entra em contato com o peróxido (MAIR e JOINER, 2004), porque a matriz de hidrogel é permeável, permitindo a penetração do agente clareador no interior do material (BAROUDI et al., 2014). Com a dissolução da matriz e o aumento da permeabilidade do material ao agente clareador, é possível que outras propriedades mecânicas das restaurações sejam prejudicadas com o andamento do tratamento clareador.

De acordo com os estudos anteriores o fator tempo tem um papel essencial para contribuir com o grau de dissolução da restauração, juntamente com o tipo do material usado para realizar o clareamento e do tipo de CIV. (BAROUDI, et al. 2014; YU, et al. 2010). Um estudo anterior mostra que existem poucas diferenças na performance de restaurações, entre cimentos de ionômero de vidro e selantes resinosos, tornando necessário o estudo aprofundado das propriedades biomecânicas dos CIV e CIVMR, considerando as limitações dos diferentes tipos de CIV (YENGOPOL et al., 2009).

Atualmente, tem-se realizado muitos estudos para esclarecer quais são as propriedades dos materiais restauradores mais afetadas pelos agentes clareadores (YU et al., 2013). A importância de se estudar a influência do gel clareador sobre os CIVs se faz presente, pois muitas dessas restaurações, definitivas, ou mesmo provisórias, realizadas para adequação do meio bucal durante o clareamento podem ser confeccionadas com matérias ionoméricas. (DIANA GABRIELLA et al. 2015), concluíram em um estudo *in situ* que a presença de restaurações bem aderidas ao substrato dental diminui a citotoxicidade do protocolo de tratamento clareador, tornando a técnica de branqueamento menos agressiva. Destacando assim a importância de uma restauração provisória com materiais com boas propriedades adesivas,

como os CIVs, bem como corretas técnicas restauradoras que antecedem o tratamento clareador.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

- ✓ Avaliar o efeito de um agente clareador utilizado na técnica de consultório sobre as propriedades mecânicas e da superfície de CIVs convencionais e modificados por resina.

2.2 Objetivos Específico

- ✓ Avaliar o efeito de um gel clareador à base de peróxido de hidrogênio utilizado na técnica de consultório sobre resistência à tração diametral, dureza Knoop, Perda de massa de CIVC e CIVMR.
- ✓ Avaliar o efeito de um gel clareador a base de peróxido de hidrogênio utilizado na técnica de consultório sobre a rugosidade superficial e a caracterização através de EDS e MEV de CIVC e CIVMR.

3 MATERIAL E MÉTODOS

Os materiais utilizados no estudo são demonstrados na TABELA 1.

TABELA 1.

Material / Lote	Tipo	Composição	Fabricante	Relação P/L
Ketac EasyMix (KM) 56908	Molar CIVC	Pó: Fluorsilicato de vidro AL-Ca-La. Líquido: ácido de copolímero, acrílico e ácido maléico.	3M ESPE St. Paul, MN EUA	1/1
Ketac Cem Easy Mix (KC) 56908	CIVC	Pó: vidro de flúor silicato de cácio, alumínio e lantânio, eudragite, ácido tartárico, ácido láctico, copolímero de ácido acrílico e ácido maleico, ácido benzoico e pigmentos. Líquido: água, ácido tartárico e ácido benzoico	3M ESPE St. Paul, MN EUA	1/2 gotas
Vitro Fil (VF) 14111774	CIVC	Pó: Silicato de flúor estrôncio e alumínio, ácido poliacrílico e óxido de ferro. Líquido: ácido poliacrílico, Glicerina, aerosil 200, azul de metileno CI52015 e água Deionizada.	NOVA DFL Rio de Janeiro, RJ, Brasil	1/1
Vitro (VM) 15030424	Molar CIVC	Pó: Silicato de flúor Bário e alumínio, ácido poliacrílico desidratado e óxido de ferro. Líquido: ácido poliacrílico, ácido tartárico e água destilada.	NOVA DFL Rio de Janeiro, RJ, Brasil	1/1
Vidrion R (VR) 0321114	CIVC	Pó: Fluorsilicato de Ca-AL-Ba, ácido poliacrílico, pigmentos Líquido: ácido tartárico, água destilada.	S.S. Swhite Rio de Janeiro, RJ, Brasil	1/1
Maxxion R (M) 031214	CIVC	Pó: vidro de aluminofluorsilicato, ácido policarboxílico, ácido tartárico, fluoreto de cálcio Líquido: água	FGM Joinville, SC, Brasil	1/1
Vitremer (V) 544223	CIVMR	Pó: vidro fluor alumino silicato; sistema redox Líquido: solução aquosa de um ácido polyalkenoic modificados, HEMA (15-20)	3M ESPE	1/1
Gel clareador	-	Peróxido de Hidrogênio 37%	Drogaria Xavier, Uberaba, MG, Brasil	

1 Manipulação dos Materiais

Os materiais foram dispensados sobre a placa de vidro na proporção pó/líquido recomendada pelo fabricante de acordo com cada material, mostrado na tabela 1. Para o CIVC o pó foi aglutinado ao líquido durante 60 s, em seguida a matriz de ácido inoxidável foi preenchida em incremento único com o auxílio de uma seringa Centrix. Sobre o material foi posicionada uma tira de poliéster e sobre esta uma lâmina de vidro com uma pressão de 0,5 kgF durante 1 min para extravasamento do excesso de cimento. Após 15 min da manipulação os corpos-de-prova foram removidos da matriz e armazenados em frascos eppendorf a 37°C por 24h, em 100% de umidade relativa. O CIVMR foi manipulado como descrito para os demais materiais e após o preenchimento da matriz e posicionamento das tiras de poliéster e da lâmina de vidro o material foi fotoativado com uma fonte LED (Radii-cal, SDI. Victoria, Austrália) por 20 s na superfície de topo. Transcorridos 15 min da manipulação os corpos-de-prova foram removidos das matrizes e armazenados nas mesmas condições descritas para o CIVC.

3.2 Tratamento com o gel clareador

O tratamento clareador foi realizado com gel manipulado de peróxido de hidrogênio 37% (pH=6,5). A exposição ao gel foi realizada por 20 minutos em três sessões, por 3 dias consecutivos. Para os testes de perda de massa, resistência à tração diametral e rugosidade superficial os corpos de prova foram imersos no gel clareador dentro do eppendorf, já para o teste de dureza knoop, o gel foi aplicado na superfície do material devido a essas amostras necessitarem ser incluídas em resina epóxi. A cada sessão de 20 minutos as amostras foram lavadas com água, e secas com papel absorvente. Após a sessão final (terceiro dia) as amostras foram armazenadas a 37° em umidade relativa do ar em 100%, até o momento de cada teste.

3.3 Resistência à Tração Diametral

Os corpos-de-prova com (n=10) de cada grupo com 4 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, foram submetidas à imersão no gel clareador. As dez amostras restantes de todos os grupos permaneceram armazenadas em 100% de umidade relativa a 37°C durante o período tratamento clareador. Os ensaios foram realizados em uma máquina de ensaios universal (EMIC DL 3000, São José dos Pinhas, PR, Brasil) (Figura 1) com velocidade de constante de 0,5 mm/min. Os valores obtidos no ensaio foram aplicados à uma regra matemática para determinação da RTD onde: $RTD = 2L/\pi d h$, onde L é a carga à ruptura (kgf), $\pi = 3,14$, D é o diâmetro das amostras (cm) e h é a altura das amostras (cm). Valores DTS (kgf/cm²) foram convertidos em Mpa como se segue: $RTD (Mpa) = DRTD (kgf/cm^2) \times 0,09807$. Medianas foram analisadas pelo teste de Kruskal-Wallis e o teste post-hoc de Dunn ($\alpha < 0,05$).



Figura 1. EMIC DL 3000, São José dos Pinhás, PR,

3.4 Perda de massa

Os corpos de prova com (n=05) de cada grupo com 4 mm de diâmetro e 1 mm de espessura (Figura 2A), foram submetidas à imersão no gel clareador. As dez amostras restantes de todos os grupos permaneceram armazenadas em 100% de umidade relativa a 37°C durante o período tratamento clareador. Primeiramente foi utilizado um agente clareador 37% em 10 amostras de cada material. As amostras foram pesadas em balança analítica digital (Figura 1B) até se obter um peso constante médio entre elas. Posteriormente as amostras foram imersas em água destilada por um período de 7 dias a uma temperatura de 37°C. Então foram retiradas da água, secas em papel absorvente e pesadas para se analisar o valor absorvido. Após esse processo as amostras foram colocadas em um dessecador à 37°C até obter novamente a massa constante.

Os resultados foram calculados de acordo com a perda de massa em comparação com a massa inicial (m). Para obter o resultado sobre perda de massa, os valores obtidos foram inseridos na fórmula $\text{Ganho de Massa} = (m_2 - m_3) / m_2$: massa após absorção de água, em m3: peso após a ressecagem da amostra). Segundo as especificações da ISO9917-2:2010, o valor alcançado deve ser menor que $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$. Para calcular perda de massa foi utilizada a fórmula $\text{Perda de Massa} = (M_1 - M_3) / M_1$: massa da amostra após secagem inicial, M3: massa da amostra após absorção a e água e nova secagem. Medianas foram comparadas pelo teste de Wilcoxon para amostras pareadas ($\alpha < 0,05$).

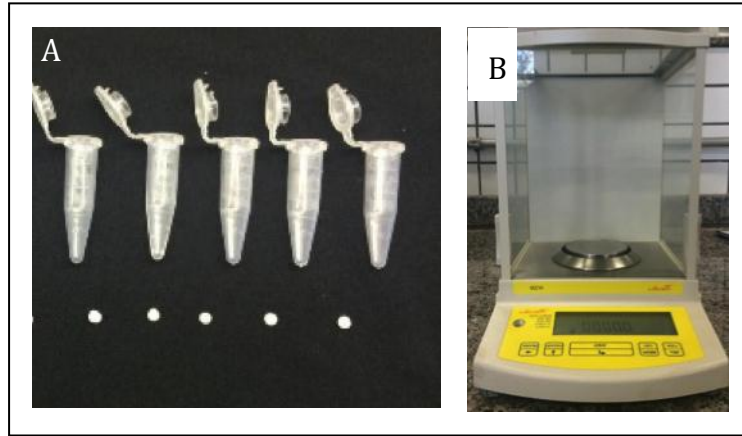


Figura 2. Corpos de prova de perda de massa (A). Balança Analítica digital (B)

3.5 Dureza Knoop

Foram confeccionados corpos-de-prova com as mesmas dimensões daqueles que foram utilizados no ensaio de resistência à tração diametral. Após a confecção das amostras, estas foram incluídas em tubos de PVC utilizando-se resina epóxi. As amostras incluídas foram armazenadas por 24 horas em estufa a 37°C até a polimerização completa da resina. Em seguida, as amostras foram polidas com lixas de carbetto de silício de granulação 600 e 1.200 montadas em politriz, refrigeradas por água (Figura 3A). Após o polimento os corpos-de-prova foram submetidos ao tratamento clareador, nos tempos de 24, 48 e 72 horas; sendo que os controles permaneceram armazenados em estufa a 37°C durante o tratamento clareador dos grupos experimentais. O teste de dureza foi conduzido em um durômetro (Shimatzu HVM-2, Tóquio, Japão – Figura 3B) utilizando um penetrador Knoop, e uma carga de 50g, com um tempo de permanência de 15 segundos. Foram realizadas 5 leituras para cada amostra, e a média KNH foi calculada para cada amostra (n=10).

Os Valores de rugosidade superficial foram submetidos à Análise de variância de um fator para medidas repetidas e o teste Holm-Sidak ($\alpha < 0,05$). Para cada cimento separadamente. As diferenças entre os tratamentos em cada tempo foram analisadas pelo teste *t* para amostras independentes ($\alpha < 0,05$).

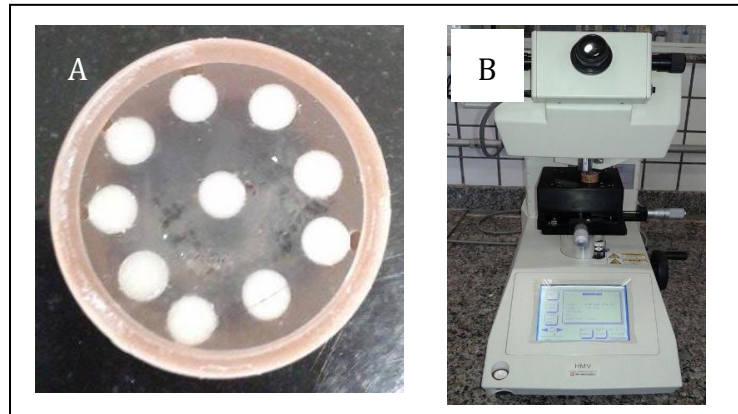


Figura 3. Amostras do ensaio de dureza embutidas em resina epóxi (A). Durômetro Shimadzu HMV-2 (B).

3.6 Rugosidade superficial

Amostras cilíndricas ($n=05$) com 4 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram submetidas ao teste para rugosidade aritmética (R_a) da superfície. Para os testes foi utilizado (Rugosímetro portátil, TR210 Roughness Tester TIME Group Inc. – Figura 4.) equipado com instrumento de diamante (agulha com ponta $0,5 \mu\text{m}$) com precisão de $0,01 \mu\text{m}$. Foram realizadas 3 leituras radiais no centro da amostra e os valores médios de rugosidade de superfície (R_a , μm) foram obtidos. Os corpos de prova foram submetidos ao tratamento clareador e conforme descrito anteriormente ao fim de cada sessão as leituras de rugosidade foram repetidas, girando a amostra em 45° . Os dados foram comparados de forma a avaliar o efeito das sucessivas sessões.

Os Valores de rugosidade superficial foram submetidos à Análise de variância de um fator para medidas repetidas e o teste Holm-Sidak ($\alpha < 0,05$). Para cada cimento separadamente.

As diferenças entre os tratamentos em cada tempo, foram analisadas pelo teste t para amostras independentes ($\alpha < 0,05$).



Figura 4. Rugosímetro portátil TR210.

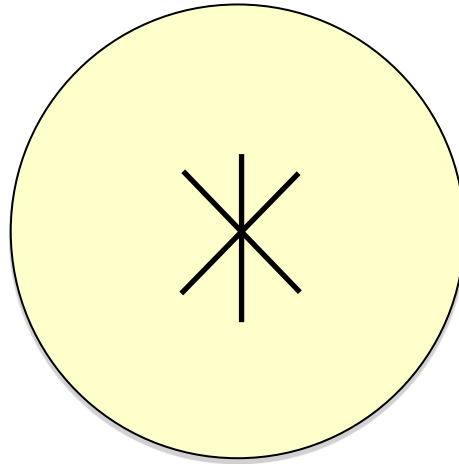


Figura 5. Esquema das leituras radiais no centro da amostra.

3.7 Caracterização dos materiais

Para a caracterização dos materiais os corpos de prova utilizados no teste de rugosidade, superficial permaneceram armazenados em eppendorf com sílica para a desidratação das amostras, em seguida foram montados em *stubs* de acrílico com fita de carbono dupla face, cobertos com carbono e levados ao MEV (JSM5600LV; JEOL Inc, Peabody, MA, EUA) para a realização da espectroscopia de energia dispersiva por raio-X. (EDS). Após o EDS, os mesmos corpos-de-prova foram cobertos com ouro e a morfologia de superfície observada com detector de elétrons secundários no MEV.

4 RESULTADOS

4.1 Resultados de Resistência à Tração Diametral

A Figura 5 mostra a mediana dos valores de resistência à tração diametral (MPa) para os grupos testados. Os cimentos VFE e ME (E - experimental que foram submetidos ao tratamento clareador), obtiveram valores significativamente inferiores aos demais grupos com exceção à (KME) que apresentou valores intermediários. Na comparação entre os tratamentos dentro de cada cimento, apenas o (VFE e ME) foram influenciados negativamente pelo tratamento clareador apresentando redução significativa da resistência à tração diametral. A comparação entre os tratamentos dentro do fator cimentos está representada na Tabela 2.

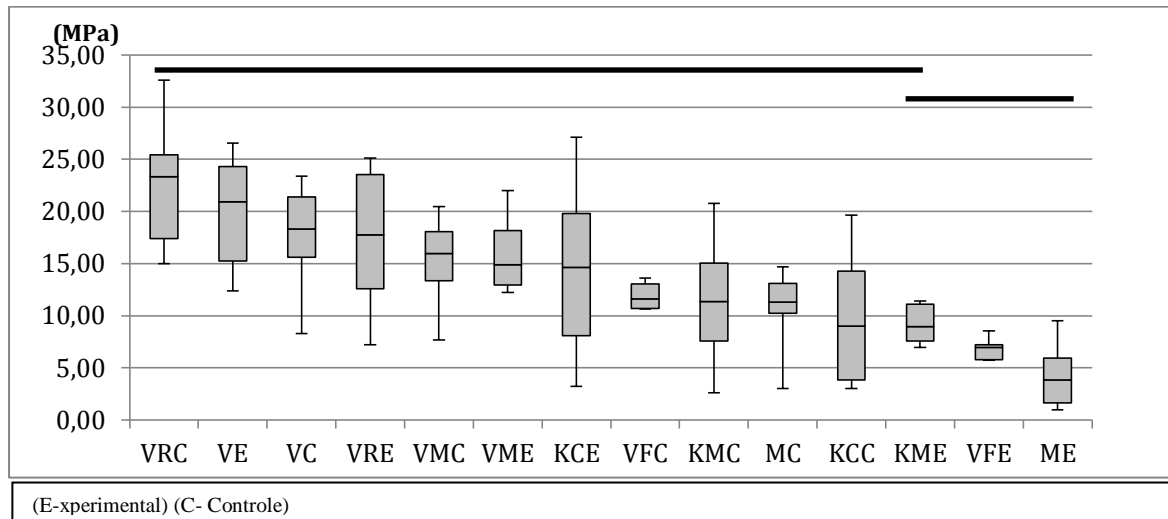


Figura 6. Medianas analisadas pelo teste de Kruskal-Wallis e o teste *post-hoc* de Dunn ($P < 0,05$). Grupos posicionados sob a mesma linha horizontal não apresentam diferença estatística significativa.

TABELA 2. Valores de mediana seguida pelo intervalo interquartil da resistência à tração diametral (MPa).

Cimento	Controle (C)	Experimental (E)	Valor de P
VR	23,34 (17,4-25,4)a	17,75 (12,6-23,5)a	0,2324
V	18,30 (15,6-21,4)a	20,93 (15,2-24,3)a	0,4922
VM	15,96 (13,4-18,1)a	14,91 (12,9-18,2)a	0,5566
KC	8,98 (3,8-14,3)a	14,62 (8,1-19,8)a	0,1602
KM	11,37 (7,6-15,1)a	8,94 (7,6-11,1)a	0,8457
VF	11,62 (10,7-13,1)a	6,94 (5,8-7,2)b	0,0078
M	11,31 (10,3-13,1)a	3,83 (1,6-6,0)b	0,0234

Comparação entre os tratamentos dentro de cada cimento realizada pelo teste Mann-Witney para amostras independentes ($P < 0,05$). Letras diferentes na mesma linha indicam diferença estatística significativa.

4.2 Resultados de perda de Massa

Não houve diferença significativa na perda de massa quando comparados os grupos com e sem realização do tratamento clareador para todos os cimentos testados. Entretanto, os cimentos (VF e VM) não tiveram sua perda de massa avaliada devido a desintegração da amostra durante a imersão em água destilada, impossibilitando assim a obtenção de resultados. Os resultados de perda de massa para os grupos testados estão expressos na (Tabela 3).

TABELA 3. Medianas seguidas dos intervalos interquartis da perda de massa em porcentagem dos cimentos testados.

Grupos	Não tratado (C)	Tratado (E)	Valor de P
VR	1,61 (1,4-2,3)	1,98 (1,9-2,9)	0,3125
V	0,49 (0,0-0,8)	0,3 (0,2-0,6)	0,8750
KC	2,29 (1,4-2,3)	1,95 (1,7-2,3)	0,6250
KM	1,54 (1,2-2,6)	1,5 (0,8-4,1)	0,8125
M	10,1 (9,2-12,1)	12,0 (11,0-12,1)	0,3125

Medianas comparadas pelo teste de Wilcoxon para amostras pareadas ($P < 0,05$). Não foram encontradas diferenças estatísticas significativas para o tratamento clareador.

4.3 Resultados de Dureza Knoop

De modo geral, os cimentos apresentaram um aumento da dureza nos períodos de 48h e 72h com redução desses valores em 72h. Esse comportamento foi mais claro nos grupos expostos ao agente clareador. (KM) apresentou redução dos valores de dureza Knoop após 24h e esses valores se estabilizaram até 72h. O cimento (V) não exposto ao agente clareador não mostrou variação nos valores de dureza Knoop, enquanto o grupo exposto ao peróxido de hidrogênio apresentou variação seguindo o padrão de comportamento da maioria dos materiais testados. Na comparação entre os tratamentos, apenas (V e KM) apresentaram diferença entre as amostras tratadas com o agente clareador. Os resultados do ensaio de dureza Knoop são mostrados na (Tabela 4).

TABELA 4. Valores de dureza Knoop (KHN)

Cimento	Tratamento	Tempo			
		24h(sem gel)	24h	48h	72h
VR	Controle	49,8 (5,4) BCa	53,4 (5,2) ABa	57,8 (3,3) Aa	49,8 (5,2) BCa
	Experimental	53,1 (4,8) ABa	56,0 (5,2) ABa	58,1 (6,6) Aa	50,7 (6,1) Ba
V	Controle	96,8 (11,0) Aa	97,6 (12,3) Ab	91,2 (10,0) Aa	106,2 (10,7) Aa
	Experimental	100,6 (9,8) Ba	119,5 (20,1) Aa	100,9 (19,8) Ba	113,1 (12,1) ABa
VM	Controle	51,1 (5,2) Ca	57,1 (7,0) BCa	60,2 (5,9) Aa	60,5 (9,4) Aba
	Experimental	51,0 (5,6) Ba	58,1 (5,9) ABa	63,7 (9,5) Aa	53,3 (8,6) Ba
KC	Controle	74,1 (8,8) Ba	83,2 (10,6) ABa	77,2 (8,8) ABa	86,7 (8,3) Aa
	Experimental	80,7 (11,1) Aa	87,3 (5,9) Aa	80,7 (7,6) Aa	82,9 (5,5) Aa
KM	Controle	143,5 (25,6) Aa	86,6 (17,2) Bb	80,8 (11,2) Bb	77,1 (11,1) Bb
	Experimental	148,9 (23,9) Aa	120,9 (16,6) Ba	119,9 (26,5) Ba	114,1 (10,9) Ba
VF	Controle	49,5 (5,8) Ba	60,0 (7,2) Aa	51,8 (6,3) Ba	42,0 (4,5) Ca
	Experimental	48,0 (2,7) Ba	60,0 (7,7) Aa	44,8 (6,1) Ba	37,2 (6,5) Ca
M	Controle	41,7 (7,5) Aa	40,2 (2,2) Aa	40,1 (4,5) Aa	40,5 (4,5) Aa
	Experimental	48,9 (6,2) Aa	41,1 (9,4) ABa	39,1 (4,8) Ba	38,2 (4,7) Ba

Os Valores de dureza Knoop para dentro de cada tratamento mostradas pelas letras maiúsculas foram submetidos à Análise de variância de um fator para medidas repetidas e o teste Holm-Sidak ($P < 0,05$) para cada cimento separadamente. As diferenças entre os tratamentos em cada tempo, mostradas pelas letras minúsculas foram analisadas pelo teste t para amostras independentes ($P < 0,05$).

4.4 Resultados de Rugosidade

Os cimentos de ionômero de vidro (KC e VR) apresentaram um aumento da rugosidade superficial nos períodos de 24h e 48h, com aumento desses valores em 72h. Observa-se na (Tabela 5) que nos cimentos KM, VR, VM e M, não houve diferença significativa nos grupos com e sem tratamento, com exceção do V que apresentou uma diminuição da rugosidade, seguindo o padrão de comportamento da maioria dos materiais testados. Não foi possível a avaliação da rugosidade no (VF), devido à desintegração da amostra durante a imersão em água destilada, impossibilitando assim a obtenção de resultados.

TABELA 5. Resultados de Rugosidade de Superfície

Cimento	Tempo			
	Sem clareamento	Clareado		
	24h	24h	48h	72h
VR	0,566 (0,18) A	0,543 (0,10) A	0,875 (0,19) AB	1,088 (0,46) B
V	0,210 (0,10) A	0,242 (0,22) A	0,171(0,17) A	0,099 (0,09) A
VM	0,654 (0,13) A	0,495 (0,22) A	0,529 (0,15) A	0,778 (0,37) A
KC	0,288 (0,16) A	0,358 (0,17) AB	0,576 (0,27) B	0,582 (0,26) B
KM	0,299 (0,07) A	0,403 (0,20) A	0,402 (0,18) A	0,577 (0,34) A
VF	0,505 (0,18)	-	-	-
M	0,495 (0,15) A	0,618 (0,16) A	0,713 (0,25) A	0,914 (0,37) A

Os Valores de rugosidade superficial para dentro de cada tratamento mostradas pelas letras maiúsculas foram submetidos à Análise de variância de um fator para medidas repetidas e o teste Holm-Sidak ($P < 0,05$) para cada cimento separadamente. As diferenças entre os tratamentos em cada tempo foram analisadas pelo teste t para amostras independentes ($P < 0,05$).

4.5 Resultados de Espectroscopia de Energia Dispersiva por Raio-X (EDS)

Os resultados para a análise EDS são mostrados na (TABELA 6). Todos os cimentos submetidos à ação do gel clareador a base de peróxido de hidrogênio a 37% em 72 horas apresentaram uma redução dos componentes carbono (C), oxigênio (O); em relação aos grupos controles. O (CIVMR) (V) possui uma quantidade maior de flúor, em relação aos demais (CIVS) utilizados no presente estudo. No entanto, observa-se uma maior liberação de flúor em todos os tempos de clareamento. O VR, VM; VF; M houve um aumento da liberação de partículas inorgânicas de flúor em 24 horas, nota-se um aumento significativo nos elementos Alumínio (AL) e Silício (SI) em todos os (CIVIS) testados exceto o (V) (CIVMR).

TABELA 6. Distribuição dos elementos químicos da composição dos CIVs em porcentagem relativa em peso (wt%) estabelecida pelo teste de Qui-quadrado.

CIVs	TEMPO	Elementos wt%									
		C	O	F	Na	Al	Si	Ca	Nb	W	Ba-L
VR	Controle	30,70	31,07	7,38	2,38	9,87	5,48	8,19	-	-	4,92
	24	35,65	30,36	7,70	2,47	9,67	6,45	7,70	-	-	-
	48	31,37	33,98	7,75	2,50	10,49	6,68	7,32	-	-	-
	72	29,92	28,75	5,58	1,48	6,49	3,11	5,66	-	-	-
V	Controle	46,46	25,16	8,87	1,43	6,60	11,48	-	26,73	-	-
	24	46,67	16,11	3,27	0,94	2,62	3,66	-	26,73	-	-
	48	47,25	21,07	4,33	0,67	3,96	4,16	-	18,56	-	-
	72	35,04	23,66	4,67	0,85	5,30	8,96	-	21,52	-	-
VM	Controle	35,09	32,49	6,09	2,03	8,86	7,15	8,29	-	-	-
	24	33,59	34,24	6,93	2,18	8,05	6,45	8,56	-	-	-
	48	27,16	28,25	5,83	1,20	7,78	6,18	6,47	17,13	-	-
	72	34,40	29,10	6,33	2,20	9,77	8,34	9,86	-	-	-
KC	Controle	27,64	32,41	10,29	2,66	7,94	9,10	9,97	-	-	-
	24	26,31	34,28	8,89	2,32	9,25	9,71	9,24	22,36	-	-
	48	29,86	32,40	8,73	2,40	9,00	10,65	6,95	18,28	-	-
	72	25,28	30,09	6,01	1,42	5,41	7,73	2,38	19,12	-	-
KM	Controle	29,10	37,32	6,51	1,99	9,44	7,52	8,12	-	-	-
	24	22,12	29,46	5,42	2,07	6,27	4,48	7,31	22,36	-	-
	48	19,95	33,22	6,46	1,37	7,13	7,82	5,78	18,28	-	-
	72	21,07	33,52	8,67	1,63	6,21	8,20	6,47	14,22	-	-
VF	Controle	30,78	27,75	4,35	1,58	5,41	-	1,87	14,32	13,94	-
	24	21,36	26,36	5,39	1,46	6,04	-	1,78	19,78	14,01	-
	48	47,48	19,81	3,14	1,10	3,64	-	-	19,78	-	-
	72	23,48	24,81	7,51	1,23	8,36	-	-	-	34,61	-
M	Controle	26,23	25,94	6,85	3,40	7,64	3,03	3,69	23,21	-	-
	24	33,51	30,92	10,29	4,73	11,13	5,07	4,35	-	-	-
	48	32,33	31,05	9,72	4,59	11,40	5,89	5,01	-	-	-
	72	27,11	29,09	6,12	3,17	7,25	6,73	2,71	17,82	-	-

4.6 Resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As imagens de MEV são mostradas na (Figura 5). Pode-se observar a dissolução crescente da matriz dos cimentos com o aumento do número de sessões de exposição ao H_2O_2 . Com a dissolução da matriz pode ser observada a exposição de partículas de carga na superfície das amostras de todos os cimentos principalmente após 48 e 72 horas (A'' a G'' e A''' a G''' respectivamente). As trincas observadas na superfície dos materiais pode ter ocorrido durante a formação do vácuo para metalização, ou durante a própria confecção da imagem dentro do MEV, não podendo ser diretamente associadas ao tratamento clareador, como visto nas amostras do controle (representadas pelas letras de A a G), que não foram submetidas ao H_2O_2 .

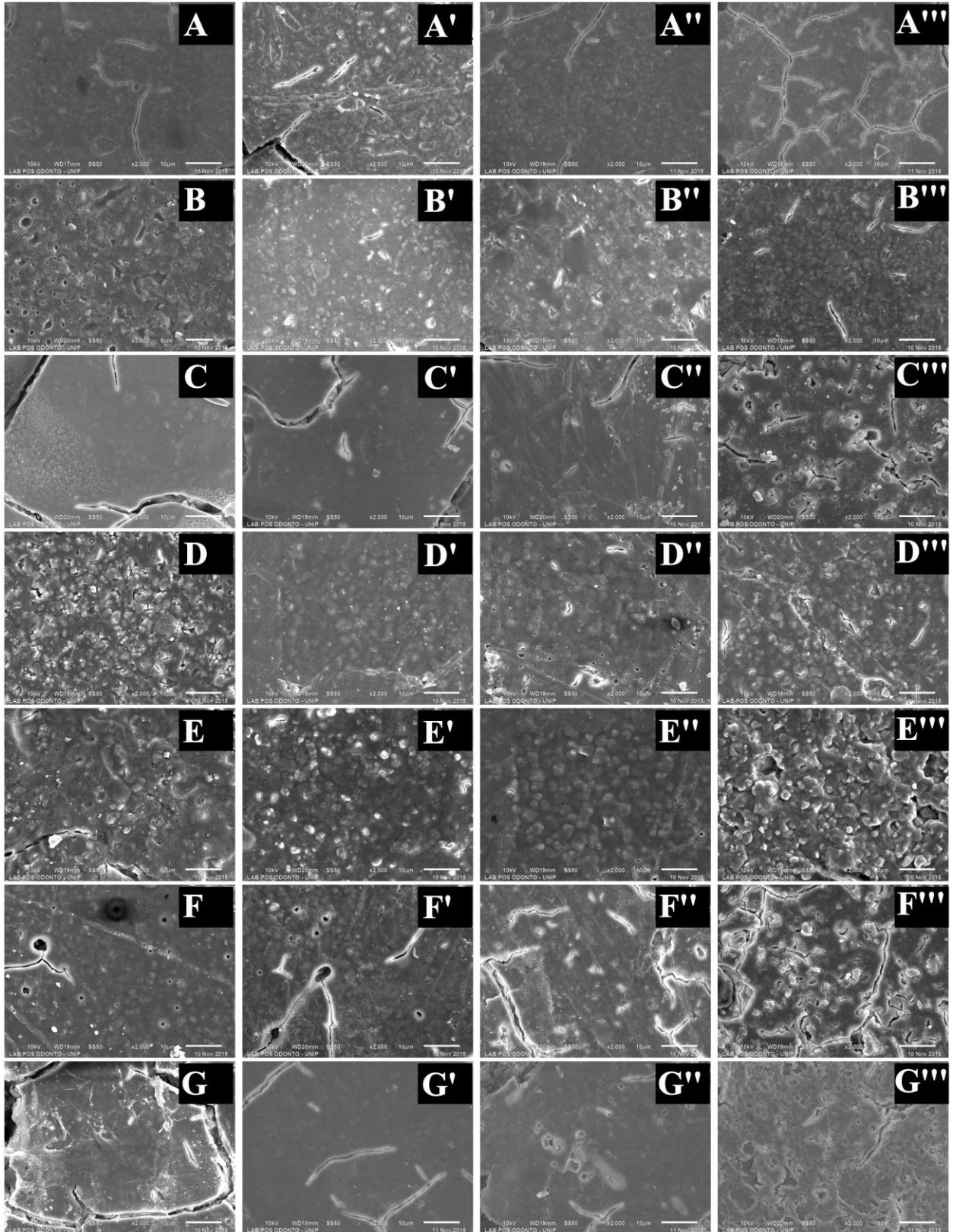


Figura 7. Imagens de MEV dos CIVs: A-KetacCem, B-KetacMolar, C-Maxxion, D-Vitremer, E-VitroFil, F-VitrMolar e G-VidrionR. Na primeira coluna são mostrados os controles (sem exposição ao H₂O₂), seguido dos grupos expostos após 24h da manipulação ('), 48h (') e 72h (').

5 DISCUSSÃO

Géis clareadores podem ter contato com materiais restauradores, como o CIV, quando o paciente apresenta esse tipo de restauração permanente, principalmente em cavidades classe V, ou quando alguma restauração insatisfatória necessita ser substituída antes do tratamento clareador. O contato do peróxido com a superfície dental ou de materiais restauradores, resultará na decomposição de radicais de hidroxila (BODANEZI et al., 2011; BAROUDI et al., 2014), presentes nos peróxidos. O peróxido de carbamida, por exemplo, se dissocia em H_2O_2 , CO_2 , ureia e NH_3 , tendo como resultado final, novamente a formação de água e oxigênio e segundo um estudo prévio, os produtos dessa dissolução podem afetar as propriedades de restaurações de ionômero de vidro (CRIM et al., 1992).

O cimento modificado por resina (V) e os convencionais apresentaram características semelhantes no ensaio de RTD, diferentemente do que foi mostrado em estudos anteriores (LIM et al., 2009; FONSECA et al., 2010; TOPALOGLU-AK et al., 2012; CARVALHO et al., 2012). O monômero hidrófilo HEMA não resultou em melhora dessa propriedade no material modificado frente aos convencionais. Esse comportamento provavelmente ocorreu devido a interações dos produtos da dissociação dos peróxidos citados anteriormente com o radical éster presente no HEMA, pois esse é responsável pela hidrofília do monômero tendendo a se ligar à água. Comportamento semelhante foi demonstrado por CEFALY et al., (2003), em que os materiais modificados por resina testados não se mostraram superiores aos convencionais. Os cimentos tratados com o gel clareador apresentaram valores de RTD significativamente menores quando comparados às amostras não tratadas, deixando clara a influência do agente clareador sobre esses cimentos.

Talvez o tempo de clareamento relativamente curto de 20 minutos em três sessões, por 3 dias consecutivos, empregado no presente estudo não seja suficientemente agressivo para induzir uma diferença significativa de resistência à tração diametral entre os materiais convencionais e o modificado por resina. Nesse caso, o peróxido de hidrogênio 37% utilizado no presente estudo parece não ter penetrado suficientemente no material para ocasionar danos significativos independente da composição (convencional ou modificado por resina). Por isso, é importante ressaltar resultados de estudos prévios de BAROUDI, et al., (2014); YU, et al., (2010), que mostram que o fator tempo tem um papel essencial para contribuir com o grau de dissolução da restauração, outros fatores importantes segundo esses estudos seriam o tipo do material usado para realizar o clareamento e do tipo de CIV.

Os CIVs, (V e KM), apresentaram uma grande variação da Dureza Knoop, com aumento dos valores 24h após a presa do cimento, sendo que o V permaneceu constante após as 48h, e o KM teve sua dureza aumentada em 24h, 48h e 72h. Essa variação pode ser explicada pela dissolução da matriz do ionômero e exposição das partículas de carga, que apresentam dureza maior, como visto na Figura 2. Entretanto, em alguns dos materiais testados essas partículas podem se deslocar com a sequência do tratamento, resultando em diminuição da dureza o que promove aumento no desgaste do material, principalmente em 72h onde pode ser observada a maior quantidade de poros na superfície da maioria dos CIVs (Figuras 2 A'' a 2G''). Esse comportamento foi observado em quase todos os materiais, com exceção do (M), que mostrou uma diminuição constante da dureza. Esse comportamento associado aos baixos valores de DK pode ser interpretado como uma grande suscetibilidade do material à ação do gel clareador. Segundo um estudo prévio, a dissolução dos CIVs depois da aplicação do gel clareador acontece devido à plastificação da superfície da matriz do cimento que entra em contato com o peróxido (MAIR e JOINER, 2004), devido à constituição desses cimentos, que são partículas de carga cercadas pela matriz de hidrogel formada pela ação do ácido poliacrílico. A matriz de hidrogel é permeável, permitindo a penetração do agente clareador no interior dos materiais restauradores (BAROUDI et al., 2014). Uma vez que o CIVC não apresenta resina em sua composição, uma reação ácido-base ocorre após a formação de uma matriz de cálcio e alumínio, em que partículas de carga são circundadas pelo hidrogel de sílica (CARVALHO et al., 2012).

Entretanto, para desintegração dos CIVMR deve ocorrer a clivagem de cadeias de polímeros para formar oligômeros e, em seguida, moléculas menores e mais solúveis, promovendo a desintegração por transporte de íons para o exterior do material (CARVALHO et al., 2012). No presente estudo, a influência do peróxido de hidrogênio 37% sobre a DK dos CIVs foi dependente da composição do cimento e do tempo de aplicação do material, que corrobora com os estudos de (CEHRELI et al., 2003 & BAROUDI et al., 2014). Estudos prévios observaram modificações de algumas propriedades dos CIVs, como diminuição da dureza superficial e aumento da rugosidade de restaurações realizadas com CIV (EL-MURR et al., 2011; ZAVANELLI et al., 2011; YU et al., 2013). Dessa forma, o ensaio de DK pode ser utilizado como uma medida comparativa de alterações de dureza, em função do ganho ou perda de componentes do material FEATHERSTONE et al., (2006), evidenciando que o gel a base de H_2O_2 afeta a superfície do material. Os CIVs, VR, V, M, KC e KM, aumentaram os valores de DK em 72 horas. Acredita-se que a ação do gel clareador de peróxido de hidrogênio a 37% dissolveu os componentes da matriz orgânica composta pela combinação do ácido poliacrílico (tartárico itacônico e maléico), sendo que as leituras de dureza em, 48 h e 72 h, foram realizadas sobre as partículas inorgânicas de vidro de flúor, cálcio,

alumínio e silicato expostos pelo gel clareador. A dissolução da matriz pode ter sido menos crítica do que a ocorrida com (M e VF), impedindo que as partículas de carga se desprendessem completamente.

O (V) Controle não apresentou variação nos valores de dureza Knoop, enquanto o grupo exposto ao peróxido de hidrogênio apresentou variação seguindo o padrão de comportamento da maioria dos materiais testados. O componente resinoso da matriz não favoreceu a manutenção da dureza do cimento. Os valores de DK observados para o (V), modificado por resina, no presente estudo foi condizente com o estudo de DELLA BONA et al., (2007), que pode também ser explicado pela reação de ácido/vidro que ocorre nestes materiais simultaneamente à conversão de monômero, processo para a polimerização contínua e lenta. (KM) apresentou aumento da dureza Knoop; o maior tempo de exposição pode ter removido a matriz expondo as partículas de vidro que apresentam maior dureza. Esse comportamento pode induzir ao desgaste acentuado do material durante a utilização clínica. (V) apresentou o mesmo fenômeno 48 h após a manipulação, entretanto, a polimerização da matriz resinosa parece ter estabilizado o desgaste do material após esse período.

Os CIVs apresentam liberação constante de flúor na cavidade bucal, sendo que os CIV convencionais apresentam maior liberação de fluoretos quando comparado aos CIV modificados por resina. Isso acontece devido ao fato desses materiais serem mais solúveis, apresentarem reação de presa mais lenta e serem mais porosos, em decorrência de partículas maiores, mais irregulares (SANTOS et al., 2009). Além disso, CIVs convencionais podem se desidratar quando expostos ao ar, por serem passíveis de sinérese e embebição entre 4 e 8 minutos após a manipulação NAVARRO et al., (2003); BRITO et al., (2010) sendo que nas fases iniciais da reação de presa esse ganho ou perda de água pode causar danos permanentes à restauração (CEFALY et al., 2003). Em função disso, todos os materiais permaneceram protegidos pela tira de poliéster durante os 15 primeiros minutos da reação de geleificação antes de serem removidos da matriz.

Os cimentos utilizados no presente estudo não apresentaram diferenças significativas nos valores de solubilidade comparando o grupo submetido ao protocolo clareador. Entretanto, dois cimentos convencionais, (VF e VM), não tiveram avaliados sua perda de massa, devido à desintegração quando armazenados em água destilada, revelando sua hidrofília. O fato do protocolo de clareamento não ter aumentado significativamente a perda de massa dos cimentos testados e o fato de (VF e VM) terem se desintegrado durante o período de imersão mostram que na verdade a presença da água é um fator mais crítico para o material que o contato com o peróxido propriamente. Muito provavelmente isso ocorre pelo pouco tempo de exposição durante o tratamento clareador, em média 20 min a cada sessão e, 3 dias consecutivos. O estudo de LEE et al.

(2006), mostra que os regimes de clareamento altamente concentrados induziram degradação superficial, amolecimento e um aumento na liberação de flúor e mudanças no coeficiente de expansão térmica de cimento de ionômero de vidro modificado por poliácidos, quando os agentes clareadores foram aplicados de forma contínua durante 1-5 dias. O protocolo de aplicação do agente clareador, bem como o fator tempo do presente estudo se diferencia do estudo de BAROUDI et al. (2014), que conclui que o clareamento pós-restauração com 38% de peróxido de hidrogênio aumentou as dissoluções de ambos os cimentos de ionômero de vidro (convencional e modificado por resina), onde a aplicação de gel clareador foi realizada em uma semana, um mês e em três meses. Este é um fator importante para avaliar a durabilidade do material, pois uma vez que não resistiram ao ensaio de perda de massa, provavelmente apresentariam falhas importantes durante o tratamento clareador. Entretanto, para verificar a eficiência desses materiais durante o uso em consultório são necessárias avaliações clínicas.

A rugosidade superficial (Ra) é considerada um fator importante para adesão e colonização bacteriana de vários materiais dentários. Valores de (Ra) significativamente maiores que 0,2 μm são capazes de aumentar a adesão bacteriana, maturação da placa dentária e acidez, que atuam em superfície de materiais, aumentando o risco de cárie, de acordo com o estudo de BOLLEN et al. (1997). A rugosidade pode ser relacionada com uma combinação de fatores que incluem as características da matriz, proporção e o tamanho das partículas inorgânicas de vidro, a exposição destas partículas inorgânicas e formação de bolhas de ar durante a manipulação do material. (PACIFICI, Edoardo et. al., 2013). Após a exposição ao gel clareador a base de peróxido de hidrogênio a 37%, houve uma alteração significativa na Rugosidade dos cimentos de ionômero de vidro KC em 24 h e (VR) em 48 h. Provavelmente devido à dissolução da matriz de cimento e lixiviação dos componentes principais de conformação (F, Sr, Al, Ca e Na), deixando as partículas de preenchimento à mostra na superfície (MAIR & JOINER, 2004). Quando comparados os grupos (KM, VR, VM e M), com e sem realização do tratamento clareador para todos os cimentos testados, não houve diferença significativa. Os CIVs (KM e VR) apresentaram rugosidade superficial aceitável em 24h, o que está de acordo com o estudo de SILVA, Cristiane et al., (2006) que conclui que, dentre os CIVs avaliados, Fuji IX, Ketac Molar e Vidrion R apresentaram rugosidade superficial aceitável. Não foi possível avaliar a rugosidade superficial do (CIV) (VF), devido a sua desintegração em água. Entre os CIVs convencionais testados no período de 24 h, o (KC) apresentou valores de (Ra) mais baixo entre todos os CIVs testados neste estudo em 24 h, devido à suas partículas manométricas de 0,005-0,025 m. Além disso, a carga é de aproximadamente 69% (em peso) e adicionalmente com agentes de acoplamento de silano de metacrilato de superfície modificada que pode ser um fator de influência para uma melhor interação entre nano partículas e

matriz YAP et al., (2004). No entanto, o (V) (CIVMR) apresentou uma diminuição da rugosidade, seguindo o padrão de comportamento da maioria dos materiais testados. De acordo com o estudo de DANIELA RIOS et al. (2002), (V) mostrou uma distribuição mais homogênea entre partículas pequenas e grandes e que a rugosidade da superfície do (V) é dependente da viscosidade, bem como das reações de polimerização de monômeros. A diferença na topografia de superfície dos materiais pode ser vista na (Figura 7).

Os resultados do EDS (Tabela 6) mostram que os CIVs analisados apresentam composição semelhante com diferentes concentrações de elementos químicos. Elementos como: C, O, F, Na e Al apresentaram contagens detectáveis em todos os cimentos, (VF) não apresentou contagens detectáveis de Si, o mesmo acontecendo com (V) para o Ca e (VR) para o Nb. Já os elementos W e Ba-L somente foram encontrados nos cimentos (VF e VR) respectivamente. Diversas modificações são observadas nas concentrações desses elementos, o aumento da porcentagem de alguns elementos é resultado da diminuição na porcentagem de outros, uma vez que se trata de um ranqueamento relativo realizado pelo teste de Qui-quadrado do equipamento. Entretanto, a redução de dois elementos chama atenção na maioria dos CIVs, o F e o Si. A primeira pode indicar que a liberação de fluoretos, natural no CIV, pode ser acentuada durante o contato com o gel clareador, o que pode indicar uma diminuição da eficiência desse mecanismo pela redução do fluoreto residual. Os CIVs VR, VM, VF e M apresentaram aumento da liberação de partículas de flúor em 24 horas, justificando o fato de os mesmos cimentos terem aumentado a dureza em 48 e 72 horas após o tratamento clareador, uma vez que esse componente pode ser encontrado na matriz do cimento. Já a diminuição da concentração de sílica pode indicar a liberação de partículas de carga, o que também comprometeria a integridade da superfície do material mostrada pelos resultados de rugosidade (Tabela 5) e nas imagens de MEV da (Figura 7). Com exceção de (M), todos os demais CIVs apresentaram redução das contagens de Si em algum momento da exposição ao gel clareador.

Dessa maneira, quando apenas o material é analisado, os CIVs parecem ser materiais bem indicados para a utilização como restauradores provisórios durante o tratamento clareador, uma vez que o tempo do tratamento clareador é relativamente curto, entretanto, esse material deve ser substituído após o fim do tratamento. Outros fatores como a integridade das margens entre dente e restauração bem como o desgaste promovido pela escovação dentária e a mastigação precisam ser estudados.

6 CONCLUSÃO

Com base nos resultados acima discutidos e dentro das limitações do estudo foi possível concluir que:

- A influência do peróxido de hidrogênio 37% sobre a RTD e DK dos CIVs é dependente da composição do cimento e do tempo de aplicação do material.
- O tratamento clareador não afeta a porcentagem de perda de massa dos CIVs.
- A ação do agente clareador promoveu em 72 horas uma redução dos componentes carbono, oxigênio; e uma redução de flúor em todos os tempos de clareamento.
- O tratamento clareador não alterou a rugosidade dos CIVs KM, VR; VM; M exceto para o KC e VR apresentaram um aumento da rugosidade em 24 e 48 horas.
- As imagens de MEV mostra uma dissolução da matriz orgânica, observada na exposição de partículas de inorgânicas.

REFERÊNCIAS

- ARITA K, YAMAMOTO A, Shinonaga Y, Harada K, Abe Y, Nakagawa K, et al. Hydroxyapatite particle characteristics influence the enhancement of the mechanical and chemical properties of conventional restorative glass ionomer cement. **Dent Mater J.**30(5):672-83.2011.
- BAROUDI, Kusai. et al. Effect of vital bleaching on disintegration tendency of glass ionomer restorations. **Journal of Clinical and Diagnostic Research:** Feb; 8(2):214-217.2014.
- BODANEZI A, et al. Surface Modifications on Aesthetically Restored Teeth following Home Bleaching with 16% Peroxide Carbamide. **European Journal of Dentistry.** Vol.5; (2):157-62;2011.
- BOLLEN et al. Surface roughness of oral hard materials for the threshold surface roughness for plaque retention: A Review of literature. **Dental Material.** 13 (4) 258-269. 1997.
- BRESCIANI, E; et al. Compressive and diametral tensile strength of glass ionomer cements. **Journal of Applied Oral Science.**v.4,p.344-348, Oct-Dec. 2004.
- BRITO CR, et. al. Glass ionomer cement hardness after different materials for surface protection. **Journal of Biomedical Materials Research Part A.** DOI: 10.1002/a.32524.2010.
- CARVALHO, FG; et al. Effect of chemical and mechanical degradation on surface roughness of three glass ionomers and a nanofilled resin composite. **Operative Dentistry.** v.5, p.509- 517, Sep. 2012.
- CEFALY, DFG; et al. Diametral Tensile Strength and Water Sorption of Glass-Ionomer Cements Used in Atraumatic Restorative Treatment. **Journal of Applied Oral Science.** v.11(2), 96-101, Jun. 2003.
- CEHRELI, Z.C.R. et al. Effect of home-use bleaching gels on fluoride releasing restorative materials. **Operative Dentistry.** 28: 605-9.2003.
- CRIM, Gary. Prerestorative bleaching: effect on microleakage of Class V cavities. **Esthetic Dentistry.** Dec;23(12):823-825.1992.
- SILVA, Cristiane et al., Surface roughness of glass ionomer cements indicated for atraumatic restorative treatment (ART). **Brazilian Dental Journal.**17(2):106-9.2006.
- DELLA BONA, Alvaro R.V et al., Influence of Shade and Irradiation Time on the Hardness of Composite Resins. **Brazilian Dental Journal.** 18(3): 231-234.2007.
- DANIELA RIOS et al. Wear and superficial roughness of glass ionomer cements used as sealants, after simulated toothbrushing. **Pesqui. Odontol. Bras.** vol.16 no.4 São Paulo Dec. 2002.

- DE PAULA, et al. Influence of chemical degradation on the surface properties of nano restorative materials. **Operative Dentistry**. V.3, p.109-117, May-Jun 2014.
- EL-MURR, Jessica; RUEL, Denys; et al. Effects of external bleaching on restorative materials: a review. **Journal Canadian Dental Association**. V.77,p59.2011.
- FEATHERSTONE, JDB; et al. Comparison of artificial caries-like lesions by quantitative microradiography and microhardness profiles. **Caries Research**.17 (5):385-91.1083.
- FONSECA, R.B. et al. Influence of powder/liquid ratio on the radio density and diametral tensile strength of glass ionomer cements. **Journal of Applied Oral Science**.v.18(6), 577-84, Dec. 2010.
- DIANA GABRIELLA et al. Responses of Dental Pulp Cells to a Less Invasive Bleaching Technique Applied to Adhesively Restored Teeth. **The Journal of Adhesive Dentistry**. v. 17, No 2, 2015.
- HUDA S, Yang Y. Chemically extracted cornhusk fibers as reinforcement in light-weight poly propylene) composites. **Macromolecular Materials and Engineering**. Mar 12; 293(3):235-4.2008.
- KHOROUSHI et al., A review of glass-ionomers: From conventional glass-ionomer to bioactive glass-ionomer. **Dental Research Journal**. Jul;10(4):411-20. 2013.
- KOBAYASHI, Masahiro et al. Strengthening of glass-ionomer cement by compounding short fibres with CaO-P2O5-SiO2-Al2O3 glass. **Biomaterials**. Oct;21(20):2051-8.2000.
- FRANCISCONI, Luciana et al., Glass Ionome cements and their role in the restoration of non carious cervical lesions. **Journal of Applied Oral Science**. v.17(5):364-9.2009.
- LEE et al., Mineral loss from bovine enamel by a 30% hydrogen peroxide solution. **Journal of Oral Rehabilitation**. v.33; 229–233. 2006.
- LIM, Ho-Nam; KIM, Seong-Hwan; et al. Influence of HEMA content on the mechanical and bonding properties of experimental HEMA-added glass ionomer cements. **Journal of Applied Oral Science** : revista FOB. Jul-Aug; 17(4):340-349.2009.
- MAIR, L; JOINER, A. The measurement of degradation and wear of three glass ionomers following peroxide bleaching. **Journal Dentistry**. v.32: 41-5. 2004.
- MARKOVIC, L; et al. Effects of bleaching agents on surface roughness of filling materials. **Dental Materials Journal**.v.1,p.59-63, Feb 2014.
- MOUNT GJ et al., Resin modified glass-ionomers: Strength, cure depth and translucency. **Australian Dental Journal**. v.47:(4):339-343.2002.

NAVARRO, MFL; ZANATA, RL; FRANCO, EB; et al. Clinical evaluation of three restorative materials applied in a minimal intervention caries treatment approach. **Journal of Public Health Dentistry**. v.63: 221–6. 2003.

PACIFICI, Edoardo et.al. Surface roughness of glass ionomer cements indicated for uncooperative patients according to surface protection treatment. **Annali di Stomatologia, IV** (3-4): 250-258. 2013.

REDDY N, Yang Y. Properties and potential applications of natural cellulose fibers from the bark of cotton stalks. **Bioresource Technology**. Jul;100(14):3563-9.2009.

SALOMÃO, DLF; et al. Acid Demineralization Susceptibility of Dental Enamel Submitted to Different Bleaching Techniques and Fluoridation Regimens. **Operative Dentistry**. Jul- Aug. v.39-3.2014.

SANTOS, R et al., Fluoride release of orthodontic cements before and after recharge with fluoride solution. **Revista Brasileira de Ciências da Saúde**. v.24(1):54-58.2009.

SILVA, R. M.et al., Addition of mechanically processed cellulosic fibers to ionomer cement: mechanical properties. **Original Research Dental Materials** v.29(1):1-8. 2015.

TOPALOGLU-AK, A; et al. Microhardness and Surface Roughness of Glass Ionomer Cements after APF and TiF4 Applications. **The Journal of Clinical Pediatric Dentistry**. v.37(1), p- 45–52, Sep. 2012.

YENGOPOŁ et al., Caries-preventive effect of glass ionomer and resin-based fissure sealants on permanent teeth: a meta analysis. **Journal of oral science**. Vol.51,no.3, 373-382,2009.

YAP SH, et al. Effect of prophylaxis regimes in the CIV Glass Roughness.© **Dentística Singapura** de 30-2, 180-184.2004.

YU, H; et al. Influence of Carbamide Peroxide on the Flexural Strength of Tooth-colored Restorative Materials: An In Vitro Study at Different Environmental Temperatures. **Operative Dentistry**.v.35-3, 300-307, May. 2010.

YU, HLI et al. Effects of Temperature and in-office bleaching agents on surface and subsurface properties of aesthetic restorative materials. **Journal of Dentistry**. v.41, 1290-1296, Jul. 2013.

XIE et al., Bioactive glass–ionomer cement with potential therapeutic function to dentin capping mineralization. **European Journal of Oral Sciences**. v.116: 479–487.2008.

ZAVANELLI, AC; et al. Surface Roughness Analysis of Four Restorative Materials Exposed to 10% and 15% Carbamide Peroxide. **The International Journal of Prosthodontics**. v.24(2), Mar-Apr. 2011.