

LAYSA YOSHIOKA

**Caracterização do cimento de ionômero de vidro encapsulado e influência da
aceleração da reação de presa nas propriedades e resistência de união à
dentina – Estudo *in vitro***

São Paulo

2019

LAYSA YOSHIOKA

**Caracterização do cimento de ionômero de vidro encapsulado e influência da
aceleração da reação de presa nas propriedades e resistência de união à
dentina – Estudo *in vitro***

Versão Original

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia
da Universidade de São Paulo, pelo Programa
de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas
para obter o título de Doutor em Ciências.

Área de concentração: Odontopediatria

Orientador: Profa. Dra. Daniela Prócida Raggio

São Paulo

2019

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catálogo-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Yoshioka, Laysa.

Caracterização do cimento de ionômero de vidro encapsulado e influência da aceleração da reação de presa nas propriedades e resistência de união à dentina – Estudo *in vitro* / Laysa Yoshioka ; orientador Daniela Prócida Raggio. -- São Paulo, 2019.

99 p. : tab., fig., graf. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) -- Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas. Área de Concentração: Odontopediatria. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão original

1. Corantes. 2. Camada de esfregaço. 3. Microscopia eletrônica de varredura. 4. Permeabilidade da dentina. 5. Soluções irrigantes. I. Raggio, Daniela Prócida. II. Título.

Yoshioka L. Caracterização do cimento de ionômero de vidro encapsulado e influência da aceleração da reação de presa nas propriedades e resistência de união à dentina – Estudo *in vitro*. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Aprovado em: / /2019

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço à **Deus** pelos planos que tem se cumprido em minha vida, por iluminar meus caminhos, por colocar pessoas tão queridas na minha jornada e por realizar mais um dos meus sonhos.

Agradeço a minha orientadora **Profa. Daniela Prócida Raggio**. Dani, foi uma grande honra tê-la como minha orientadora durante o mestrado e doutorado. Agradeço a oportunidade para eu aprender mais, pela sua dedicação comigo, pelos ensinamentos, por toda compreensão e confiança que teve durante esses anos. Você foi e sempre será um grande exemplo para mim.

Aos Professores da Disciplina de Odontopediatria: **Ana Estela Haddad, Ana Lúcia Ciamponi, Daniela Prócida Raggio, Fausto Medeiros Mendes, José Carlos Pettorossi Imparato, Marcia Turolla Wanderley, Maria Salete Nahás Pires Correa, Mariana Minatel Braga Fraga, Marcelo José Strazzeri Bönecker**. Agradeço cada um de vocês pelos ensinamentos transmitidos, pela paciência, carinho e pela disponibilidade. Os momentos que tive com vocês nunca serão esquecidos. Agradeço por me ensinarem sempre!!

Ao colegas da pós-graduação **Ana Carolina, Ana Laura, Andressa, Bianca, Bruna, Catielma, Camila, Claudia, Deise, Elizabeth, Emanuella, Evelyn, Fernanda, Gabriel, Gabriela Berti, Gabriela Sá, Gabriela Seabra, Haline, Isabel, Javier, Dai, Karina, Laura, Letícia, Maria Eduarda, Mariana, Nathalia, Patricia, Raíza, Renata, Rodrigo, Rodolfo, Taciana, Thais, Vanessa**. Agradeço a todos pela preciosa convivência, o convívio com a equipe de alunos de pós-graduação durante o período de mestrado e doutorado foi fundamental para que eu conseguisse chegar ao final da tese. De coração, agradeço todos vocês!!!

Cintia Saori Sayhara e Nathália Miranda de Ladewig: Gratidão eterna por ter vocês na minha vida. De forma especial agradeço pela convivência durante as viagens aos congressos, pelo carinho e preocupação que vocês tiveram comigo, por tornarem os dias mais leves, pelos conselhos preciosos e pela amizade sincera.

Ana Flávia Bissotto Calvo e Tamara Kerber Tedesco: Agradeço vocês duas de forma especial, por toda admiração que tenho por vocês. Pela imensa ajuda que tive durante o mestrado e até no doutorado mais à distância. Por esses anos senti muita saudade de vocês no laboratório e próximas à mim.

À **Thais Gimenez:** Agradeço por sua disponibilidade, por toda sua ajuda e carinho desde o dia que te conheci. Você é um grande exemplo para mim, te admiro bastante.

Aluna de Iniciação Científica: **Natassia Jurisberg Correa.** Um anjo que Deus colocou no meu caminho para que eu conseguisse finalizar a tese. Agradeço pela sua disponibilidade em todos os dias que precisei. Agradeço pela sua motivação, empenho e vontade de aprender sempre mais. Você foi fundamental para que eu conseguisse terminar os ensaios necessários da tese.

Equipe do Trailer FOUSP: **Profa. Mariana Minatel Braga, Aline, Ana Carolina, Ana Clara, Ary, Barbara, Bethinha, Camila, Cintia, Claudia, Dai, Fe Rosche, Gabi, Giulia, Isa Floriano, Isinha, Isabela, Jenny, Karina, Lisa, Lu Pion, Maisa, Maryana, Natassia, Raissa, Renata, Renan** agradeço com muito carinho toda equipe do trailer FOUSP pelo trabalho em equipe sempre com muita alegria, disposição, sincronia, união e pela convivência que tive com vocês.

Professor **Luiz Eugênio Nigro Mazzilli** agradeço pelos anos que pôde me ensinar, me ouvir e aconselhar, foram de grande valor, sempre!!

Aos **Professores do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral** em especial ao **Prof. Rafael Yague Ballester** e **Josete Barbosa Cruz Meira.** Agradeço por me receberem tão bem no departamento, por me ensinarem com tanto cuidado, por todo carinho que tiveram comigo e disponibilidade para esclarecer minhas dúvidas.

Aos colegas de pós-graduação do departamento de Biomateriais e Biologia Oral em especial ao **Ezequias Rodrigues.** Agradeço a todos com muito carinho por terem me acolhido e até adotado como “materiana”, pela convivência nas disciplinas do

departamento, por sempre me ensinarem e pela companhia durante os ensaios que realizei no laboratório do departamento.

Aos **Técnicos dos Laboratórios** utilizados durante a realização da pesquisa

Laboratório de Odontopediatria (FOUSP): **Antonio e Fátima**

Laboratório de Biomateriais (FOUSP): **Antonio**

Laboratório de Caracterização Tecnológica – LCT (POLI-USP): **Marco**

Sou grata a vocês pela paciência que tiveram comigo e o carinho ao me ensinarem e explicarem as diversas vezes que precisei.

Aos **Funcionários da FOUSP** em especial aos secretários do Departamento de Ortodontia e Odontopediatria: **Anne, Antonio, Fátima, Júlio, Edina e Vivi** e da secretaria de Pós-Graduação **Katia e Alessandra**. Agradeço vocês pelos anos de convivência, por todo apoio e carinho nessa etapa.

Aos funcionários da SDO (FOUSP) em especial a **Glauci** por toda disponibilidade durante a finalização da tese.

Ao **Marcos Alípio** agradeço pelos anos que me ajudou com as impressões e por toda paciência.

Agradeço à minha família, meus pais **Lauro e Marilza**, meu irmão **Leandro**, minha avó (Bá) **Yoshiko**, meu amado filho **Mateus**. Agradeço vocês por todo apoio, paciência e compreensão durante essa etapa, por acreditarem em mim e nos meus sonhos mesmo quando parecia impossível se tornar realidade. Vocês são o meu tudo nessa vida, a minha motivação para ser sempre uma pessoa melhor e o meu conforto nos momentos mais duros.

Minha família grande de Tatuí: **Elaine, Cesar, Ivone, Paulinho, Tina, Val, Fi, Simone, Vanessa, Bianca, Stephani, Vinicius e Thiago**. Estar com vocês é sempre uma alegria muito grande. Agradeço por me fazerem sentir como parte da família e por todos os momentos que pudemos dividir juntos. O apoio e incentivo de vocês me ajudaram a concretizar a tese.

Meus tios **Elaine Valêncio Talhaferro** e **Mauro Cesar Talhaferro** por me acolherem como a filha mais velha, por todos os conselhos, pelos preciosos momentos de descanso e diversão. Eternamente grata pelo amor de vocês comigo e com o Mateus durante todos esses anos.

Aos meus amigos que me acompanharam bem de perto durante esses anos de pós-graduação. **Ellen Binotto, Priscila Uehara, Luciana Lacerda, Daniele Castro, Agatha Sandy, Del da Silva, Marcelo Floripa, Marcelo Honda, Shirley Buranello, Aline Galvão, Laurinda, Maria Helena, Luiz Cláudio, Fulvio Wesley, Neusa e Kita.** Cada palavra, incentivo, força, oração e distração que tive com vocês foram essenciais para que eu conseguisse seguir em frente. Agradeço cada um de vocês de todo o coração.

As empresas **GC** e **SDI** pela doação dos materiais utilizados na pesquisa.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001

Por fim, essa Tese de Doutorado contou com importantes apoios e incentivos, sem os quais não seria possível realizá-la. Sou eternamente grata a todos que contribuíram de forma direta ou indireta para realização da tese.

*"Ainda que minha mente e
meu corpo enfraqueçam,
Deus é a minha força"
Salmos 73:26*

RESUMO

Yoshioka L. Caracterização do cimento de ionômero de vidro encapsulado e influência da aceleração da reação de presa nas propriedades e resistência de união à dentina – Estudo *in vitro*. [tese] São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2019. Versão Original.

O cimento de ionômero de vidro (CIV) é um material restaurador amplamente utilizado na odontologia. Possui vantagens que beneficiam seu uso e algumas desvantagens, sendo uma delas a lenta reação de presa inicial do material.

Objetivo: Avaliar a influência de aceleração da reação de presa de cimentos de ionômero de vidro encapsulado nas propriedades biomecânicas, além de caracterizar a microestrutura do CIV. **Métodos:** Para os testes de resistência à flexão (RF) e dureza Knoop (KHN), 8 grupos experimentais foram divididos de acordo com o CIV encapsulado utilizado (Equia Forte ou Riva Self Cure), o tipo de aceleração de presa inicial (aquecimento da cápsula, aplicação de ultrassom ou técnica dupla), além do grupo controle preparado sem influência de qualquer interferência externa. O ensaio de RF de três pontos (n=10) foi realizado com velocidade de 0,5mm/min. Para KHN (n=10) foram realizadas indentações na superfície do corpo de prova utilizando a pirâmide de Knoop com carga de 25 g por 30 s. Os dados foram analisados com ANOVA e teste de Tukey com nível de significância de 5%. A caracterização do CIV foi realizada com 3 grupos, Fuji 9 Gold Label, Equia Forte e Riva Self Cure. A análise química elementar foi realizada com a técnica de fluorescência de raios X (FRX). A análise de distribuição de partículas foi realizada com a técnica de difração a laser. O peso do pó dos CIV foi medido em balança analítica. A análise de imagens da microestrutura e microanálise química foi realizada de duas formas para os 3 grupos de CIV, apenas do pó de cada um dos grupos e da superfície de corpos de prova de cada um dos 3 grupos experimentais (n=3). Todas as amostras foram analisadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) nos aumentos de 100X, 1000X, 1200X e 4000X. A microanálise química foi realizada com o aumento de 1200X com sistema de espectrômetro de raios X por dispersão de energia (EDS). **Resultados:** Não foram observadas diferença estatisticamente significantes entre os grupos experimentais de CIV encapsulados Equia Forte e Riva Self Cure nos testes de RF e KHN. A análise

química elementar revelou que os elementos presentes em maior porcentagem nos três CIV estudados são Al_2O_3 , SiO_2 e F. Equia Forte apresenta predomínio de partículas de maior tamanho, 40% das partículas apresentam tamanho entre 13,06 μm e 66,61 μm na composição do pó, Fuji 9 Gold Label possui 40% das partículas que apresentam tamanho entre 7,57 μm e 26,06 μm e Riva Self Cure possui partículas de menor tamanho, sendo 40% das partículas apresentam tamanho entre 4,90 μm e 23,64 μm . **Conclusões:** A aceleração da reação de presa inicial nos cimentos de ionômero de vidro encapsulados, não influencia as propriedades biomecânicas avaliadas. A composição química e microestrutural de partículas do CIV atuam na performance dos cimentos de ionômero de vidro, sendo possível até acelerar da reação de presa do CIV.

Palavras-chave: Cimentos de ionômeros de vidro. Análise química. Dureza. Resistência à flexão. Microscopia eletrônica de varredura.

ABSTRACT

Yoshioka L. Characterization of encapsulated glass ionomer cement and influence of acceleration of setting reaction on properties and bond strength to dentin - *In vitro* study. [thesis] São Paulo: University of São Paulo, Faculty of Dentistry; 2019. Original Version.

The Glass Ionomer Cement (GIC) is a restorative material widely used in dentistry. Despite presenting some advantages that benefit its use, there are some disadvantages, such as slow initial setting reaction. **Aim:** To evaluate the influence of setting reaction acceleration of encapsulated GIC on its biomechanical properties and to characterize GIC microstructure. **Methods:** For Flexural Strength (FS) and Knoop Hardness (HK) testing, 8 experimental groups were divided according to the encapsulated GIC (Equia Forte or Riva Self Cure), the type of initial setting reaction acceleration (capsule heating, ultrasound application or double technique), and the control group prepared without the influence of any external interference. The three-point FS assay (n=10) was performed at a speed of 0.5mm/min. For HK (n=10), some indentations were done on the surface of the specimen using the Knoop Pyramid with a load of 25g during 30s. Data were analyzed with ANOVA and Tukey's test with significance level of 5%. GIC characterization was performed within the 3 groups, Fuji 9 Gold Label, Equia Forte and Riva Self Cure. Elemental chemical analysis was performed using the X-Ray Fluorescence (XRF) technique. The particle distribution analysis was carried out using laser diffraction. GIC powder weight was measured on an analytical scale. Microstructure image analysis and chemical microanalysis were performed in two ways for the 3 groups of GIC, only using the powder of each group and the surface of test specimens from each experimental groups (n=3). All samples were analyzed in Scanning Electron Microscope (SEM) at magnification of 100X, 1000X, 1200X and 4000X. The chemical microanalysis was performed at 1200X magnification using Energy Dispersive X-ray Spectrometry (EDS). **Results:** There were no statistically significant differences between the experimental groups of encapsulated GIC Equia Forte and Riva Self Cure in the FS and HK tests. The chemical analysis revealed that the elements Al_2O_3 , SiO_2 and F were present in a higher percentage in all GIC analyzed. Equia Forte presented

predominance of larger particles, whose size was between 13.06 μm and 66.61 μm in 40% of the powder composition. Fuji 9 Gold Label displayed 40% of the particles size between 7.57 μm and 26.06 μm . Riva Self Cure presented smaller particles, whose size was between 4.90 μm and 23.64 μm in 40% of all particles. **Conclusions:** Initial setting reaction acceleration of encapsulated GIC does not influence the biomechanical properties evaluated. The chemical and microstructural composition of GIC particles act on the performance of glass ionomer cements, being possible even to accelerate its setting reaction.

Keywords: Glass ionomer cement. Chemical analysis. Hardness. Flexural strength. Scanning electron microscopy.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Cápsula de CIV embalada em plástico e lacrada.....	33
Figura 3.2 - Cápsula de CIV embalada em plástico lacrado e imersa em recipiente de banho-maria com água a temperatura de 37°C por 3 min	34
Figura 3.3 - Ponta do ultrassom posicionada sobre tira de poliéster	35
Figura 3.4 - Matriz metálica bipartida (A) partes separadas que compõem a matriz (B) matriz metálica bipartida unida.....	36
Figura 3.5 - Ilustração de corpo de prova posicionado em dispositivo para ensaio de resistência à flexão de 3 pontos.	37
Figura 3.6 - Matriz metálica rosqueável utilizada no preparo dos corpos de prova para análise de dureza superficial.....	38
Figura 3.7 - Durômetro HMV-2 Shimadzu utilizado na análise da dureza superficial	39
Figura 3.8 - Médias e desvio padrão da resistência à flexão (Mpa) para todos os grupos experimentais avaliados. Letras iguais indicam ausência de diferenças estatisticamente significantes ($p>0,05$).....	40
Figura 3.9 - Médias e desvio padrão da dureza superficial (KHN) para todos os grupos experimentais avaliados. Letras iguais indicam ausência de diferenças estatisticamente significantes ($p>0,05$).....	41
Figura 3.10 - Fotomicrografia da superfície analisada após indentação Knoop com aplicação de carga de 25g imagem representativa do grupo Riva Self Cure – controle.....	42
Figura 3.11 - Fotomicrografia da superfície analisada após indentação Knoop com aplicação de carga de 25g imagem representativa do grupo Riva Self Cure – grupo ultrassom.....	42
Figura 3.12 - Fotomicrografia da superfície analisada após indentação Knoop com aplicação de carga de 25g imagem representativa do grupo Equia Forte – aquecimento.....	43
Figura 3.13 - Fotomicrografia da superfície analisada após indentação Knoop com aplicação de carga de 25g imagem representativa do grupo Equia Forte – técnica dupla (aquecimento da cápsula + aplicação de ultrassom) ..	43

Figura 4.1 - Tabela periódica ilustrando os elementos compreendidos pelo método Standarless (STD-1) utilizado na espectroscopia de fluorescência de raios-X (FRX).....	55
Figura 4.2 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X – Fuji 9 Gold Label ...	63
Figura 4.3 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X – Fuji 9 Gold Label .	63
Figura 4.4 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X – Fuji 9 Gold Label .	64
Figura 4.5 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X –. Microanálise química da composição do CIV Fuji 9 Gold Label nas áreas selecionadas com os Algarismos de 1 a 3	65
Figura 4.6 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do CIV Fuji 9 Gold Label por EDS	66
Figura 4.7 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X – Equia Forte.....	67
Figura 4.8 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X – Equia Forte.....	67
Figura 4.9 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X – Equia Forte.....	68
Figura 4.10 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X –. Microanálise química da composição do CIV Equia Forte nas áreas selecionadas com os Algarismos de 1 a 3	69
Figura 4.11 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do CIV Equia Forte por EDS	70
Figura 4.12 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X – Riva Self Cure	71
Figura 4.13 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X – Riva Self Cure ...	71
Figura 4.14 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X – Riva Self Cure ...	72
Figura 4.15 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X –. Microanálise química da composição do CIV Riva Self Cure nas áreas selecionadas com os Algarismos de 1 a 3	73
Figura 4.16 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do CIV Riva Self Cure por EDS	74
Figura 4.17 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X - pó de CIV Fuji 9 Gold Label.....	75

Figura 4.18 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X – pó de CIV Fuji 9 Gold Label.....	75
Figura 4.19 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X - pó de CIV Fuji 9 Gold Label.....	76
Figura 4.20 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X – Microanálise química da composição do pó de CIV Fuji 9 Gold Label nas áreas selecionadas com os algarismos de 1 a 3	77
Figura 4.21 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do pó de CIV Fuji 9 Gold Label por EDS	78
Figura 4.22 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X - pó de CIV Equia Forte.....	79
Figura 4.23 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X - pó de CIV Equia Forte.....	79
Figura 4.24 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X - pó de CIV Equia Forte.....	80
Figura 4.25 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X – Microanálise química da composição do pó de CIV Equia Forte nas áreas selecionadas com os algarismos de 1 a 3	81
Figura 4.26 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do pó de CIV Equia Forte por EDS	82
Figura 4.27 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X - pó de CIV Riva Self Cure	83
Figura 4.28 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X - pó de CIV Riva Self Cure	84
Figura 4.29 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X - pó de CIV Riva Self Cure	84
Figura 4.30 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X – Microanálise química da composição do pó de CIV Riva Self Cure nas áreas selecionadas com os algarismos de 1 a 3	86
Figura 4.31 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do pó de CIV Riva Self Cure por EDS	87

LISTA DE QUADROS

Quadro 3.1 - Características técnicas dos materiais testados	31
Quadro 3.2 - Cimentos de ionômero de vidro, técnicas de uso.....	31
Quadro 3.3 - Divisão dos grupos de acordo com o CIV e o tipo de aceleração de presa inicial.....	32
Quadro 4.1 - Materiais restauradores e seus respectivos fabricantes, composições, lote, validade e cor	53
Quadro 4.2 - Materiais restauradores e seus respectivos fabricantes e técnicas de manipulação	53
Quadro 4.3 - Porcentagem de cada elemento químico presente nos cimentos de ionômero de vidro avaliados e porcentagem da perda ao fogo (PF). 58	

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Médias (desvio padrão) da resistência à flexão (Mpa) para todos os grupos experimentais avaliados.....	40
Tabela 3.2 - Médias (desvios padrão) de dureza superficial Knoop (KNH) para todos os grupos experimentais avaliados	41
Tabela 4.1 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no CIV Fuji 9 Gold Label - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido	66
Tabela 4.2 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no CIV Equia Forte - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido.....	70
Tabela 4.3 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no CIV Riva Self Cure - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido.....	74
Tabela 4.4 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no pó de CIV Fuji 9 Gold Label - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido	78
Tabela 4.5 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no pó de CIV Equia Forte - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido	82
Tabela 4.6 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no pó do CIV Riva Self Cure - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido	87

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	25
2 PROPOSIÇÃO	27
3 CAPÍTULO I	29
3.1 INTRODUÇÃO	29
3.2 MATERIAIS E MÉTODOS	30
3.2.1 Descrição geral e seleção da amostra	30
3.2.2 Resistência à flexão (RF)	36
3.2.3 Dureza superficial	38
3.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA	39
3.4 RESULTADOS	40
3.4.1 Resistência Flexural	40
3.4.2 Dureza Superficial	41
3.5 DISCUSSÃO	44
3.6 CONCLUSÃO	47
3.7 REFERENCIAS	48
4 CAPÍTULO II	51
4.1 INTRODUÇÃO	51
4.2 MATERIAIS E MÉTODOS	52
4.2.1 Amostras estudadas	52
4.2.2 Análise química elementar	54
4.2.3 Análise de distribuição de tamanho de partículas	55
4.2.4 Peso do cimento de ionômero de vidro	56
4.2.5 Análise de imagens da microestrutura e microanálise química	56
4.3 RESULTADOS	57
4.3.1 Análise química elementar	57
4.3.2 Análise de distribuição de tamanho de partículas	59
4.3.3 Peso dos cimentos de ionômero de vidro	61
4.3.4 Análise de imagens da microestrutura e microanálise química	62
4.4 DISCUSSÃO	88
4.5 CONCLUSÃO	90
4.6 REFERÊNCIAS	91
5 CONCLUSÃO FINAL	93
REFERÊNCIAS	95

1 INTRODUÇÃO

O cimento de ionômero de vidro (CIV) foi desenvolvido na década de 1970 por Alan Wilson e Brian Kent a partir de extensos estudos e experimentos para aperfeiçoar o cimento de silicato utilizado na época como principal material restaurador (Wilson, 1996; Vieira et al., 2006).

Logo, o CIV passou a exercer papel relevante na Odontologia restauradora sendo amplamente utilizado como material restaurador, cimentação, base e forramento (Cattani-Lorente et al., 1999, Vieira et al., 2006).

Nos últimos anos, cada vez mais o CIV é utilizado como material restaurador definitivo devido ao constante aprimoramento do material em suas propriedades mecânicas e ópticas. É importante que o CIV utilizado como material restaurador definitivo apresente boas propriedades biomecânicas. Consequentemente, para melhorar a aplicabilidade clínica do CIV, houveram modificações consideráveis em sua formulação e nas propriedades físicas, mecânicas, ópticas e de manipulação (Daifalla; Mobarak, 2015).

As vantagens desse material incluem preparo dentário com mínima remoção de tecido sadio, liberação de flúor, adesão química com o esmalte e dentina sem necessidade de um agente intermediário, excelente biocompatibilidade, expansão térmica semelhante à do dente, potencial cariostático (Azevedo et al., 2012; Tolidis et al., 2016; Ilie, 2018).

Ao aumentar a carga do CIV convencional, aumentou-se a resistência de união do material com o dente, resistência de flexão, a dureza superficial e dessa forma originou-se o CIV de alta viscosidade (Frencken et al., 2004; Daifalla; Mobarak, 2015).

Os CIV de alta viscosidade apresentam longevidade satisfatória em restaurações oclusais (de Amorim et al., 2018; Ilie, 2018; Nomoto et al., 2004; Faccin et al., 2009; Mickenautsch et al., 2010; Fábian Molina et al., 2013) e, até mesmo oclusoproximais, quando comparados a outros materiais restauradores convencionais (de Amorim et al., 2018; Tedesco et al., 2017; Raggio et al., 2012).

Para que ocorra a manipulação correta do CIV almejando o bom desempenho clínico, é necessária dosagem adequada e espatulação no tempo proposto pelo fabricante para que a reação química ocorra idealmente. Caso haja negligência por

parte do operador durante a dosagem ou até mesmo com a manipulação, as propriedades do material poderão ser comprometidas, aumentando o risco de falhas.

Na versão encapsulada do CIV, o fabricante garante exata proporção pó:líquido do material, para assegurar que ocorra incorporação correta e homogênea das partículas do material durante a manipulação mecanizada, de modo que as propriedades funcionais não sejam susceptíveis à variabilidade induzida pelo operador (Cattani-Lorente et al., 1999; Nomoto et al., 2004; Prentice et al., 2005; Fabián Molina et al., 2013; Molina et al., 2013).

Uma das desvantagens do CIV é sua reação de presa lenta o que faz com que o material seja mais vulnerável a contaminação precoce com umidade durante as 24 horas iniciais após sua manipulação (Yiu et al., 2004; Azevedo et al., 2012). Frente a essa questão, tem sido investigada diversas formas para reduzir o tempo de reação de presa inicial do material com o uso de dispositivos externos e até mesmo modificações em sua formulação.

Diversos estudos

Essa tese foi dividida em dois capítulos para avaliar a influência da aceleração da reação de presa de cimentos de ionômero de vidro encapsulado nas propriedades biomecânicas e resistência de união à dentina e também discutir a caracterização da composição do cimento de ionômero de vidro.

2 PROPOSIÇÃO

O objetivo da tese é analisar a aceleração de presa dos cimentos de ionômero de vidro encapsulado por meio de aquecimento da cápsula e utilização do ultrassom em relação à resistência flexural e análise da dureza superficial, além de caracterizar a microestrutura de cimentos de ionômero de vidro mediante a análises de química elementar, distribuição do tamanho das partículas, microestrutura do material e microanálise química por meio de microscópio eletrônico de varredura.

Esta tese foi dividida em dois capítulos:

- I. Influência da aceleração da reação de presa de cimentos de ionômero de vidro versão encapsulado nas propriedades biomecânicas. Estudo *in vitro*.
- II. Caracterização química e microestrutural do cimento de ionômero de vidro.

3 CAPÍTULO I

Influência da aceleração da reação de presa de cimentos de ionômero de vidro versão encapsulado nas propriedades biomecânicas. Estudo *in vitro*.

3.1 INTRODUÇÃO

O cimento de ionômero de vidro é formado por uma reação química do tipo ácido-base entre a solução aquosa de ácido poliacrílico e a degradação do vidro de flúoraluminossilicato (Kleeverslaan et al., 2004). Essa reação química é lenta e a maturação continua mesmo após as primeiras 24 horas (Yiu et al., 2004) o que torna o CIV um material susceptível a contaminação prematura de umidade, podendo sofrer sinérese ou embebição durante seu processo de maturação (Kleeverslaan et al., 2004). Devido a essa vulnerabilidade, propriedades como resistência inicial do material, dureza e resistência ao desgaste podem ser comprometidas (Cattani-Lorente et al., 1999; Azevedo et al., 2012; Fabián Molina et al., 2013).

Frente a essa adversidade, diversas tentativas tem sido realizadas para superar a maturação lenta do material, e assim, minimizar a chance de contaminação com umidade, além de aprimorar as propriedades biomecânicas (Tolidis et al., 2016; Thanjal et al., 2010; Azevedo et al., 2012; Daifalla; Mobarak, 2015).

Estudos estão focados em métodos que acelerem a reação de presa inicial do CIV e o uso de energia externa aplicada após sua manipulação poderia resultar numa reação de presa inicial mais rápida (Tolidis et al., 2016; Algera et al., 2005; Thanjal et al., 2010; Guglielmi et al., 2011; Azevedo et al., 2012; Gorseta et al., 2012; Fabián Molina et al., 2013; Dehurtevent et al., 2015). Os resultados reportados até o presente momento mostram aumento na dureza de superfície, além da diminuição de absorção de água pela aceleração da reação ácido-base presente na fase de geleificação (Moshaverinia et al., 2011).

Segundo Kleverslaan et al. (2004) ao aplicar energia cinética do aparelho de ultrassom no CIV, ocorre aumento da temperatura e conseqüentemente, aumenta a velocidade da reação química. Seguindo esse princípio de aceleração por

aquecimento do material, recentes estudos realizaram tentativas de acelerar a reação de presa do CIV versão encapsulado previamente e até mesmo após a manipulação mecânica, por meio de imersão da cápsula em água morna ou utilização de ultrassom após manipulação (Dehurtevent et al., 2015).

Essa forma de aceleração da reação inicial do CIV encapsulado por meio de aquecimento e com o uso de ultrassom, poderia reduzir o tempo de espera pelo paciente até o CIV completar sua reação de presa inicial durante o tratamento odontológico.

Entretanto, a literatura é escassa em relação aos resultados do efeito do pré-aquecimento realizado com a cápsula e utilização do ultrassom na aceleração da reação de presa inicial do CIV versão encapsulado nas propriedades biomecânicas.

Sendo assim, esse estudo *in vitro* pretende contribuir na avaliação do efeito do pré-aquecimento da cápsula do CIV e utilização do ultrassom nas propriedades biomecânicas e possíveis vantagens e desvantagens da técnica utilizada.

3.2 MATERIAIS E MÉTODOS

3.2.1 Descrição geral e seleção da amostra

A aceleração de presa inicial do CIV por meio de aquecimento da cápsula, ultrassom, e técnica dupla (aquecimento + ultrassom), esteve presente nos seguintes experimentos: resistência à flexão (RF) e análise da dureza superficial.

Os CIVs utilizados, bem como seus fabricantes, composições e características estão descritos no quadro 3.1. As técnicas de uso e manipulação recomendadas pelo fabricante, estão descritos no Quadro 3.2.

Quadro 3.1 - Características técnicas dos materiais testados

Material	Fabricante	Composição	Lote/Validade	Cor
Equia Forte Cápsula	GC, Japão	Compartimento 1: Ácido poliacrílico, ácido tartárico Compartimento 2: Vidro de flúor-alumino-silicato, ácido poliacrílico	1709191 18/09/2019	A2
Riva Self Cure Cápsula	SDI, Austrália	Compartimento 1: Fluoreto de silicato de alumínio, ácido poliacrílico Compartimento 2: ácido poliacrílico, ácido tartárico.	B1706262F 09/2019	A2

Quadro 3.2 - Cimentos de ionômero de vidro, técnicas de uso

Material	Técnica de uso
Equia Forte Cápsula	Agitar a cápsula para afogar o pó, em seguida, pressionar o êmbolo na parte inferior até nivelar com o corpo da cápsula. Ativar a cápsula uma vez com aplicador, em seguida, posicionar a cápsula no amalgamador, triturar por 10s, retirar e posicioná-la no aplicador. Apertar o gatilho do aplicador até o cimento de ionômero de vidro atingir o bocal.
Riva Self Cure Cápsula	Ative a cápsula empurrando o êmbolo até que esteja rente ao corpo da cápsula. Em seguida, coloque a cápsula no amalgamador. Triture por 10s. Remova imediatamente a cápsula e coloque-a no aplicador. Aperte o gatilho do aplicador até que o material chegue a ponta da cápsula.

Para as análises de RF e dureza superficial foram considerados oito grupos experimentais, de acordo com o CIV utilizado e o tipo de aceleração da reação de presa (Quadro 3.3).

Quadro 3.3 - Divisão dos grupos de acordo com o CIV e o tipo de aceleração de presa inicial

Material	Acelerador de presa inicial
Equia Forte	Controle
	Aquecimento da cápsula
	Aplicação de ultrassom
	Técnica dupla (aquecimento da cápsula + aplicação de ultrassom)
Riva Self Cure	Controle
	Aquecimento da cápsula
	Aplicação de ultrassom
	Técnica dupla (aquecimento da cápsula + aplicação de ultrassom)

Todos os espécimes foram preparados por um único operador treinado e calibrado, em ambiente com temperatura constante de 24°C ($\pm 1^\circ\text{C}$).

A ordem de preparo dos espécimes foi randomizada (www.random.org/lists/) e o operador foi cego em relação a ordem dos grupos, um auxiliar não-cego foi o responsável por dizer ao operador qual o material e método de aceleração deveria ser utilizado e após realizado o preparo do espécime, o mesmo auxiliar foi responsável por armazenar o espécime preparado no recipiente referente ao grupo experimental.

A aceleração da reação de presa inicial foi realizada da mesma forma para as análises de RF e dureza superficial

3.2.1.1 Grupo controle

Seguiu as recomendações de manipulação estabelecidas pelos fabricantes, sem qualquer interferência de outro fator externo (Quadro 3.1).

3.2.1.2 Grupo aceleração por meio de aquecimento da cápsula

Previamente à manipulação mecânica do material segundo as instruções estabelecidas pelo fabricante, a cápsula do CIV foi lacrada em plástico a vácuo (Figura 3.1) e imersa por 3 min em recipiente de banho-maria modelo 100 (Fanem, Brasil) contendo água à temperatura constante de 37° C (Figura 3.2) em seguida, a cápsula foi manipulada seguindo as orientações propostas pelo fabricante. Após manipulação mecânica em amalgamador (Amalgamix II, Gnatus/Brasil), a cápsula foi acoplada ao aplicador e o material foi inserido em uma das matrizes de acordo com o ensaio proposto, em seguida foi posicionada uma tira de poliéster sobre o material na matriz e uma lâmina de vidro foi posicionada sobre esta, recebendo então pressão digital por 1min.

Figura 3.1 - Cápsula de CIV embalada em plástico e lacrada



Fonte: A autora

Figura 3.2 - Cápsula de CIV embalada em plástico lacrado e imersa em recipiente de banho-maria com água a temperatura de 37°C por 3 min

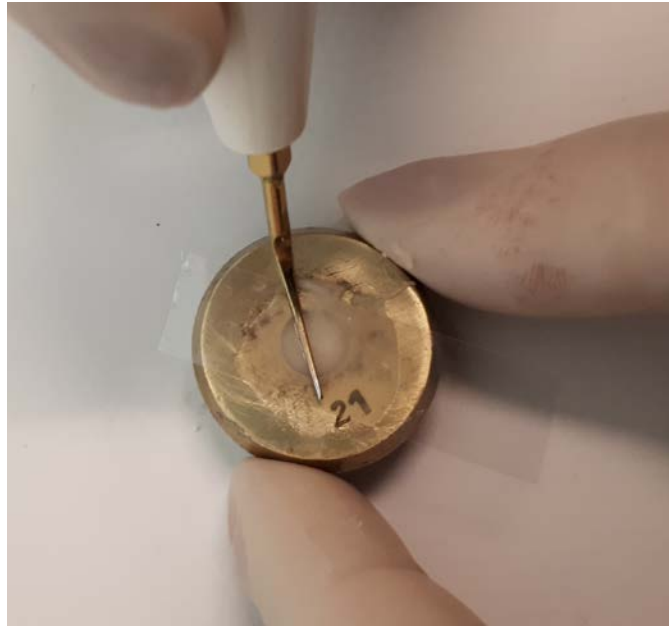


Fonte: A autora

3.2.1.3 Grupo aceleração por meio de ultrassom

Após manipulação do material de acordo com as instruções do fabricante, o mesmo foi inserido em uma das matrizes de acordo com o ensaio proposto. Em seguida, uma tira de poliéster foi posicionada sobre o material e uma lâmina de vidro foi posicionada sobre a tira de poliéster com pressão digital, imediatamente, em seguida, a lâmina foi retirada e a ponta do ultrassom Advance SE (Microdont, Brasil) foi posicionada no centro do espécime sobre a tira de poliéster (Figura 3.3) e o ultrassom foi acionado durante 20 segundos em 30 kHz, com meia potência, deslizando-o sobre toda superfície do material (Guglielmi et al., 2011; Azevedo et al., 2012).

Figura 3.3 - Ponta do ultrassom posicionada sobre tira de poliéster



Fonte: A autora

3.2.1.4 Grupo aceleração por meio da técnica dupla (aquecimento da cápsula + aplicação de ultrassom)

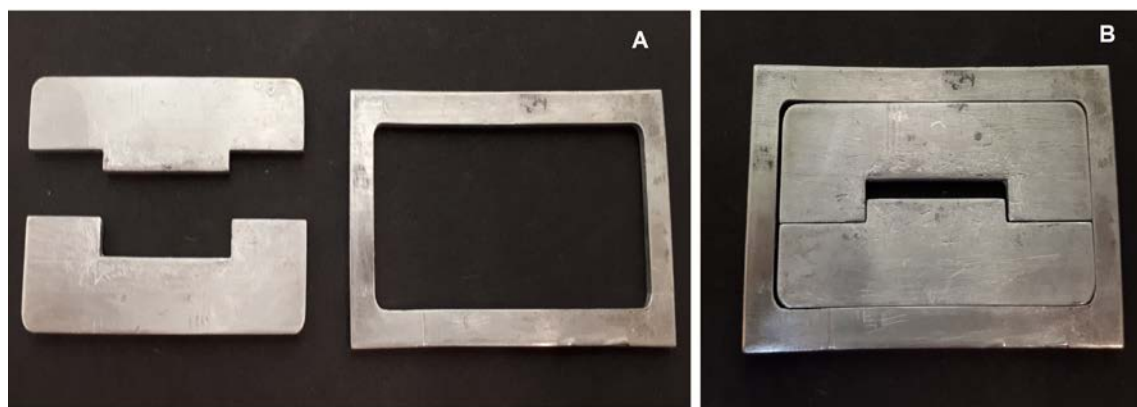
Previamente à manipulação mecânica do material segundo as instruções propostas pelo fabricante, a cápsula do CIV foi embalada com plástico, lacrada (Figura 3.1) e imersa por 3 min em recipiente de banho-maria modelo 100 (Fanem, Brasil) contendo água a temperatura constante de 37° C (Figura 3.2), em seguida, a cápsula foi manipulada segundo as orientações propostas pelo fabricante. Após a manipulação mecânica em amalgamador Amalgamix II (Gnatus, Brasil) a cápsula foi acoplada ao aplicador e o material inserido em uma das matrizes de acordo com o ensaio proposto. Uma tira de poliéster foi posicionada sobre o material, e por cima, uma lâmina de vidro sobre pressão digital foi utilizada para escoar o material na matriz, a lâmina foi retirada e a ponta do ultrassom Advance SE (Microdont, Brasil) foi posicionada no centro do espécime sobre a tira de poliéster (Figura 3.3) e o ultrassom foi acionado por 20 segundos em 30 kHz, com meia potência, deslizando-o sobre toda superfície do material (Guglielmi et al., 2011; Azevedo et al., 2012).

3.2.2 Resistência à flexão (RF)

3.2.2.1 Preparo dos corpos de prova

Para a análise de resistência à flexão os corpos de prova (n=10) foram confeccionados em matriz metálica bipartida com dimensões de 10 mm de comprimento, 2 mm de largura e 2mm de altura (ISO 9917-2) (Figura 3.4). O material foi manipulado de acordo com o grupo experimental como descrito no quadro 1 e inserido na matriz. Todos os corpos de prova permaneceram dentro da matriz por 15 min previamente a sua remoção. Após desinclusão da matriz, os excessos de material do corpo de prova foram removidos com ajuda de lâmina de bisturi, os espécimes receberam proteção superficial com vaselina sólida e em seguida foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h.

Figura 3.4 - Matriz metálica bipartida (A) partes separadas que compõem a matriz (B) matriz metálica bipartida unida



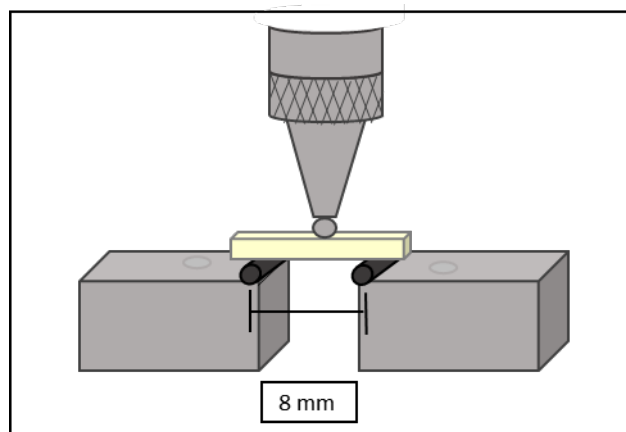
Fonte: A autora

3.2.2.2 Teste de Resistência à Flexão

Após o período de armazenamento, os corpos de prova foram secos com papel absorvente e suas dimensões verificadas com paquímetro digital (Mitutoyo, Japão) com precisão de 0,01mm e tabuladas. Em seguida, foram posicionados em

dispositivo para ensaio de resistência à flexão acoplado a máquina de ensaios universais (Modelo 5565, Instron, Estados Unidos) com célula de carga de 1000 N. Os pontos de apoio são formados por dois cilindros com 2 mm de diâmetro, localizados paralelamente à distância de 8 mm entre seus centros. O terceiro ponto, responsável pela aplicação da carga, estava centralizado e paralelo aos demais (Figura 3.5). O ensaio foi realizado com velocidade de 0,5 mm/min.

Figura 3.5 - Ilustração de corpo de prova posicionado em dispositivo para ensaio de resistência à flexão de 3 pontos



Fonte: A autora

Os valores de carga de ruptura, em Newtons, foram tabulados com as dimensões dos espécimes para o cálculo da tensão máxima de resistência à flexão obtidos a partir da equação (Equação 1), onde R é a resistência à flexão em MPa, F corresponde à carga medida no momento da fratura (N), d é a distância entre apoios em mm, b e h , respectivamente, a largura (mm) e espessura (mm) do corpo de prova.

Equação 1

$$RF = \frac{3Fd}{2bh^2}$$

3.2.3 Dureza superficial

3.2.3.1 Preparo dos corpos de prova

Para a análise de dureza superficial, foram preparados espécimes ($n=10$) de 2,0 mm de altura e 6,0 mm de diâmetro, confeccionados com auxílio de matriz metálica rosqueável (Figura 3.6). O material foi manipulado de acordo com o grupo experimental como descrito no quadro 3.2 e inseridos na matriz. Os corpos de prova permaneceram no interior da matriz por 15 min previamente a sua remoção. Após a desinclusão da matriz, os excessos de material foram removidos com auxílio de lâmina de bisturi, em seguida, receberam proteção superficial com vaselina sólida e armazenados em água destilada a 37°C por 24 h.

Figura 3.6 - Matriz metálica rosqueável utilizada no preparo dos corpos de prova para análise de dureza superficial



Fonte: A autora

3.2.3.2 Análise da dureza (KHN)

Após o período de armazenamento, a superfície de cada corpo de prova foi polida manualmente com lixa de carbeto de silício granulação 1200 por 30 s.

Foram realizadas 5 indentações na superfície do corpo de prova utilizando a pirâmide de Knoop com carga de 25 g por 30 s em durômetro HMV-2 (Shimadzu, Japão) (Figura 3.7) para obtenção dos valores de dureza. O valor final de dureza superficial do corpo de prova corresponde a média das 5 indentações realizadas.

Figura 3.7 - Durômetro HMV-2 Shimadzu utilizado na análise da dureza superficial



Fonte: A autora

3.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Para análise estatística dos dados, foi utilizado o programa *IBM SPSS Statistics* versão 25.

Os dados obtidos em todas análises realizadas foram submetidos aos testes de normalidade Kolmogorov-Smirnov e Teste de Levene para verificar a homocedasticidade, em seguida foram avaliados por Análise de Variância (ANOVA) e Teste de Tukey para comparações múltiplas. O nível de significância adotado para todas as análises foi de 5%.

3.4 RESULTADOS

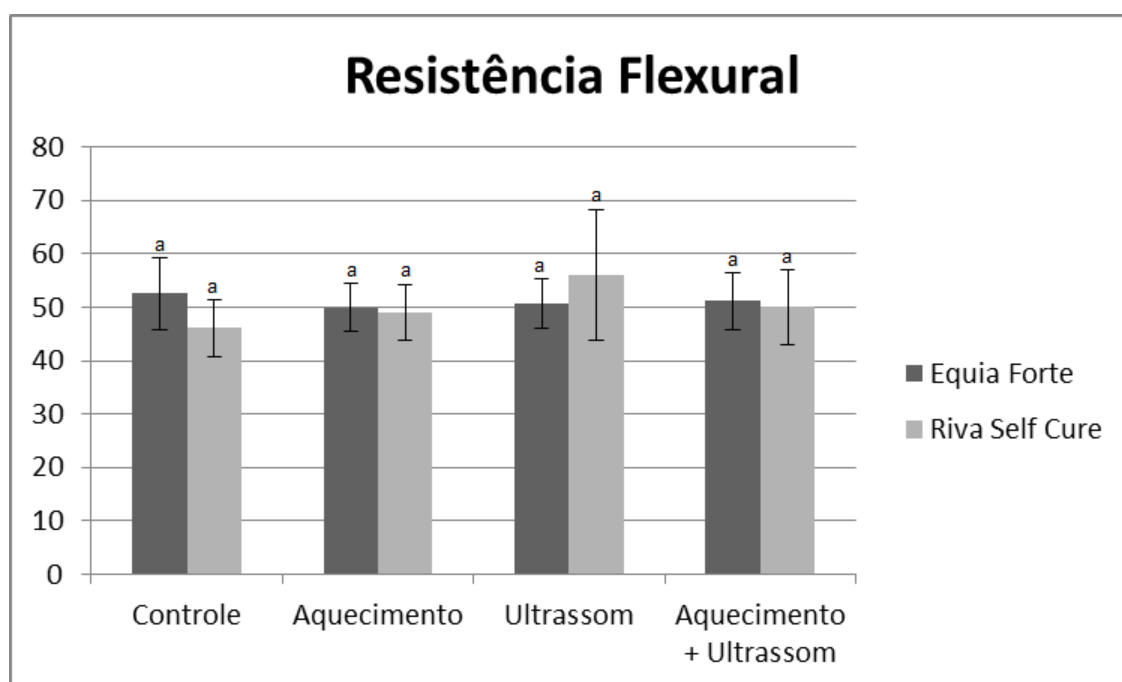
3.4.1 Resistência Flexural

Os resultados obtidos no teste de resistência flexural estão representados na tabela 3.1. A figura 3.8 mostra a análise de Tukey para os resultados.

Tabela 3.1 - Médias (desvio padrão) da resistência à flexão (Mpa) para todos os grupos experimentais avaliados

CIV ACELERAÇÃO	EQUIA FORTE	RIVA SELF CURE
CONTROLE	52,53 (6,81)	46,08 (5,42)
AQUECIMENTO	49,93 (4,49)	48,95 (5,29)
ULTRASSOM	50,74 (4,56)	55,94 (12,28)
TÉCNICA-DUPLA	51,11 (5,23)	50,02 (6,95)

Figura 3.8 - Médias e desvio padrão da resistência à flexão (N) para todos os grupos experimentais avaliados. Letras iguais indicam ausência de diferenças estatisticamente significantes ($p>0,05$)



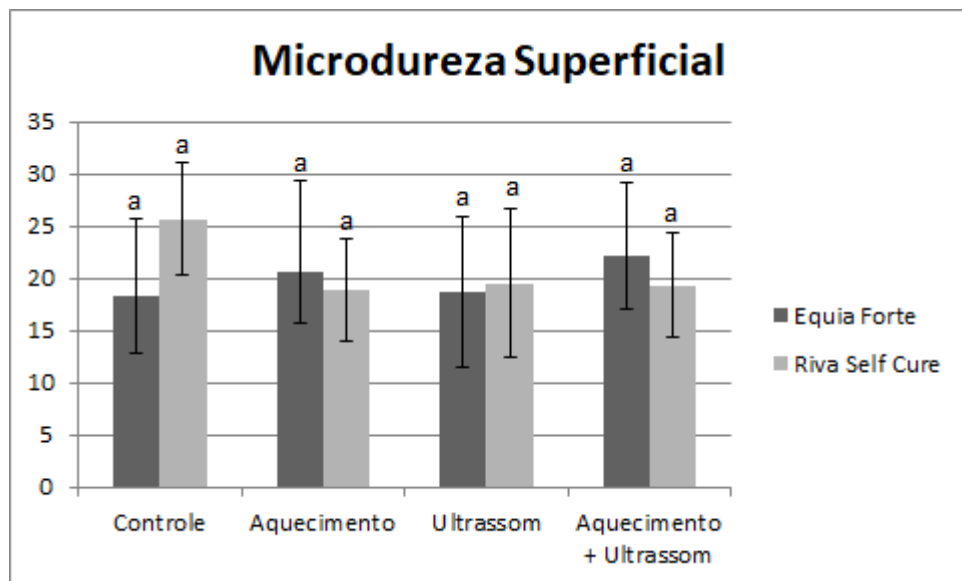
3.4.2 Dureza Superficial

Os resultados obtidos na análise de dureza superficial estão representados na tabela 3.2. A figura 3.9 mostra a análise de Tukey para os resultados.

Tabela 3.2 - Médias (desvios padrão) de dureza superficial Knoop (KNH) para todos os grupos experimentais avaliados

CIV	EQUIA FORTE	RIVA SELF CURE
ACELERAÇÃO		
CONTROLE	18,22 (7,55)	25,63 (5,36)
AQUECIMENTO	20,56 (8,75)	18,84 (4,85)
ULTRASSOM	18,60 (7,32)	19,53 (7,06)
TÉCNICA DUPLA	22,16 (7,00)	19,33 (5,06)

Figura 3.9 - Médias e desvio padrão da dureza superficial para todos os grupos experimentais avaliados. Letras iguais indicam ausência de diferenças estatisticamente significantes ($p>0,05$)



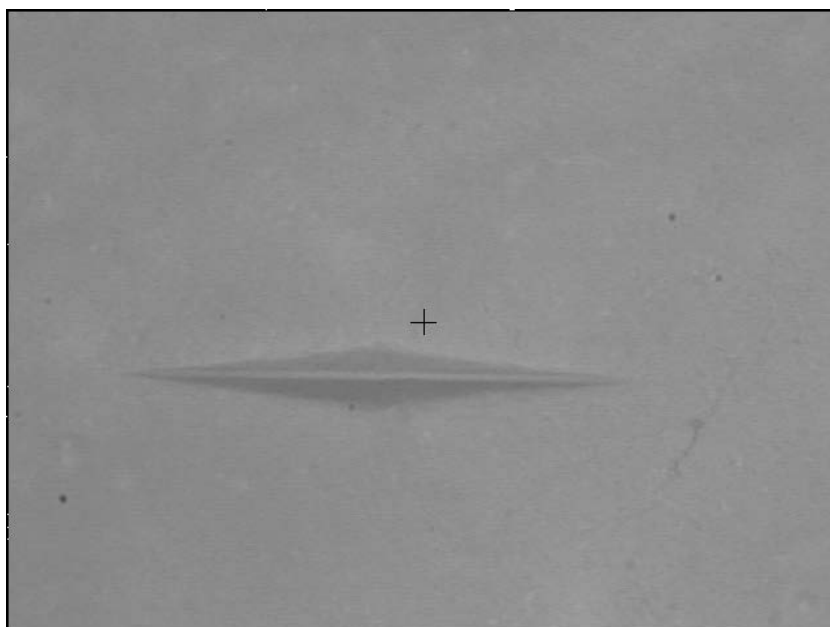
As figuras 3.9 a 3.14 representam as superfícies analisadas após indentação com carga de 25g por 30s dos grupos experimentais.

Figura 3.10 - Fotomicrografia da superfície analisada após indentação Knoop com aplicação de carga de 25g imagem representativa do grupo Riva Self Cure – controle



Fonte: A autora

Figura 3.11 - Fotomicrografia da superfície analisada após indentação Knoop com aplicação de carga de 25g imagem representativa do grupo Riva Self Cure – grupo ultrassom



Fonte: A autora

Figura 3.12 - Fotomicrografia da superfície analisada após indentação Knoop com aplicação de carga de 25g imagem representativa do grupo Equia Forte – aquecimento



Fonte: A autora

Figura 3.13 - Fotomicrografia da superfície analisada após indentação Knoop com aplicação de carga de 25g imagem representativa do grupo Equia Forte – técnica dupla (aquecimento da cápsula + aplicação de ultrassom)



Fonte: A autora

3.5 DISCUSSÃO

Embora o cimento de ionômero de vidro tenha evoluído progressivamente desde sua criação na década de 70, o material ainda possui limitações significativas, sendo uma dessas a lenta reação de presa inicial. Constantes estudos buscam de diversas maneiras diminuir o tempo de reação de presa do CIV e ainda obter melhorias nas propriedades biomecânicas.

A formulação do CIV versão encapsulado é menos reativa do que a versão pó-líquido com manipulação manual, devido a manipulação mecânica que causa efeito de aceleração da reação de presa, portanto, essa menor reatividade na formulação, permite que o material tenha satisfatório tempo de trabalho e reação de presa (Sidhu; Nicholson, 2013).

Para Nomoto et al. (2004) o CIV versão encapsulado tende a apresentar maior porosidade quando comparado com a versão pó-líquido. Durante o processo de manipulação mecânica, ocorre maior incorporação de bolhas, resultando em maior quantidade, tamanho e volume de bolhas quando comparado com a manipulação manual que apresenta menor porosidade. Em contrapartida, a versão encapsulada, reduz a variabilidade causada pelo operador durante dosagem e manipulação inadequada (Cattani-Lorente et al., 1999).

A vibração realizada pelo uso do ultrassom promove mistura mais homogênea entre as partículas de vidro e o ácido poliacrílico (O'Brien et al., 2010; Azevedo et al., 2012; Thanjal et al., 2010; Kleverlaan et al., 2004), acredita-se que a vibração pode desaglutinar partículas compactadas presentes no pó do CIV, além de reduzir o tamanho das partículas de vidro aumentando a superfície de contato com o ácido poliacrílico (Azevedo et al., 2012; Gorseta et al., 2012) além de reduzir a porosidade do material (O'Brien et al., 2010).

A literatura apresenta resultados controversos em relação a utilização do ultrassom para diminuir o tempo de reação de presa inicial e melhorar as propriedades biomecânicas. Azevedo et al. (2012) afirmam em seu estudos que a aplicação de ultrassom aumenta a dureza superficial, já Daifalla et al. (2015) afirmam que aplicação de ultrassom além de não aumentar a dureza superficial dos CIV testados, não influencia na liberação de íons flúor e nem reduz a porosidade presente no CIV. Por sua vez, Tolidis et al. (2016) concluiu em seus estudos que o grupo que recebeu aplicação de ultrassom teve redução de liberação de flúor

quando comparado ao grupo controle, conseqüentemente, houve redução nas propriedades anticariogênicas do material.

Com relação ao protocolo e preparo dos corpos de prova, ainda não há consenso na literatura sobre o tempo, frequência e potência de aplicação do ultrassom. Encontramos diversos estudos que utilizaram tempo de aplicação do ultrassom de forma bastante variada, Daifalla e Mobarak (2015) realizaram seus experimentos com uso de ultrassom com o tempo de aplicação de 10 s e 20 s e potência de 25-30khz, já no estudo de Dehurtevent et al., 2015 foi realizado com tempo de 35 s. Gorseta et al 2014 por sua vez utilizou 40 s de tempo de aplicação de ultrassom com frequência de 5 kHz e Tolidis et al., 2016 aplicou ultrassom por 55s e 36khz em potência máxima.

No estudo de O'Brien et al. (2010) o pré-aquecimento foi feito com a cápsula imersa em água a 40°C ($\pm 1^\circ\text{C}$) por 90 s. Quando reproduzimos esse mesmo tempo e temperatura em um estudo piloto, não foi possível aplicar o ultrassom, pois o CIV endurecia antes de finalizar o preenchimento do material na matriz, inviabilizando o preparo adequado dos corpos de prova. Devido a esse motivo, reduzimos a temperatura de imersão da cápsula para 37°C por 90 s.

Durante a realização dos testes propostos em nosso estudo, pudemos verificar que o pré-aquecimento das cápsulas de CIV em água a 37°C por 90 s acelera a reação de presa inicial do material e reduziu consideravelmente o tempo de trabalho.

Inicialmente em nossa pesquisa foi planejado realizar o teste de resistência de união à dentina para avaliar a influência da aceleração da reação de presa na adesão do material ao dente de acordo com os grupos experimentais presentes no estudo, porém, durante o ensaio piloto realizado, o pré-aquecimento da cápsula em água a 37°C por 90 s impossibilitou o adequado preenchimento da cânula de polietileno com o CIV devido a grande redução do tempo de trabalho.

A principal característica do CIV é a reação química lenta que ocorre entre o cálcio presente no dente com o vidro de fluoraminosilicato e o ácido poliacrílico, acreditamos que ao acelerar a reação de presa inicial, essa reação química que ocorre entre os componentes do material com o dente é afetada de forma prejudicial, interferindo, principalmente na adesão do CIV com o dente.

O'Brien et al. (2010) e Kleverlaan et al. (2004) observaram aumento de temperatura de 13°C no CIV durante a aplicação de ultrassom. Ainda não foi

descrito se o repentino aumento de temperatura pode causar danos para a polpa dentária. Dessa maneira, acreditamos que seja uma consideração importante para ser avaliada antes que outros estudos sejam conduzidos nessa linha de pesquisa clínica.

Para Tolidis et al. (2016), o aumento de temperatura no CIV provoca evaporação do líquido, aumentando a proporção pó:líquido e consequentemente melhora nas propriedades mecânicas. Acreditamos que a melhora nas propriedades mecânicas seja importante para o CIV, porém, não sabemos o quanto essa evaporação do líquido prejudica na reação química final do material. com as estruturas do dente, ou seja, não sabemos se tal fato compromete principalmente a resistência de união do material, ou até mesmo a longevidade que ainda não foi avaliada na literatura.

Em estudos feitos por Fábian Molina et al. (2013), os autores concluíram que cimentos de ionômero de vidro de presa rápida, não apresentaram melhora nas propriedades físico-mecânicas.

Observamos que o método utilizado de pré-aquecimento da cápsula de CIV em água a 37°C por 90 s acelerou a reação de presa inicial do material de modo que inviabilizou que fosse avaliada a resistência de união do material. Acreditamos que esse método para acelerar a reação de presa, é prejudicial principalmente na excessiva redução do tempo disponível de trabalho, portanto, não recomendamos que esse método seja realizado *in vivo*.

Ao que pudemos observar, a crescente busca em transformar o CIV em um material restaurador perfeitamente ideal, são conduzidos estudos visando melhorar as características do CIV e indicam o uso de dispositivos externos sem avaliar ou relatar possíveis consequências negativas e até mesmo a piora em propriedades consideradas satisfatórias no material. Cada estudo é conduzido seguindo protocolos diferentes, com marcas de CIV diferentes dificultando a reprodução de tais ensaios o que geraria grande imprecisão se realmente fossem reproduzidos *in vivo*, pois cada marca comercial necessitaria de um protocolo específico para obter os resultados relatados, aumentando a influência do operador, o que vai contra aos avanços para reduzir a variabilidade induzida pelo operador.

3.6 CONCLUSÃO

Concluimos que a aceleração da reação de presa inicial nos cimentos de ionômero de vidro encapsulados, não influencia as propriedades biomecânicas avaliadas.

3.7 REFERENCIAS¹

Algera TJ, Kleverlaan CJ, de Gee AJ, Prah-Andersen B, Feilzer AJ. The influence of accelerating the setting rate by ultrasound or heat on the bond strength of glass ionomers used as orthodontic bracket cements. *Eur J Orthod.* 2005;27:472–6.

Azevedo ER, Coldebella CR, de Souza JF, Zuanon ACC. Effect of ultrasonic excitation on the ultimate tensile strength of glass ionomer cements after different water storage times. *Rev Odontol UNESP* 2012 July-Aug; 41(4): 221-5.

Cattani-Lorente MA, Dupuis V, Payan J, Moya F, Meyer JM. Effect of water on the physical properties of resin-modified glass ionomer cements. *Dent Mater.* 1999;15:71–8.

Daifalla LE, Mobarak EH. Effect of ultrasound application during setting on the mechanical properties of high viscous glass-ionomer used for ART restorations. *J Advanced Rese.* 2015; 6(6): 805–10. doi:10.1016/j.jare.2014.06.002

Dehurtevent M, Deveaux E, Hornez JC, Robberecht L, Tabary N, Chai F. Influence of heat and ultrasonic treatments on the setting and maturation of a glass-ionomer cement. *Am J Dent.* 2015 Apr;28(2):105-10.

Fabián Molina G, Cabral RJ, Mazzola I, Brain Lascano L, Frencken JE. Biaxial flexural strength of high-viscosity glass-ionomer cements heat-cured with an LED lamp during setting. *Biomed Res Int.* 2013;2013:838460. doi: 10.1155/2013/838460. Epub 2013 Jun 12.

Guglielmi CAB, Mohana A, Hesse D, Lenzi TL, Bonini GC, Raggio DP. Influence of ultrasound or halogen light on microleakage and hardness of enamel adjacent to glass ionomer cement. *Int J Paediatr Dent.* 2012 Mar;22(2):110-5. doi: 10.1111/j.1365-263X.2011.01173.x.

Gorseta K, Glavina D, Skrinjaric I. Influence of ultrasonic excitation and heat application on the microleakage of glass ionomer cements. *Aust Den J.* 2012; 57: 453-7. doi.org/10.1111/j.1834-7819.2012.01724.x.

¹ De acordo com estilo Vancouver.

Kleverlaan CJ, van Duinen RNB, Feilzer AJ. Mechanical properties of glass ionomer cements affected by curing methods. *Dent Mater*, 2004; 20(1): 45–50. doi:10.1016/s0109-5641(03)00067-8

Molina GF, Cabral RJ, Mazzola I, Lascano LB, Frencken JE. Mechanical performance of encapsulated restorative glass-ionomer cements for use with Atraumatic Restorative Treatment (ART). *J Appl Oral Sci*. 2013 June; 21(3): 243-9.

Moshaverinia A, Ansari S, Moshaverinia M, Schricker SR, Chee WW. Ultrasonically set novel NVC-containing glass-ionomer cements for applications in restorative dentistry. *J Mater Sci Mater Med*. 2011 Sep;22(9):2029-34. Doi: 10.1007/s10856-011-4391-7

O'Brien T, Shoja-Assadi F, Lea SC, Burke FJ, Palin WM. Extrinsic energy sources affect hardness through depth during set of a glass-ionomer cement. *J Dent*. 2010 Jun;38(6):490-5. doi: 10.1016/j.jdent.2010.03.004

Thanjal NK, Billington RW, Shahid S, Luo J, Hill RG, Pearson GJ. Kinetics of fluoride ion release from dental restorative glass ionomer cements: the influence of ultrasound, radiant heat and glass composition. *J Mater Sci Mater Med*. 2010 Feb;21(2):589-95. doi: 10.1007/s10856-009-3901-3.

Tolidis K, Dionysopoulos D, Gerasimou P, Sfeikos T. Effect of radiant heat and ultrasound on fluoride release and surface hardness of glass ionomer cements. *J Appl Biomater Funct Mater*. 2016 Nov 2;14(4):e463-e469. doi:10.5301/jabfm.5000292.

Yiu CKY, Tay FR, King NM, Pashley DH, Sidhu SK, Neo JCL, Toledano M, Wong SL. Interaction of glass-ionomer cements with moist dentin. *J Dent Res* 2004;83:283-289.

4 CAPÍTULO II

Caracterização química e microestrutural do cimento de ionômero de vidro

4.1 INTRODUÇÃO

O cimento de ionômero de vidro (CIV) é um material restaurador amplamente utilizado na Odontologia por apresentar importantes propriedades físicas e biológicas com destaque para liberação de íons flúor ao dente, capacidade adesiva, associada a biocompatibilidade (Vieira et al., 2006; Salomão-Miranda et al., 2013; Freire et al., 2013; Guedes et al., 2015).

O CIV baseia-se na reação química entre o pó de vidro de fluoraminosilicato e uma solução aquosa contendo ácidos poliacrílico e tartárico. Imediatamente após misturar o pó com o líquido, inicia-se a reação de presa inicial por meio da reação química que ocorre pelo ataque ácido degradando as partículas de vidro de fluoraminosilicato, liberando íons cálcio e alumínio que migram para a fase aquosa do cimento. O cálcio então reage com as cadeias aniônicas do políácido formando o poliacrilato de cálcio, originando uma matriz de gel. A porção mais externa das partículas de vidro reagem com o ácido, transformando-se em gel, enquanto as porções não reagidas atuam como carga da matriz (Nicholson, 1998; Vieira et al., 2006; Freire et al., 2013; Guedes et al., 2015; Sidhu; Nicholson., 2016; Tolidis et al., 2016).

Logo no início do desenvolvimento do CIV, vários fatores mostraram influenciar propriedades de resistência compressão dos CIV incluindo massa molar do polímero, concentração da solução ácida, proporção pó-líquido e presença de agentes quelantes (Nicholson, 1998; Guedes et al., 2015).

Modificações consideráveis, tem sido feitas desde a criação do CIV com o intuito de melhorar principalmente as propriedades mecânicas consideradas relativamente baixas durante a reação de presa inicial (Kaplan et al., 2004; Vieira et al., 2006).

Atualmente, o CIV está disponível no mercado odontológico em diferentes apresentações comerciais com grande variedade de formulações, principalmente

em relação a composição, proporção pó-líquido e tamanho de partículas presentes no material.

Técnicas microscópicas e espectroscópicas são bastante utilizadas para realizar a caracterização de materiais disponibilizando informações complementares em relação ao material estudado (Nicholson, 1998; Queiroz et al., 2012).

A identificação dos componentes presentes no material é importante pois levará a percepção de como o material atua nas propriedades mecânicas, físicas, químicas e biológicas (Guedes et al., 2015).

Sendo assim, esse estudo pretende caracterizar e analisar a constituição da microestrutura química e da superfície do CIV com o propósito de contribuir na compreensão de como a composição presente no CIV atua nas particularidades do material.

4.2 MATERIAIS E MÉTODOS

4.2.1 Amostras estudadas

O estudo analisou três cimentos de ionômero de vidro (CIV), Fuji 9 Gold Label (GC, Japão), Equia Forte (GC, Japão) e Riva Self Cure (SDI, Austrália).

Os CIV utilizados, bem como seu fabricante, composições e características estão descritos no Quadro 4.1, as técnicas de manipulação recomendadas pelo fabricante estão descritas no quadro 4.2.

Quadro 4.1 - Materiais restauradores e seus respectivos fabricantes, composições, lote, validade e cor

Material	Fabricante	Composição	Lote/Validade	Cor
Fuji 9 Gold Label Pó:Líquido	GC, Japão	Pó: sílica, vidro de flúor-alumino-silicato Líquido: ácido poliacrílico, água	1506011 06/2018 1610031 02/10/2019	A2
Equia Forte Cápsula	GC, Japão	Compartimento 1: Ácido poliacrílico, ácido tartárico Compartimento 2: Vidro de flúor alumino-silicato, ácido poliacrílico	1605271 26/05/2018 1709191 18/09/2019	A2
Riva Self Cure Cápsula	SDI, Austrália	Compartimento 1: Fluoreto de silicato de alumínio, ácido poliacrílico Compartimento 2: ácido poliacrílico, ácido tartárico.	B1606142F 09/2018 B1706262F 09/2019	A2

Fonte: A autora

Quadro 4.2 - Materiais restauradores e seus respectivos fabricantes e técnicas de manipulação

Material/Fabricante	Técnica de manipulação
Fuji 9 gold label Pó:Líquido GC, Japão	Proporção pó/líquido 1:1 Dispor o pó e o líquido sobre o bloco de espatulação. Com ajuda de uma espátula de plástico, divida o pó em 2 partes iguais. Misture a primeira parte com todo o líquido durante 10 s. Incorpore a parte restante do pó e misture durante 15-20 s.
Equia Forte Cápsula GC, Japão	Agitar a cápsula para afofar o pó, em seguida, pressionar o êmbolo na parte inferior até nivelar com o corpo da cápsula. Ativar a cápsula uma vez com aplicador, em seguida, posicionar a cápsula no amalgamador, triturar por 10 s, retirar e posicioná-la no aplicador. Apertar o gatilho do aplicador até o cimento de ionômero de vidro atingir o bocal.
Riva Self Cure Cápsula SDI, Australia	Ative a cápsula empurrando o êmbolo até que esteja rente ao corpo da cápsula. Em seguida, coloque a cápsula no amalgamador. Triture por 10 s. Remova imediatamente a cápsula e coloque-a no aplicador. Aperte o gatilho do aplicador até que o material chegue a ponta da cápsula.

Fonte: A autora

Para realizar as análises do estudo, o pó do CIV foi pesado em balança analítica modelo Adventurer (OHAUS, Estados Unidos). Para análise química elementar foi utilizado aproximadamente 3 g do pó de cada CIV, para análise de distribuição de partículas utilizou-se aproximadamente 2 g do pó de cada CIV e para avaliar o peso do CIV foi realizado em 1 medida de pó, ou o pó presente em uma cápsula de cada CIV estudado.

Para a análise em microscópio eletrônico de varredura os espécimes foram preparados de forma aleatorizada por um único operador treinado e calibrado, em ambiente com temperatura constante de 24°C ($\pm 1^\circ\text{C}$).

4.2.2 Análise química elementar

Inicialmente as amostras contendo aproximadamente 3g de cada um dos CIV presentes no estudo foram prensadas (HTP-40, Herzog, Alemanha) e avaliadas pela técnica de fluorescência de raios X (FRX) em espectrômetro S8 Tiger (Bruker, Alemanha) com a calibração Standardless (STD-1), cujo método permite detectar e quantificar os elementos químicos compreendidos entre o flúor e o urânio (Figura 4.1).

A determinação da perda ao fogo (PF) foi realizada com a amostra calcinada em mufla a 1.020°C por 2h.

Figura 4.1 - Tabela periódica ilustrando os elementos compreendidos pelo método Standarless (STD-1) utilizado na espectroscopia de fluorescência de raios-X (FRX)

		Metais alcalinos Metais alcalino-terrosos Metais de transição Lantanídeos Actínídeos										Metais representativos Semi-metais Não metais Halogénios Elementos não detectáveis pela FRX									
1A																		2A		8A	
1	H																		2	He	
	Hidrogénio																			Hélio	
2	Li	3	4											5	6	7	8	9	10	Ne	
	Lítio		Bélio											Boro	Carbono	Nitrogénio	Oxigénio	Flúor		Neónio	
3	Na	11	12											13	14	15	16	17	18	Ar	
	Sódio		Magnésio											Alumínio	Silício	Fósforo	Enxofre	Cloro		Argónio	
4	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36			
	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr			
	Potássio	Cálcio	Escândio	Títânio	Vanádio	Cromo	Manganés	Ferro	Cobalto	Níquel	Cobre	Zinco	Gálio	Germénio	Arsénio	Selénio	Bromo	Criptónio			
5	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54			
	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe			
	Rúbio	Estrôncio	Ítrio	Zircónio	Níbio	Molibdénio	Técneio	Ruténio	Ródio	Paládio	Prata	Cádmio	Índio	Estanho	Antimónio	Telúrio	Iodo	Xenónio			
6	55	56	57-71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86			
	Cs	Ba	*	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn			
	Césio	Bário		Háfénio	Tântalo	Tungsténio	Rénio	Ósmio	Iridio	Platina	Ouro	Mercurio	Tálio	Chumbo	Bismuto	Polónio	Astato	Radónio			
7	87	88	89-103	104	105	106	107	108	109	110	111	112	113	114	115	116	117	118			
	Fr	Ra	**	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Rg	Cn	Uut	Fl	Uup	Lv	Uus	Uuo			
	Frâncio	Rádio		Rutherfordio...	Dúbnio	Seabórgio	Háissio	Meltrénio	Damstádio	Roentgénio	Copernício	Ununtrio	Fleróvio	Ununpentio	Livermório	Ununséptio	Ununoctio				
Nº Atómico Simbolo Nome																					
		* 57 La Lantânio 58 Ce Cério 59 Pr Praseodímio 60 Nd Neodímio 61 Pm Promécio 62 Sm Samário 63 Eu Europio 64 Gd Gadolínio 65 Tb Térbio 66 Dy Disprósio 67 Ho Hólmio 68 Er Érbio 69 Tm Túlio 70 Yb Íterbio 71 Lu Lutécio																			
		** 89 Ac Actínio 90 Th Tório 91 Pa Protactínio 92 U Urânio 93 Np Neptúlio 94 Pu Plutónio 95 Am Amériço 96 Cm Cúrio 97 Bk Berquélio 98 Cf Califórnio 99 Es Einsténio 100 Fm Férmio 101 Md Mendelevíio 102 No Nobelio 103 Lr Lauréncio																			

Fonte: Laboratório LCT-Poli USP

4.2.3 Análise de distribuição de tamanho de partículas

Para realizar a análise de distribuição de partículas, foram necessários 2,0 g do pó de cada um dos CIV presentes no estudo, pesados em balança analítica modelo Adventurer (OHAUS, Estados Unidos).

A determinação da distribuição granulométrica foi realizada em aparelho Master Sizer 2000 VRE5.54 (Malvern Instruments, Reino Unido) pela técnica de difração laser, também conhecida como técnica granulométrica por espalhamento de luz laser de baixo ângulo.

O meio dispersante para leitura e preparo da amostra foi álcool isopropílico. A velocidade da bomba foi 2500 rpm.

Para o preparo das amostras colocou-se 2,0 g do pó de cada CIV em 50 ml de álcool isopropílico sob agitação por 5 min. Em seguida, as amostras de Fuji 9 Gold Label e Riva Self Cure permaneceram em ultrassom por 60 s para que houvesse dispersão adequada das partículas. A amostra de Equia Forte foi excluída da necessidade do uso do ultrassom, por apresentar dispersão adequada das partículas após a agitação no meio dispersante (álcool isopropílico).

O intervalo de tamanho de partículas avaliado foi de 0,020 μm a 2000,000 μm .

O diâmetro médio de Sauter representa a média dos diâmetros de esferas de área superficial igual a das partículas reais.

O tamanho das partículas foi avaliado em porcentagem na amostra.

4.2.4 Peso do cimento de ionômero de vidro

Para avaliar o peso do pó de CIV, as amostras foram divididas em 3 grupos (n=5) de acordo com o material avaliado conforme descrito no sub-item 4.2.1.

Cada uma das amostras continha 1 medida rasa da colher dosadora fornecida pelo próprio fabricante para o CIV Fuji 9 Gold Label, ou o conteúdo total do pó de CIV armazenado no interior de 1 cápsula para Equia Forte e Riva Self Cure.

A pesagem das amostras foi realizada em ambiente fechado, livre de corrente de ar e realizada em balança analítica modelo Adventurer (OHAUS, Estados Unidos).

Após ligar a balança, aguardou-se 20 minutos antes de iniciar a pesagem. Após esse período, realizou-se a determinação da tara, pois o pó de cada amostra foi acondicionado em embalagem plástica padronizada no momento da pesagem. Em seguida, colocou-se cada amostra do material avaliado na balança e fechou-se a capela da balança por completo para evitar que influências externas interferissem na pesagem. Aguardou-se que a aferição estabilizasse para confirmar o resultado obtido.

O valor do peso em gramas de cada amostra de CIV foi considerado como a média das 3 pesagens realizadas para cada uma das amostras.

4.2.5 Análise de imagens da microestrutura e microanálise química

A análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV), foi realizada na superfície de corpos de prova previamente preparados, bem como, no pó do CIV de cada um dos grupos avaliados. Para as análises em MEV, os corpos de prova preparados e o pó do CIV foram divididos em 3 grupos (n=3) de acordo com o CIV como descrito no item 4.2.1.

Para o preparo dos corpos de prova, os espécimes foram manipulados de acordo com as instruções dos respectivos fabricantes (Quadro 4.2) e inseridos em matriz metálica rosqueável com dimensões de 2,0 mm de altura e 6,0 mm de diâmetro.

Uma tira de poliéster cortada foi posicionada na base da matriz, em seguida a segunda parte da matriz foi rosqueada sobre a tira de poliéster. Após manipulação do CIV de acordo com o grupo experimental, o material foi inserido na matriz e imediatamente após inserção, uma tira de poliéster foi posicionada sobre o material na matriz e com ajuda de uma lâmina de vidro e realizou-se pressão digital para acomodação do material.

Os corpos de prova permaneceram no interior da matriz por 15 min previamente a sua remoção. Após a desinclusão dos corpos de prova da matriz, os excessos de material foram removidos com auxílio de lâmina de bisturi, em seguida, os espécimes receberam proteção superficial com vaselina sólida, e armazenados em água destilada a 37°C por 24 h.

Após o período de armazenamento, os corpos de prova foram secos em secadora por 20 horas. Em seguida, permaneceram em secadora a vácuo por 2 horas. Após o processo de secagem, os espécimes foram posicionados em *stubs* de alumínio fixados com fita de carbono dupla-face, logo após, os espécimes foram submetidos a metalização da superfície com platina e analisados em MEV Quanta 600FEG (FEI, Estados Unidos) em modo alto vácuo com abertura de 15 Kev. Foram realizados 4 aumentos para cada amostra, sendo 100X, 1000X, 1200X e 4000X.

Após obtenção das imagens, a microanálise química foi realizada com aumento de 1200X com sistema de espectrômetro de raios X por dispersão de energia - EDS Quantax (Bruker, Alemanha). Foram escolhidas 3 áreas aleatórias para realizar as análises qualitativas e quantitativas.

4.3 RESULTADOS

4.3.1 Análise química elementar

A composição química dos materiais avaliados está exposta no quadro 4.3 e os valores expressos foram normalizados a 100%

Quadro 4.3 - Porcentagem de cada elemento químico presente nos cimentos de ionômero de vidro avaliados e porcentagem da perda ao fogo (PF)

Elemento químico	Fuji 9 Gold Label	Equia Forte	Riva Self Cure
F	13,6	16,9	11,4
Na₂O	1,81	3,41	2,00
Al₂O₃	29,1	25,7	26,5
SiO₂	27,8	23,1	27,2
P₂O₅	3,55	3,59	3,61
SO₃	0,186	0,083	0,149
Cl	0,032	0,023	--
K₂O	0,034	3,29	--
CaO	0,070	0,064	0,084
TiO₂	0,326	0,079	--
Fe₂O₃	0,038	0,038	0,023
NiO	--	--	0,004
CuO	--	--	0,007
ZnO	--	--	0,014
SrO	9,87	7,17	13,4
BaO	0,191	0,083	0,128
La₂O₃	<0,001	2,53	---
PF	13,3	14,0	15,5

A amostra do Fuji 9 Gold Label é constituída principalmente por F (13,6%), Na₂O (1,81%), Al₂O₃ (29,1%), SiO₂ (27,8%), P₂O₅ (3,55%), Cl (0,032%), K₂O (0,034%), TiO₂ (0,326%) SrO (9,87%), BaO (0,191%).

A amostra do Equia Forte é constituída principalmente por F (16,9%), Na₂O (3,41%), Al₂O₃ (25,7%), SiO₂ (23,1%), P₂O₅ (3,59%), Cl (0,023%), K₂O (3,29%), TiO₂ (0,079%), SrO (7,17%), BaO (0,083%), La₂O₃ (2,53%).

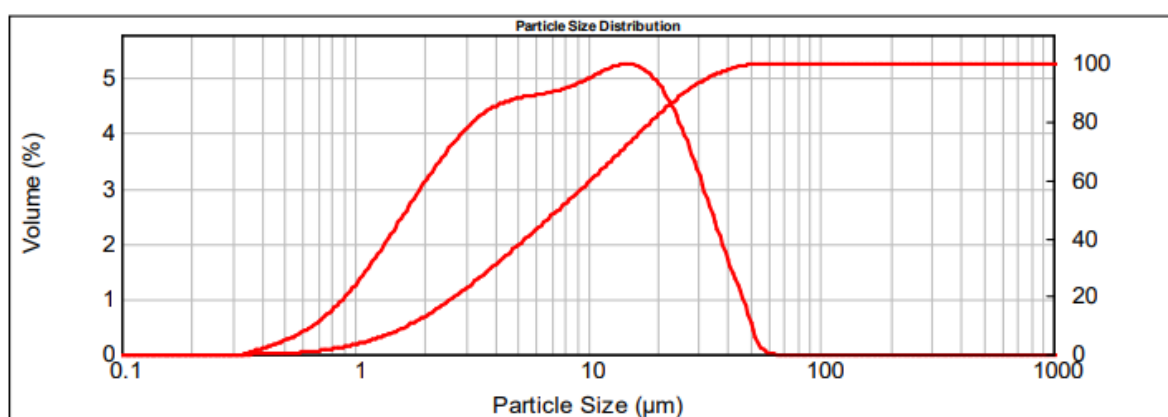
A amostra do Riva Self Cure é constituída principalmente por F (11,4%), Na₂O (2,00%), Al₂O₃ (26,5%), SiO₂ (27,2%), P₂O₅ (3,61%), NiO (0,004%), CuO (0,007%), ZnO (0,014%), SrO (13,4%), BaO (0,128%).

4.3.2 Análise de distribuição de tamanho de partículas

As análises de distribuição de tamanho de partículas para os seguintes CIVs Fuji 9 Gold Label (Anexo A), Equia Forte (Anexo B) e Riva Self Cure (Anexo C).

O gráfico 4.1 apresenta a distribuição do tamanho de partículas do pó de CIV Fuji 9 Gold Label.

Gráfico 4.1 – Distribuição do tamanho de partículas do pó de cimento de ionômero de vidro Fuji 9 Gold Label



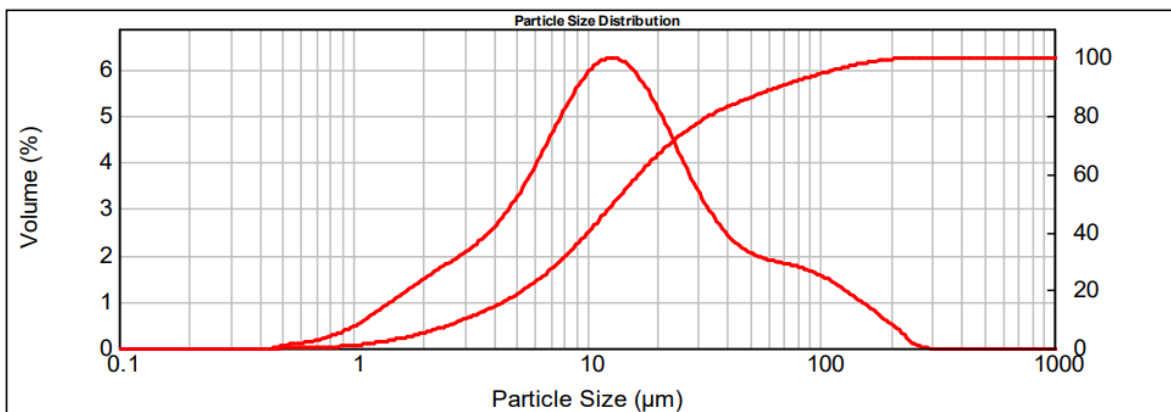
Segundo os valores apresentados pela curva acumulativa (Gráfico 4.1), o pó do CIV Fuji 9 Gold Label apresenta 10% de partículas com tamanho abaixo de 1,714μm, 50% de partículas presentes possuem tamanho abaixo de 7,570μm e por fim, 90% das partículas possuem tamanho abaixo de 26,067μm.

A curva de frequência apresentada no gráfico 4.1 é classificada como bimodal, sendo que um dos picos está localizado mais à esquerda do gráfico, o que equivale a uma população de partículas com menor tamanho.

O diâmetro médio de Sauter corresponde a $4,102\mu\text{m}$ e o valor do diâmetro médio de volume corresponde a $11,136\mu\text{m}$.

O gráfico 4.2 apresenta a distribuição do tamanho de partículas do pó de CIV Equia Forte.

Gráfico 4.2 – Distribuição do tamanho de partículas do pó de cimento de ionômero de vidro Equia Forte



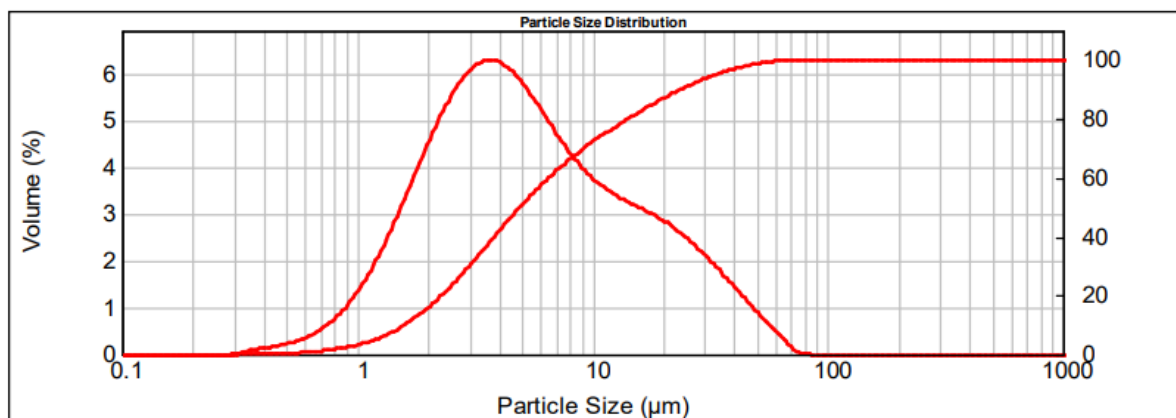
Já para o pó do CIV Equia Forte, os valores apresentados pela curva acumulativa (Gráfico 4.2), apresenta 10% de partículas com tamanho abaixo de $3,017\mu\text{m}$, 50% de partículas presentes possuem tamanho abaixo de $13,064\mu\text{m}$ e por fim, 90% das partículas possuem tamanho abaixo de $66,617\mu\text{m}$.

A curva de frequência apresentada no gráfico 4.2 é classificada como unimodal, sendo que a base da curva apresenta maior volume deslocado para o lado direito do gráfico, o que equivale a uma população de partículas com maiores tamanhos.

O diâmetro médio de Sauter corresponde a $7,168\mu\text{m}$ e o valor do diâmetro médio de volume corresponde a $25,688\mu\text{m}$.

O gráfico 4.3 apresenta a distribuição do tamanho de partículas do pó de CIV Riva Self Cure.

Gráfico 4.3 – Distribuição do tamanho de partículas do pó de cimento de ionômero de vidro Riva Self Cure



Segundo os resultados apresentados pela curva acumulativa (Gráfico 4.3), o pó do CIV Riva self cure apresenta 10% de partículas com tamanho abaixo de 1,590µm, 50% de partículas presentes possuem tamanho abaixo de 4,903µm e por fim, 90% das partículas possuem tamanho abaixo de 23,641µm.

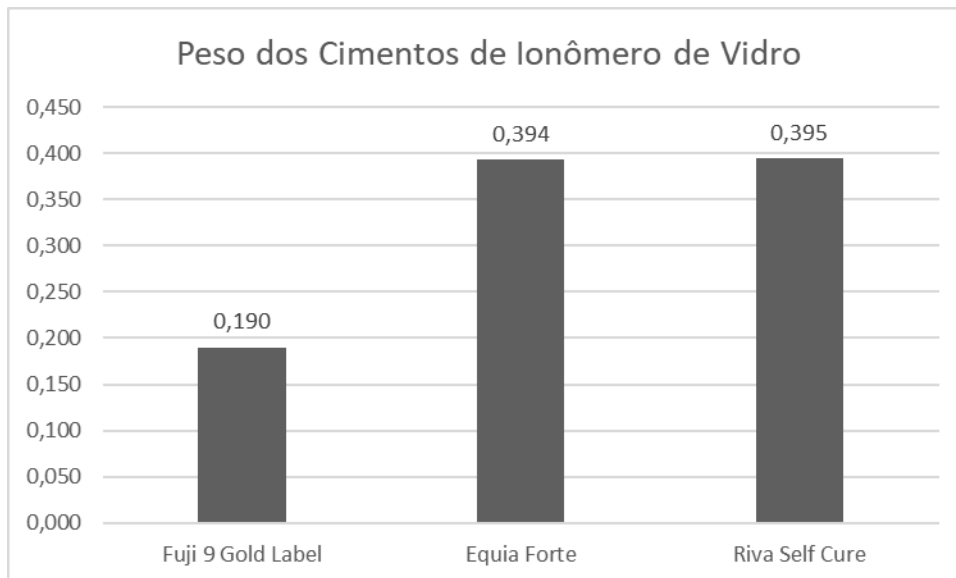
A curva de frequência apresentada no gráfico 4.3 é classificada como bimodal, sendo que um dos picos está localizado mais à esquerda do gráfico, o que equivale a uma população de partículas de tamanhos menores.

O diâmetro médio de Sauter corresponde a 3,442µm e o valor do diâmetro médio de volume corresponde a 9,260µm.

4.3.3 Peso dos cimentos de ionômero de vidro

A quantidade de pó de CIV presente na cápsula de Equia Forte e Riva Self Cure equivalem a aproximadamente o dobro de 1 medida padronizada com a colher dosadora do pó de CIV Fuji 9 Gold Label na versão pó-líquido. Portanto, como observado no gráfico 4.4, os CIVs encapsulados possuem peso semelhante.

Gráfico 4.4 – Peso médio em gramas dos cimentos de ionômero de vidro Fuji 9 Gold Label, Equia Forte e Riva Self Cure

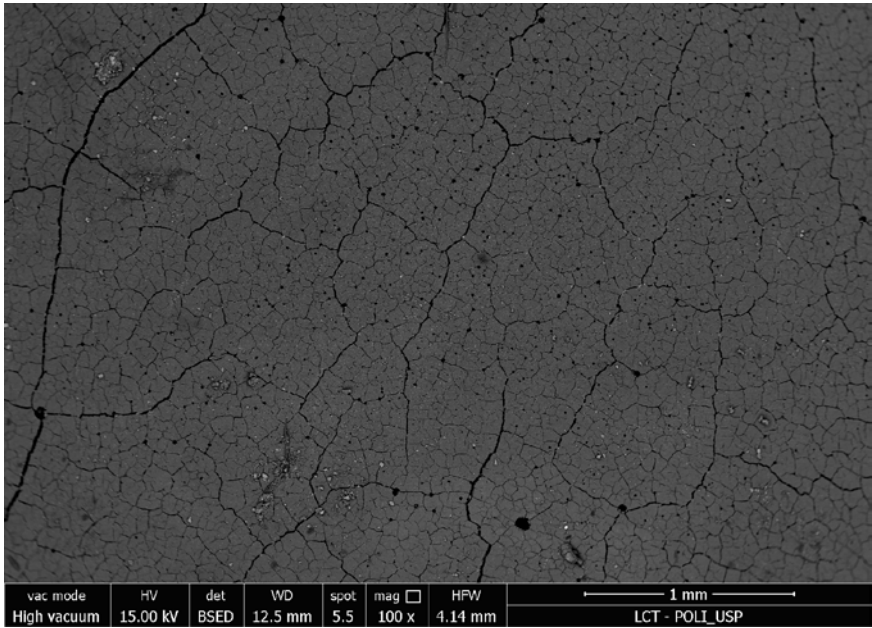


Fonte: A autora

4.3.4 Análise de imagens da microestrutura e microanálise química

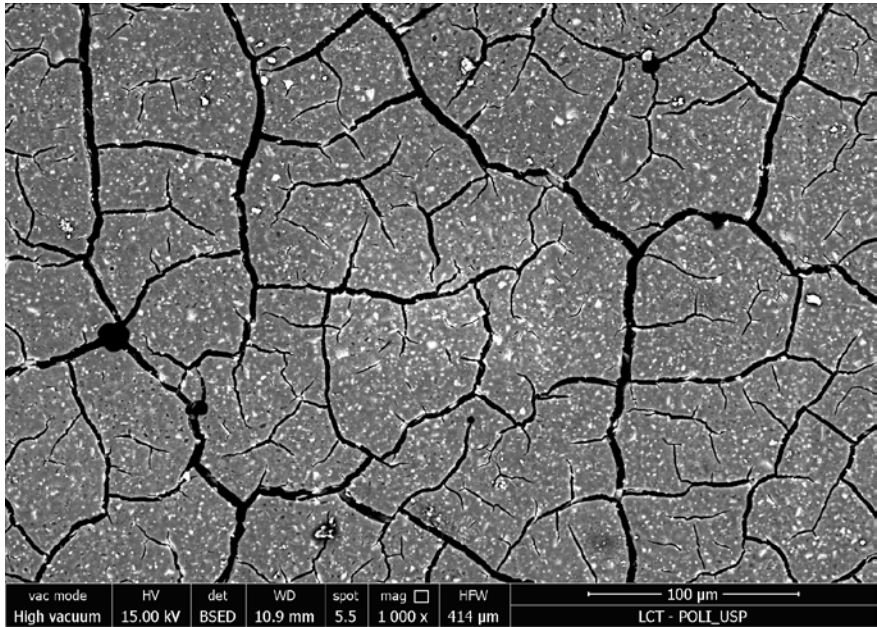
As figuras 4.2 – 4.4 representam fotomicrografias da superfície do corpo de prova do CIV Fuji 9 Gold Label obtidas por meio de MEV com aumentos de 100X (Figura 4.2), 1000X (Figura 4.3) e 4000X (Figura 4.4).

Figura 4.2 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X – Fuji 9 Gold Label



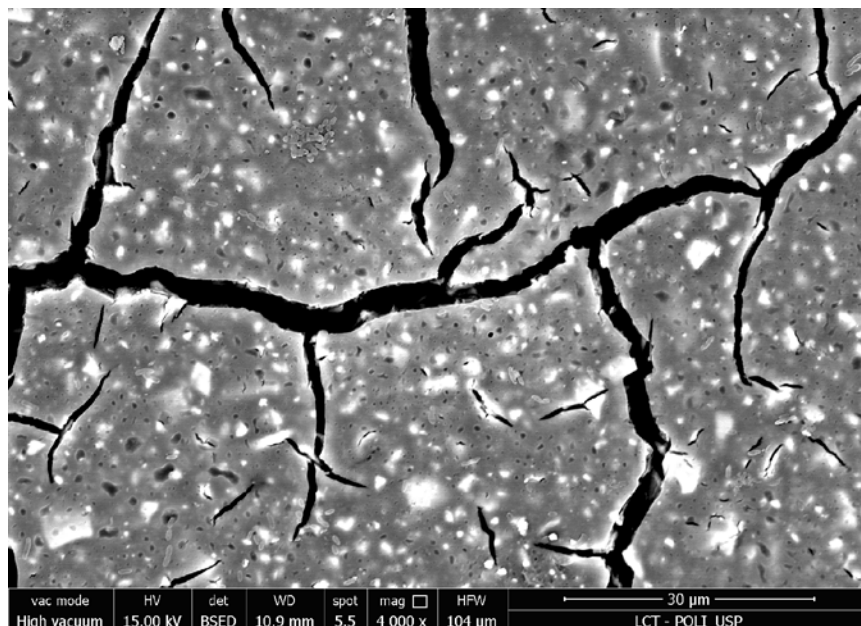
Fonte: A autora

Figura 4.3 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X – Fuji 9 Gold Label



Fonte: A autora

Figura 4.4 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X – Fuji 9 Gold Label

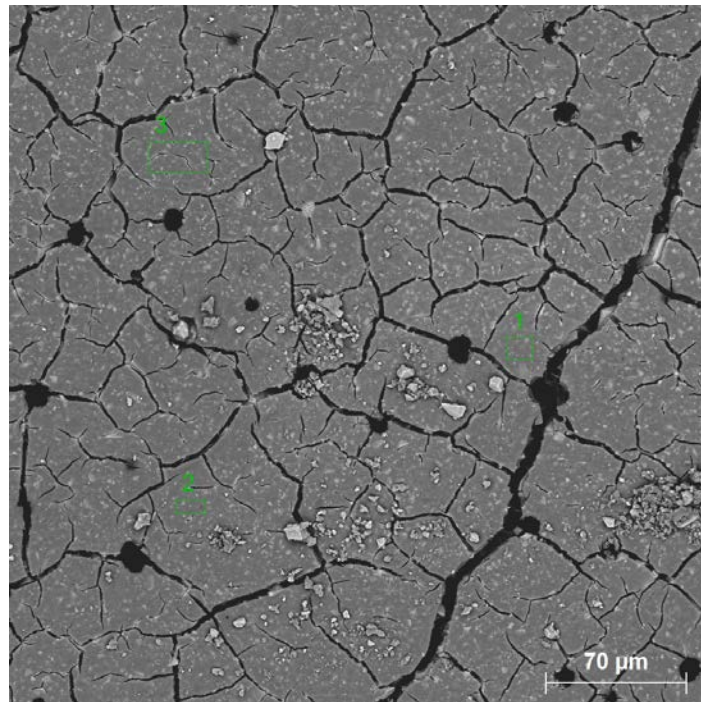


Fonte: A autora

A microanálise química da composição do CIV foi realizada com aumento de 1200X e a figura 4.5 representa a superfície analisada do corpo de prova de CIV Fuji 9 Gold Label. Foram selecionadas 3 áreas menores (indicadas com algarismos de 1 a 3) de forma aleatória para avaliar e quantificar os elementos químicos presentes por EDS. A figura 4.6 apresenta os 3 gráficos dos espectros elaborados, sendo que a abscissa corresponde a energia dos fótons (keV) e a ordenada corresponde ao número de fótons recebidos (contagens) em cada uma das análises realizadas nas respectivas áreas selecionadas.

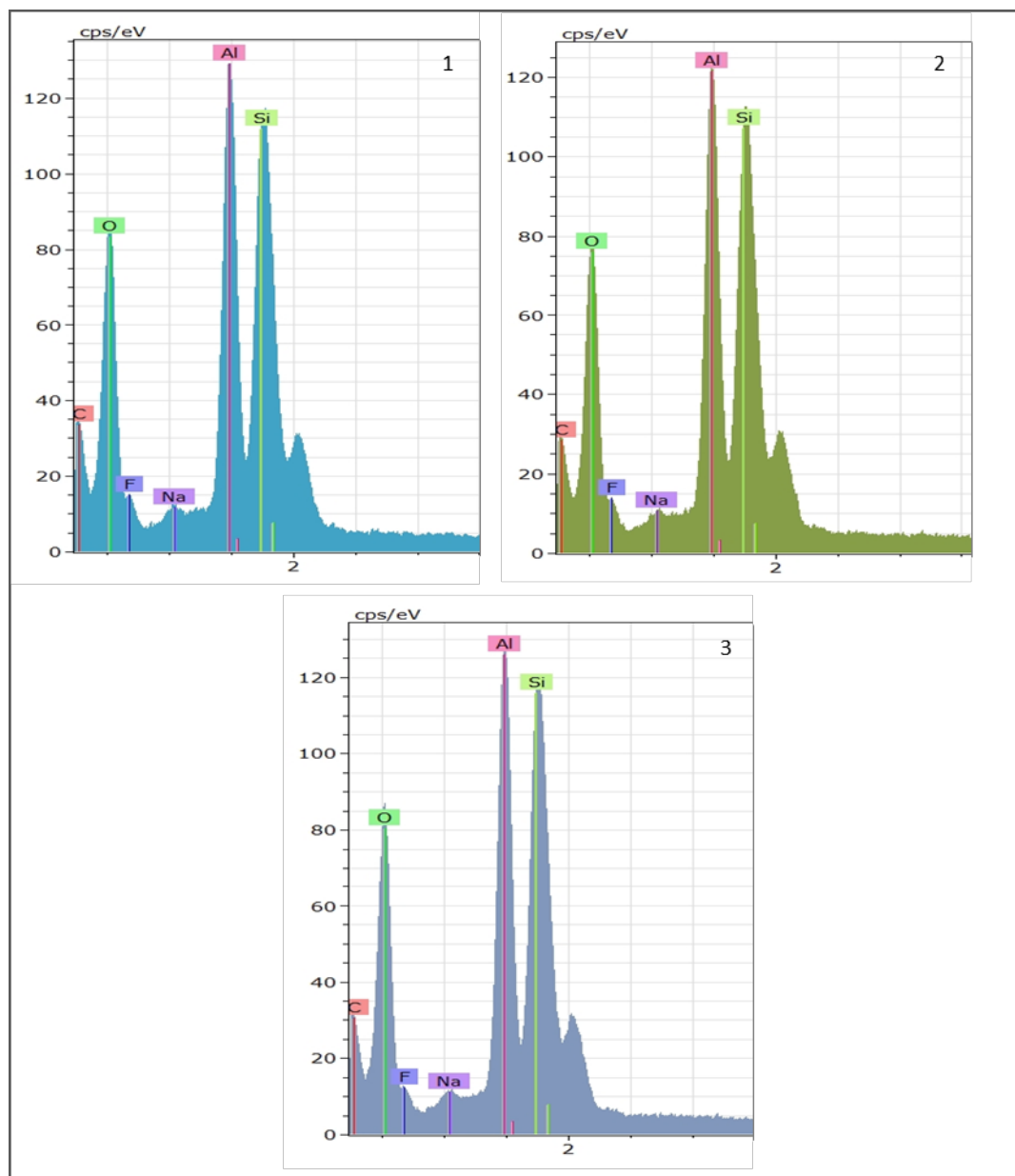
Os valores expressos em porcentagem de massa de cada elemento químico presente no CIV Fuji 9 Gold Label nos 3 espectros analisados e a média estão descritos na tabela 4.1.

Figura 4.5 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X -. Microanálise química da composição do CIV Fuji 9 Gold Label nas áreas selecionadas com os Algarismos de 1 a 3



Fonte: A autora

Figura 4.6 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do CIV Fuji 9 Gold Label por EDS



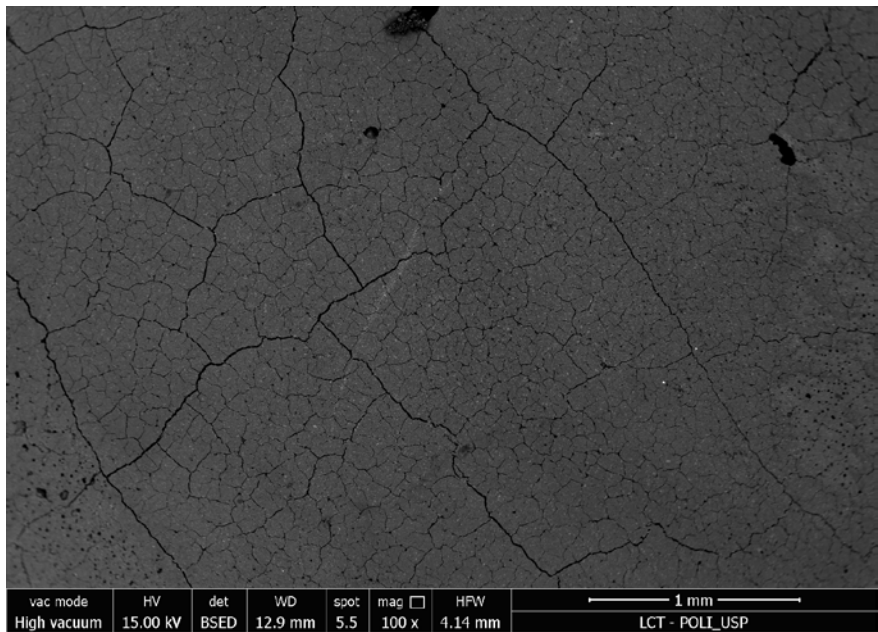
Fonte: A autora

Tabela 4.1 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no CIV Fuji 9 Gold Label - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido

ESPECTRO	C	O	F	NA	AL	SI
1	28,23	31,78	7,48	0,90	13,79	17,83
2	27,57	31,52	7,21	0,62	14,24	18,85
3	27,88	32,13	6,13	0,72	14,16	18,98
VALOR MÉDIO	27,89	31,81	6,94	0,75	14,06	18,55

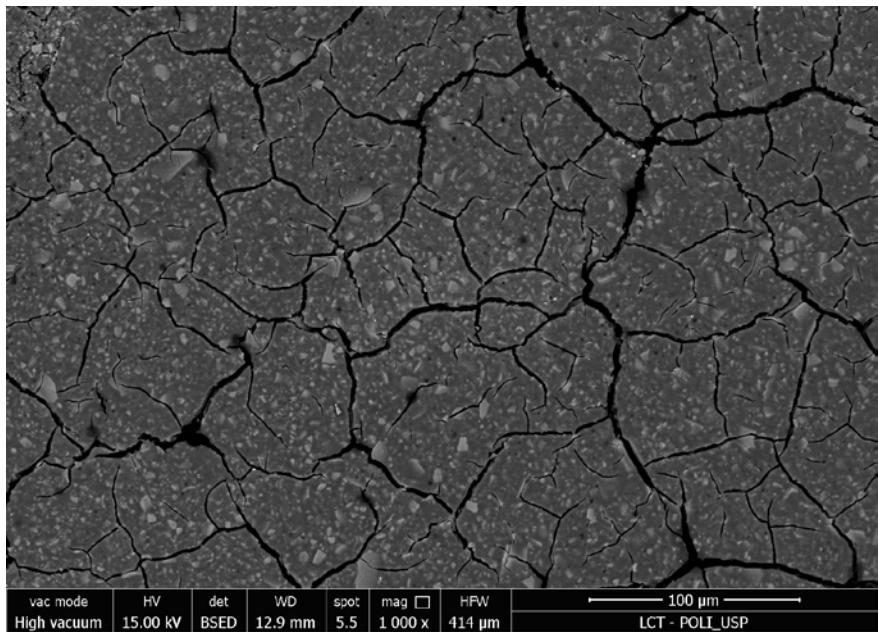
As figuras 4.7 – 4.9 representam fotomicrografias da superfície do corpo de prova do CIV Equia Forte obtidas por meio de MEV com aumentos de 100X (Figura 4.7), 1000X (Figura 4.8) e 4000X (Figura 4.9).

Figura 4.7 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X – Equia Forte



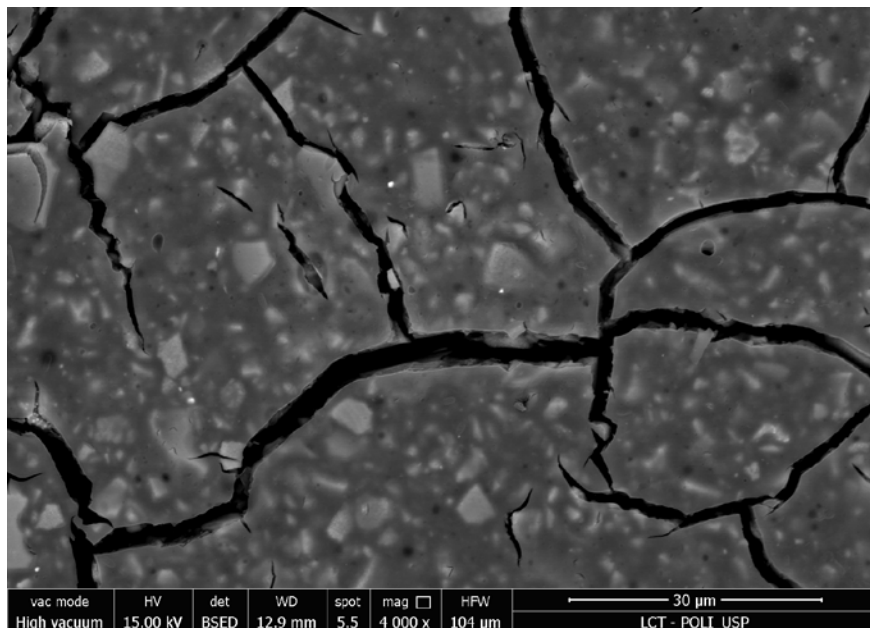
Fonte: A autora

Figura 4.8 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X – Equia Forte



Fonte: A autora

Figura 4.9 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X – Equia Forte

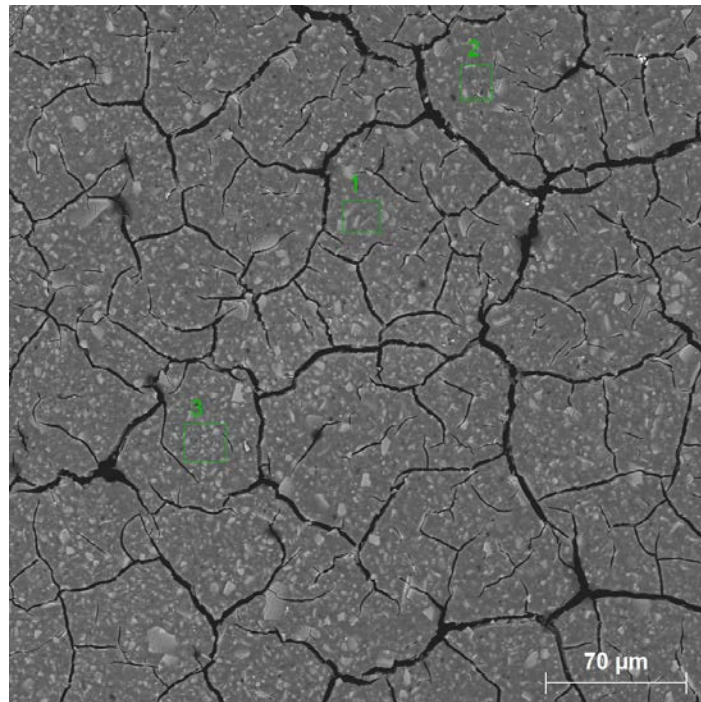


Fonte: A autora

A figura 4.10 representa a superfície analisada do corpo de prova de CIV Equia Forte com aumento de 1200X. Para realizar a microanálise química do material, foram selecionadas 3 áreas (indicadas com algarismos de 1 a 3) de forma aleatória para avaliar e quantificar os elementos químicos presentes por EDS. A figura 4.11 apresenta os 3 gráficos dos espectros elaborados.

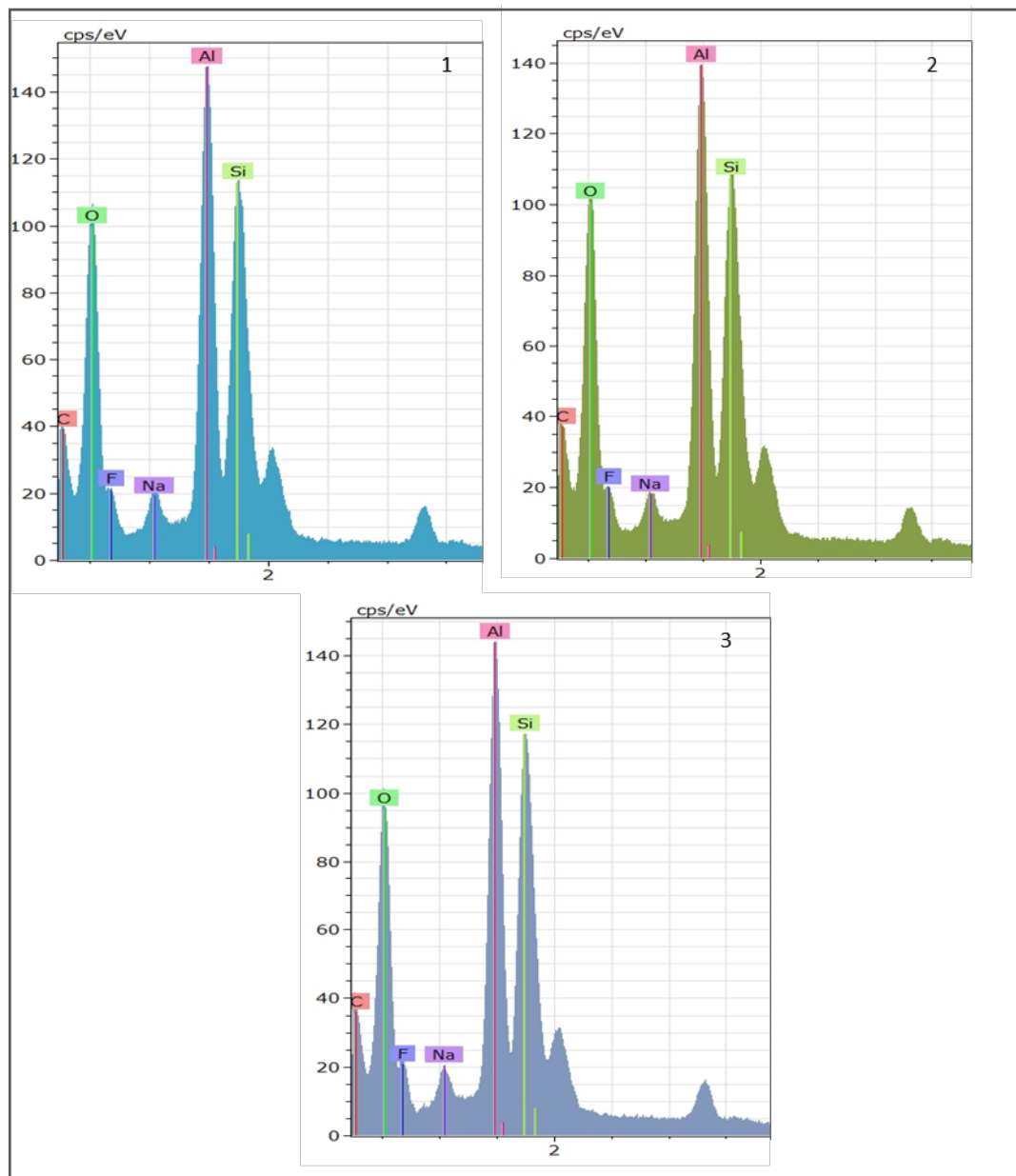
Os valores expressos em porcentagem de massa de cada elemento químico presente no CIV Equia Forte nos 3 espectros analisados e a média estão descritos na tabela 4.2.

Figura 4.10 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X -. Microanálise química da composição do CIV Equia Forte nas áreas selecionadas com os algarismos de 1 a 3



Fonte: A autora

Figura 4.11 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do CIV Equia Forte por EDS



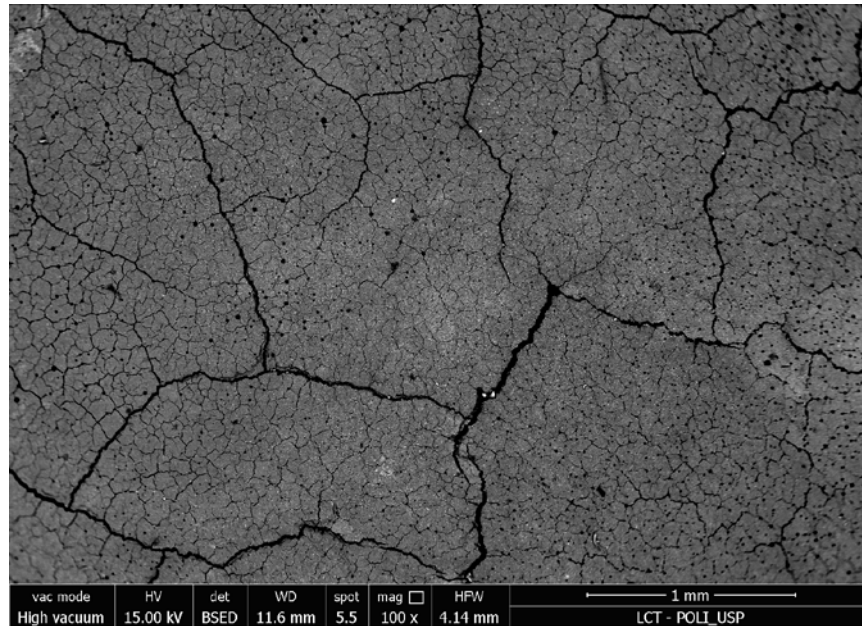
Fonte: A autora

Tabela 4.2 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no CIV Equia Forte - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido

Espectro	C	O	F	Na	Al	Si
1	27,40	32,49	9,96	1,81	14,01	14,33
2	27,22	32,96	10,15	1,72	13,75	14,21
3	27,32	31,92	10,08	1,69	13,90	15,09
Valor médio	27,31	32,46	10,06	1,74	13,88	14,54

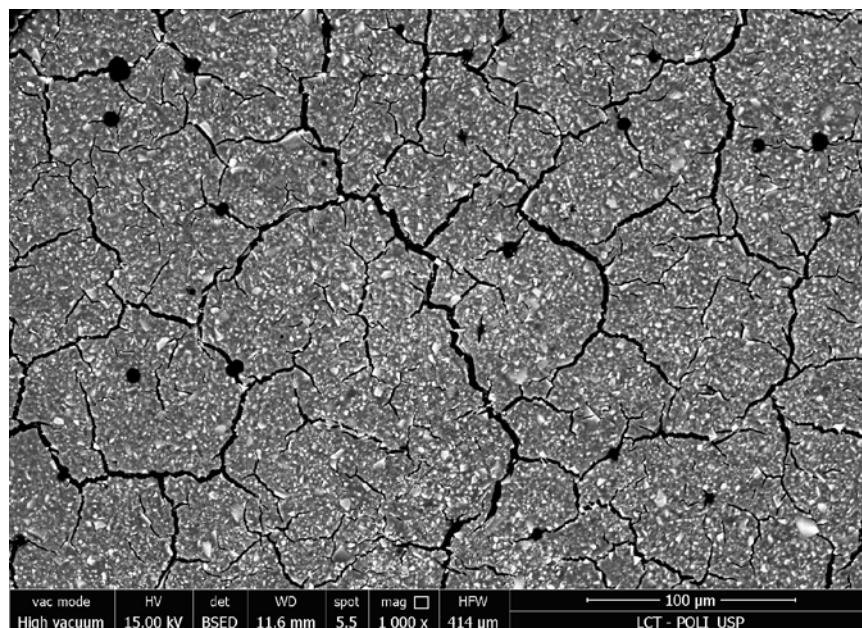
As figuras 4.12 – 4.14 representam fotomicrografias da superfície do corpo de prova do CIV Riva Self Cure obtidas por meio de MEV com aumentos de 100X (Figura 4.12), 1000X (Figura 4.13) e 4000X (Figura 4.14).

Figura 4.12 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X – Riva Self Cure



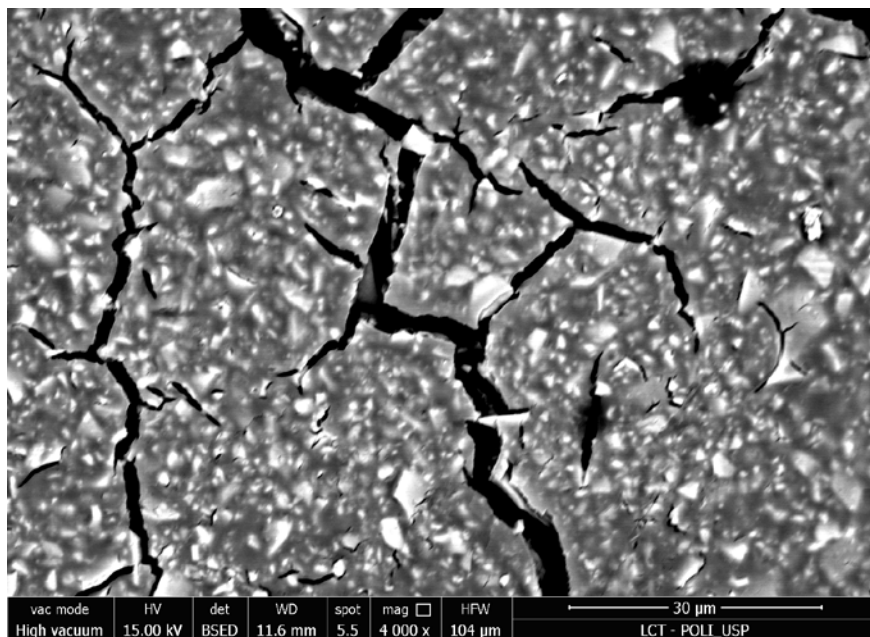
Fonte: A autora

Figura 4.13 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X – Riva Self Cure



Fonte: A autora

Figura 4.14 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X – Riva Self Cure

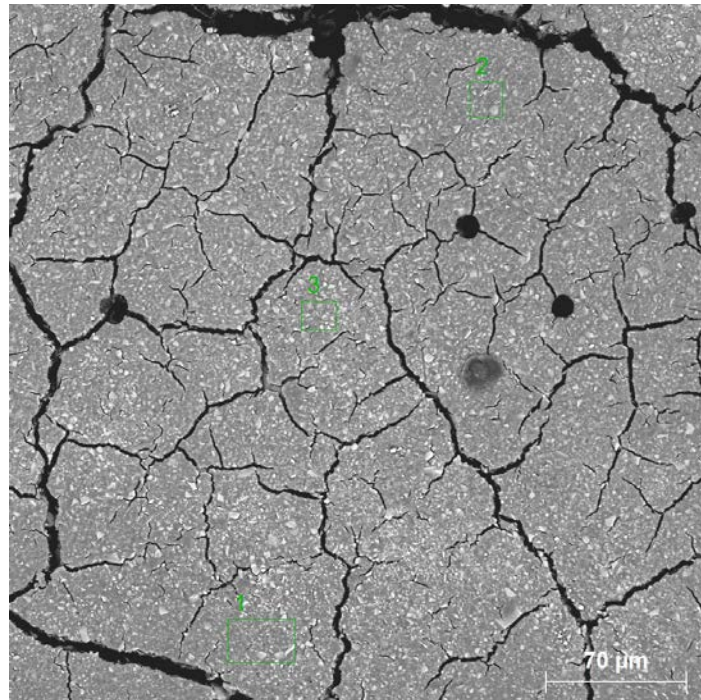


Fonte: A autora

A figura 4.15 representa a superfície analisada do corpo de prova de CIV Riva Self Cure com aumento de 1200X. Para realizar a microanálise química do material, foram selecionadas 3 áreas (indicadas com algarismos de 1 a 3) de forma aleatória para avaliar e quantificar os elementos químicos presentes por EDS. A figura 4.16 apresenta os 3 gráficos dos espectros elaborados.

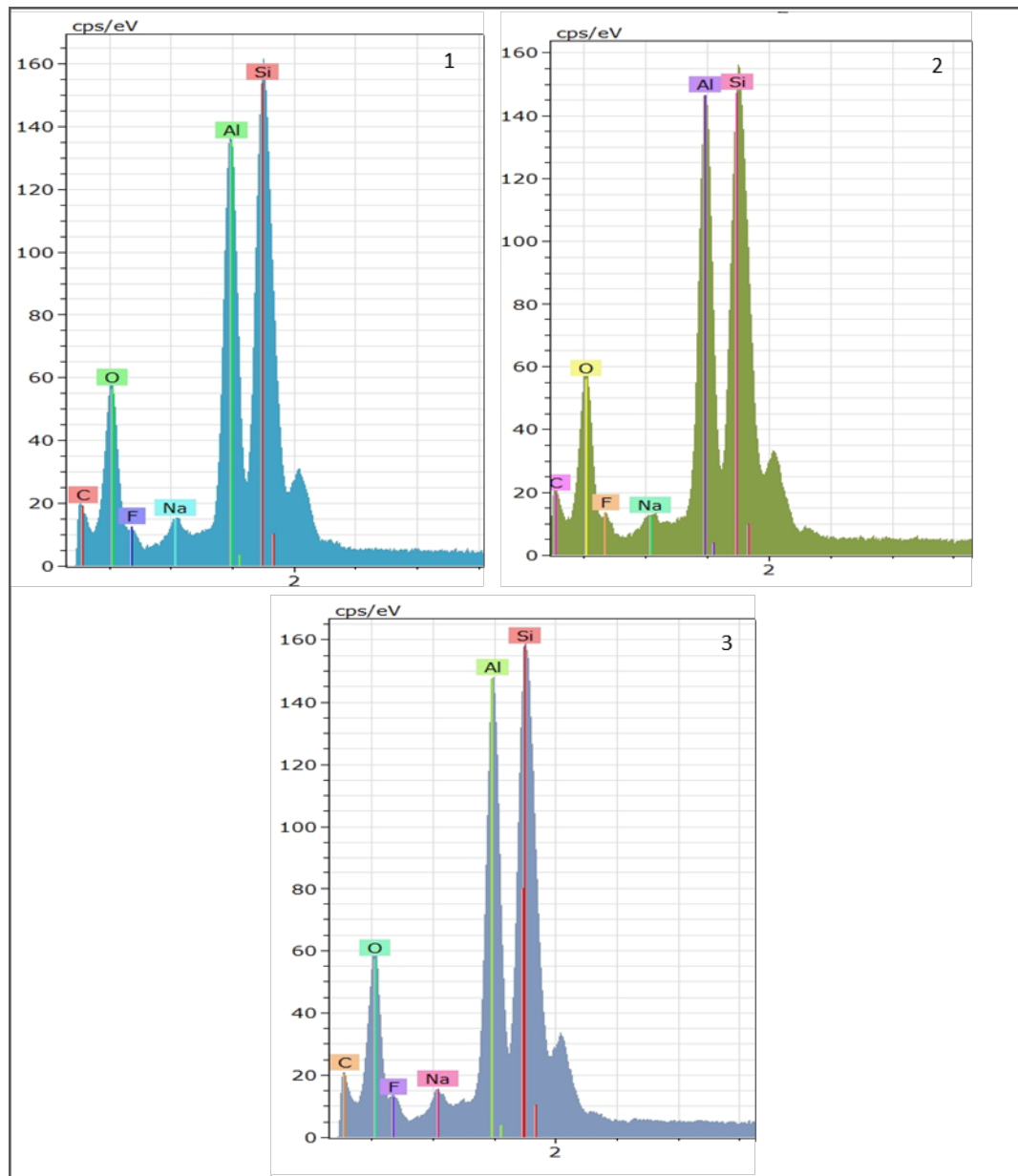
Os valores expressos em porcentagem de massa de cada elemento químico presente no CIV Riva Self Cure nos 3 espectros analisados e a média estão descritos na tabela 4.3.

Figura 4.15 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X -. Microanálise química da composição do CIV Riva Self Cure nas áreas selecionadas com os algarismos de 1 a 3



Fonte: A autora

Figura 4.16 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do CIV Riva Self Cure por EDS



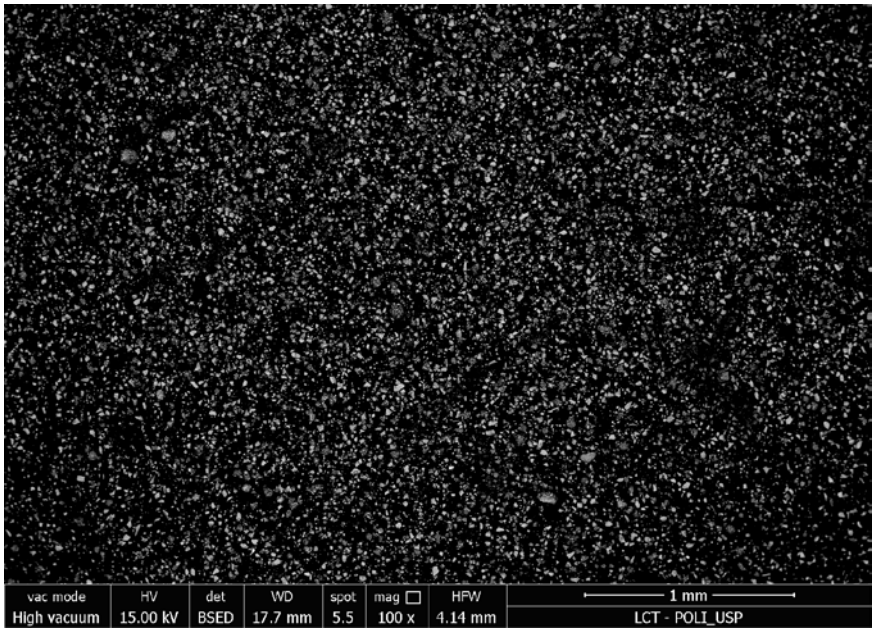
Fonte: A autora

Tabela 4.3 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no CIV Riva Self Cure - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido

Espectro	C	O	F	Na	Al	Si
1	24,35	25,83	5,24	0,94	16,66	26,98
2	25,09	25,46	5,35	0,58	17,09	26,44
3	24,19	25,23	5,64	0,74	17,10	27,11
Valor Médio	24,54	25,51	5,41	0,75	16,95	26,84

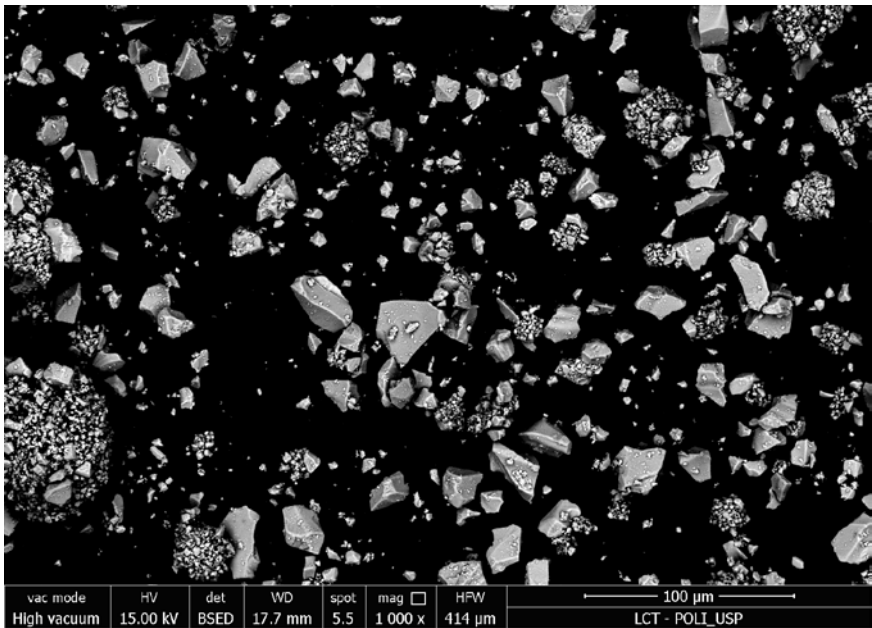
As figuras 4.17 – 4.19 representam fotomicrografias do pó de CIV Fuji 9 Gold Label obtidas por meio de MEV com aumentos de 100X (Figura 4.17), 1000X (Figura 4.18) e 4000X (Figura 4.19).

Figura 4.17 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X - pó de CIV Fuji 9 Gold Label



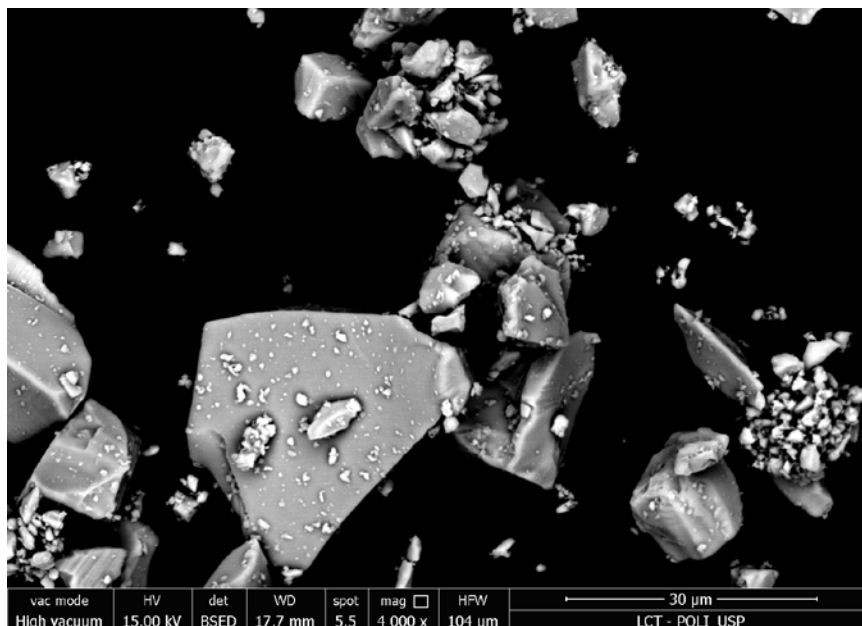
Fonte: A autora

Figura 4.18 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X – pó de CIV Fuji 9 Gold Label



Fonte: A autora

Figura 4.19 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X - pó de CIV Fuji 9 Gold Label

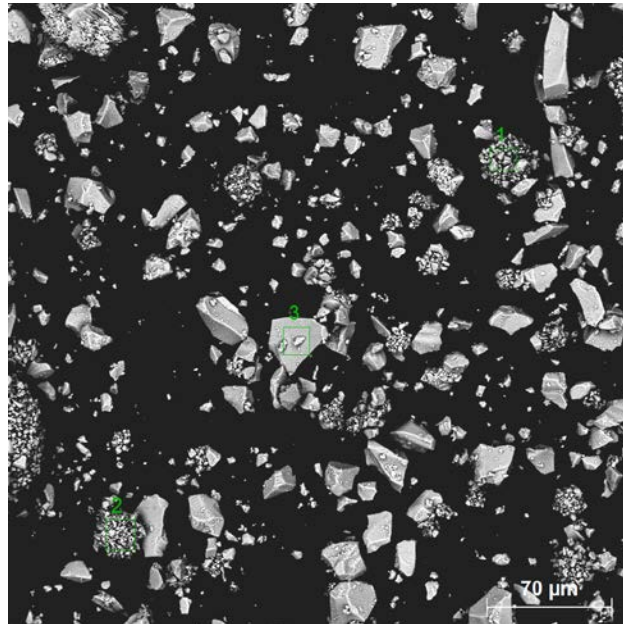


Fonte: A autora

A microanálise química da composição do pó do CIV Fuji 9 Gold Label foi realizada com aumento de 1200X (Figura 4.20). Foram selecionadas 3 áreas menores (indicadas com algarismos de 1 a 3) de forma aleatória para avaliar e quantificar os elementos químicos presentes por EDS. A figura 4.21 apresenta os 3 gráficos dos espectros elaborados, realizadas nas respectivas áreas selecionadas.

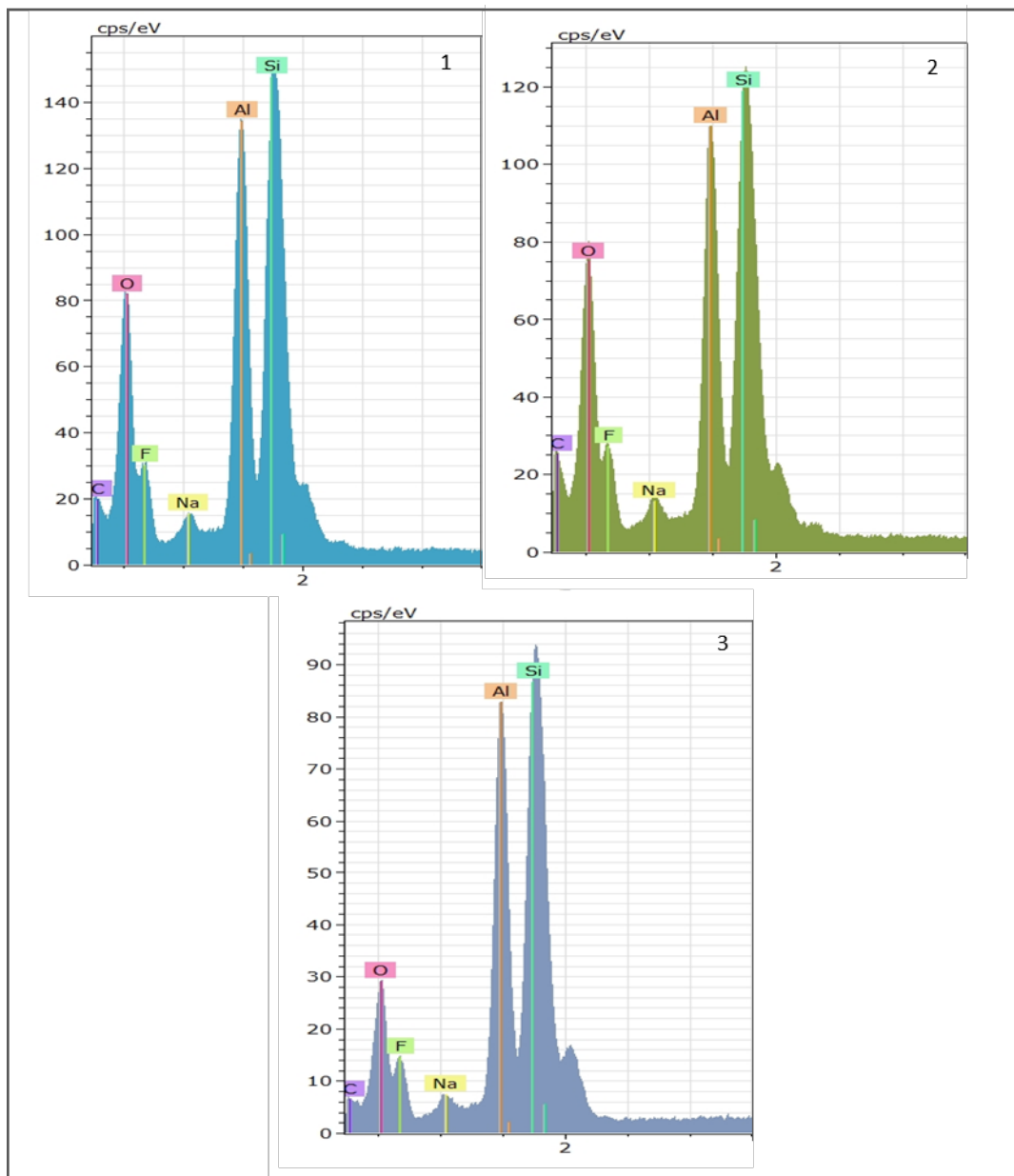
Os valores expressos em porcentagem de massa de cada elemento químico presente no pó de CIV Fuji 9 Gold Label nos 3 espectros analisados e a média estão descritos na tabela 4.4.

Figura 4.20 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X – Microanálise química da composição do pó de CIV Fuji 9 Gold Label nas áreas seleccionadas com os algarismos de 1 a 3



Fonte: A autora

Figura 4.21 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do pó de CIV Fuji 9 Gold Label por EDS



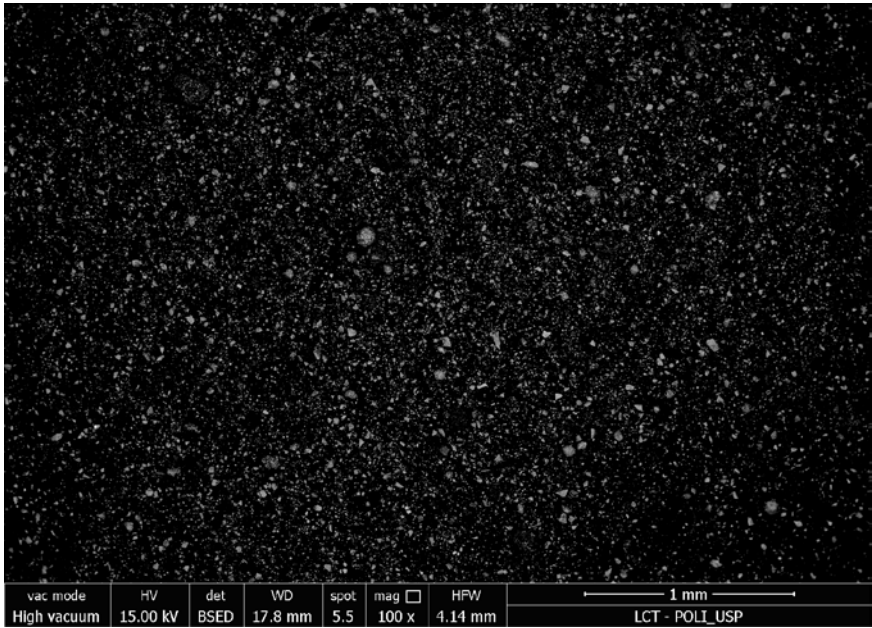
Fonte: A autora

Tabela 4.4 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no pó de CIV Fuji 9 Gold Label - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido

ESPECTRO	C	O	F	NA	AL	SI
1	20,84	27,14	14,81	1,24	13,77	22,20
2	23,67	27,33	15,62	1,43	12,41	19,54
3	18,40	21,28	12,55	0,83	17,30	29,64
VALOR MÉDIO:	20,97	25,25	14,33	1,17	14,50	23,79

As figuras 4.22 – 4.24 representam fotomicrografias do pó de CIV Equia Forte obtidas por meio de MEV com aumentos de 100X (Figura 4.22), 1000X (Figura 4.23) e 4000X (Figura 4.24).

Figura 4.22 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X - pó de CIV Equia Forte



Fonte: A autora

Figura 4.23 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X - pó de CIV Equia Forte

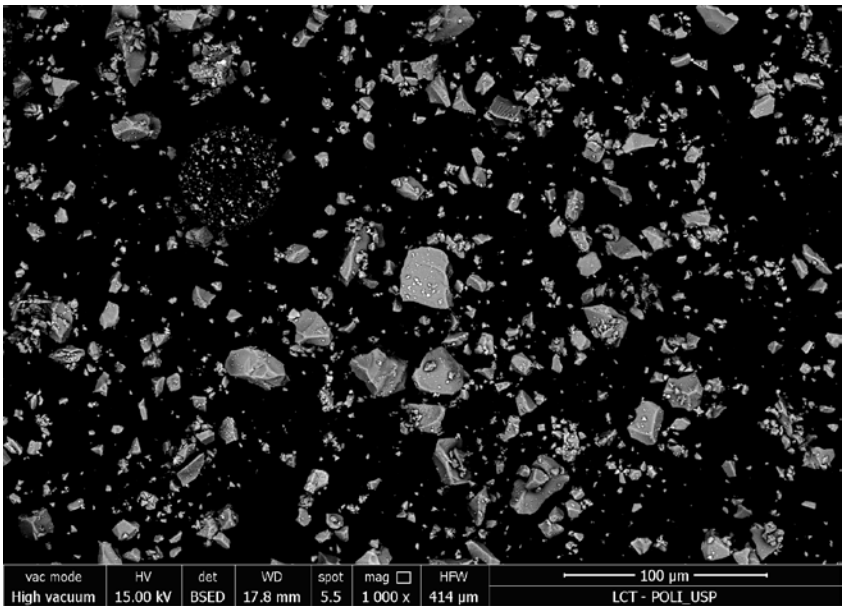
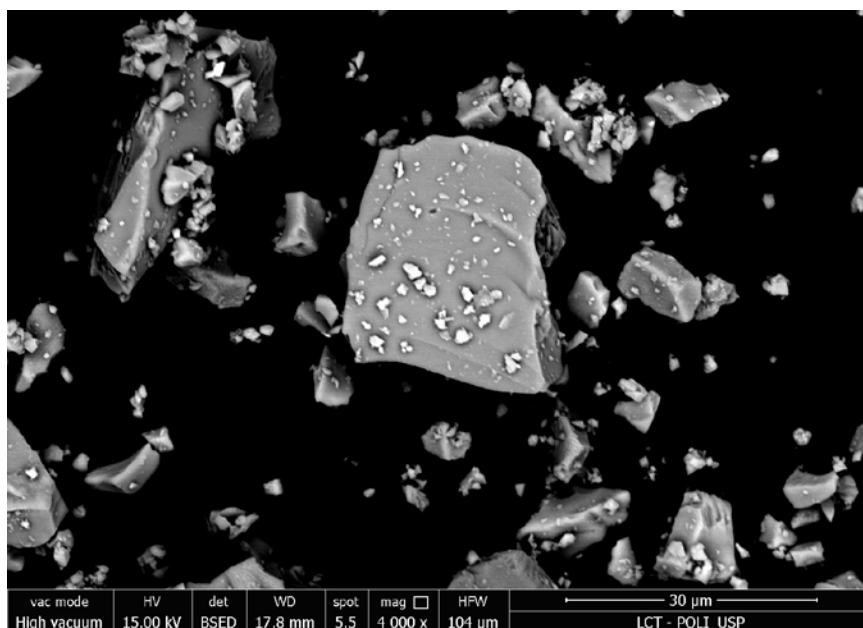


Figura 4.24 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X - pó de CIV Equia Forte

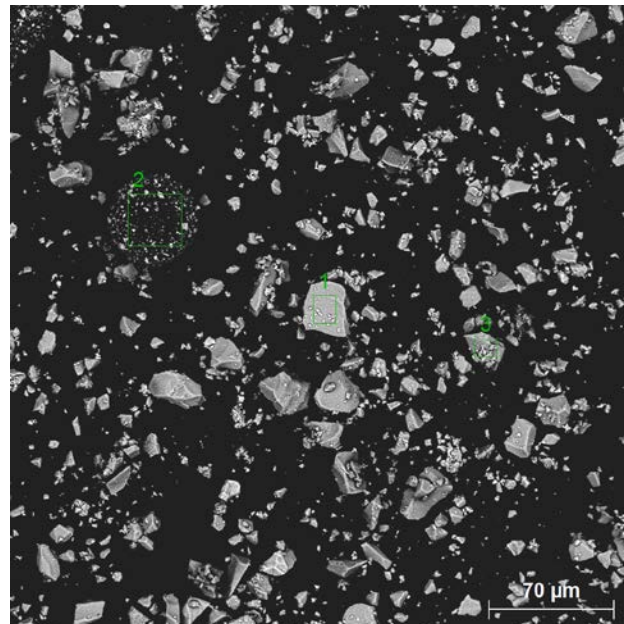


Fonte: A autora

A microanálise química da composição do pó de CIV Equia Forte foi realizada com aumento de 1200X, a figura 4.25 representa a superfície analisada do pó de CIV Equia Forte. Foram selecionadas 3 áreas menores (indicadas com algarismos de 1 a 3) de forma aleatória para avaliar e quantificar os elementos químicos presentes por EDS. A figura 4.26 apresenta os 3 gráficos dos espectros elaborados em cada uma das análises realizadas nas respectivas áreas selecionadas.

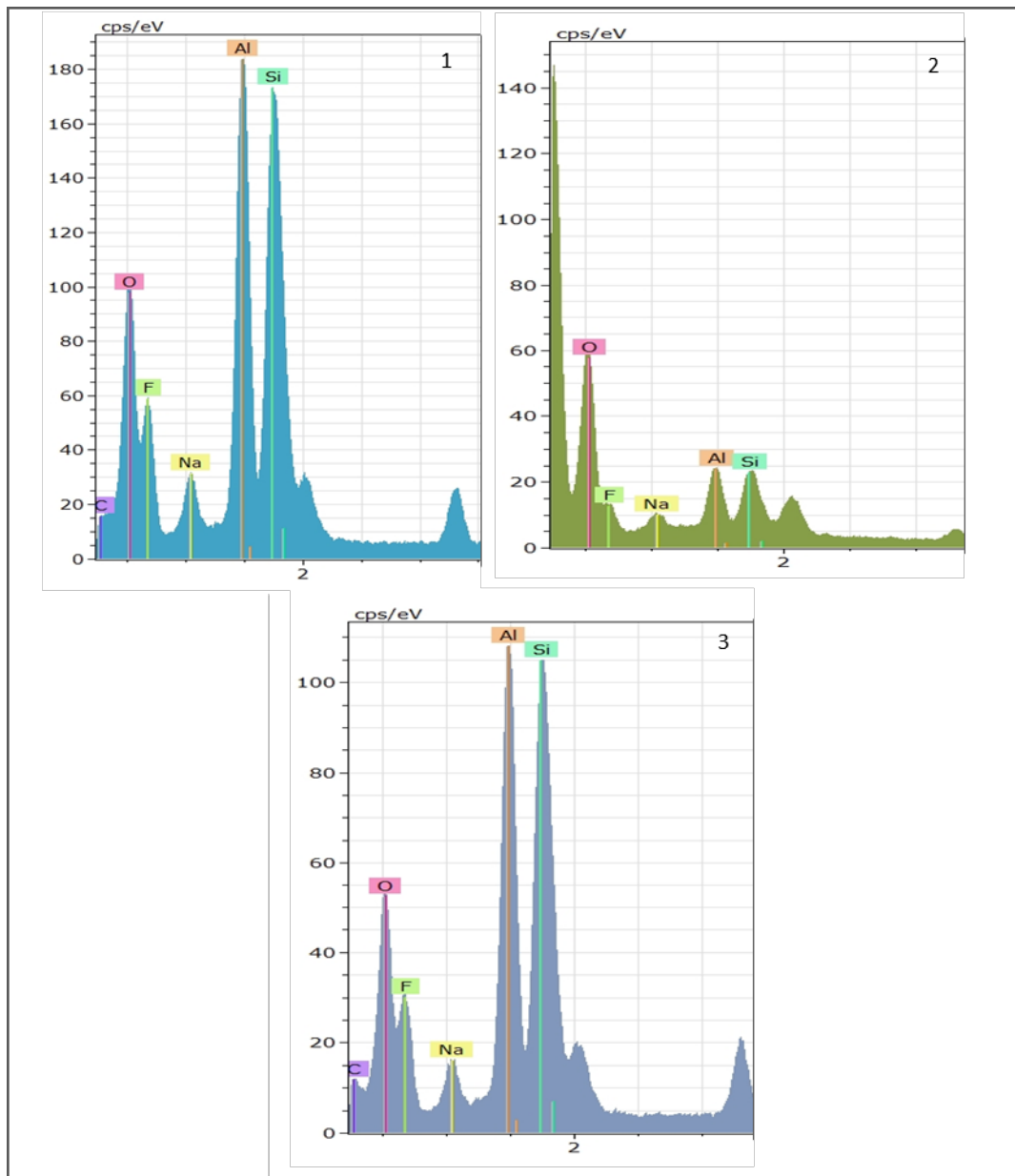
Os valores expressos em porcentagem de massa de cada elemento químico presente no pó de CIV Equia Forte nos 3 espectros analisados e a média estão descritos na tabela 4.5.

Figura 4.25 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X – Microanálise química da composição do pó de CIV Equia Forte nas áreas selecionadas com os Algarismos de 1 a 3



Fonte: A autora

Figura 4.26 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do pó de CIV Equia Forte por EDS



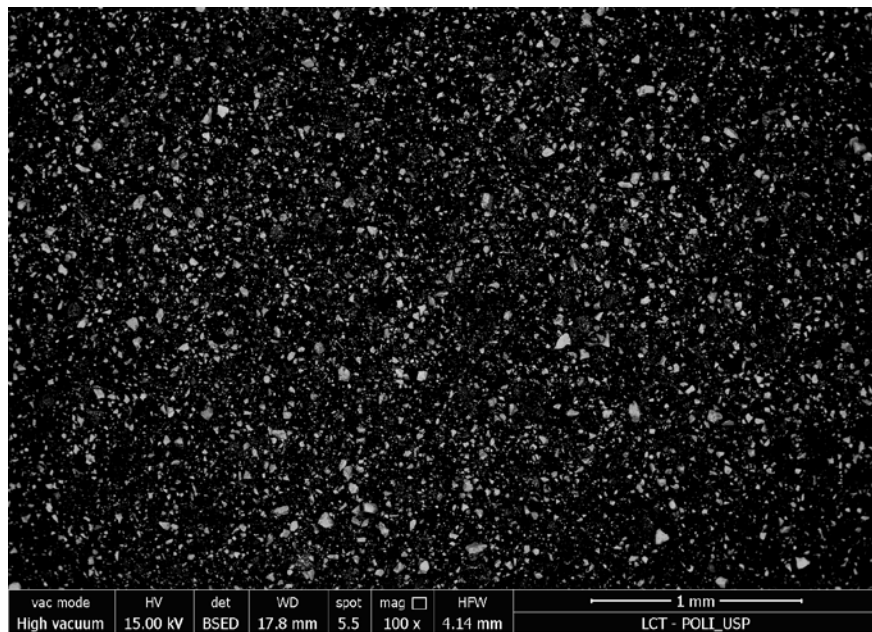
Fonte: A autora

Tabela 4.5 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no pó de CIV Equia Forte - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido

ESPECTRO	C	O	F	NA	AL	SI
1	15,54	24,57	21,79	2,84	15,49	19,78
2		42,63	29,68	5,69	9,86	12,14
3	17,99	23,68	19,94	2,11	15,58	20,70
VALOR MÉDIO:	16,76	30,29	23,80	3,55	13,64	17,54

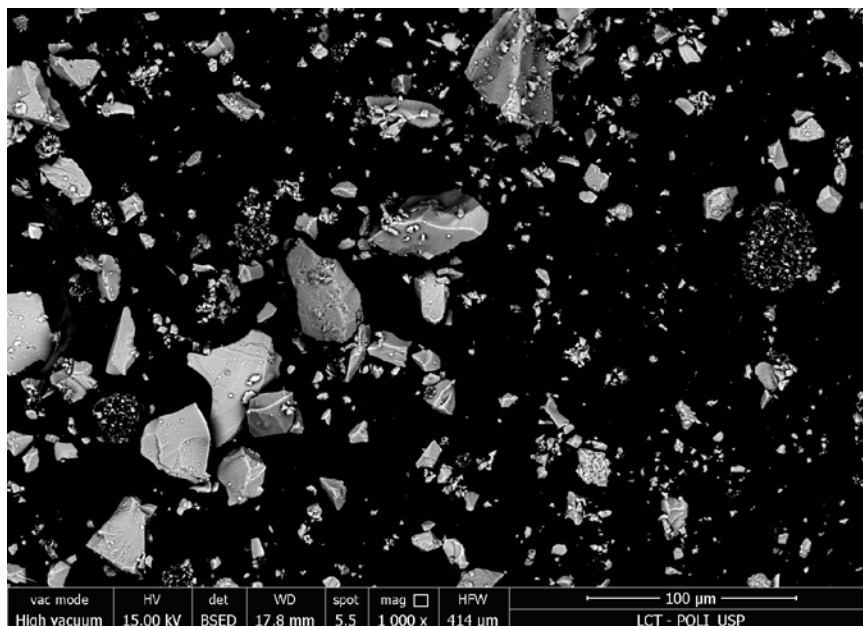
As figuras 4.27 – 4.29 representam fotomicrografias do pó de CIV Riva Self Cure obtidas por meio de MEV com aumentos de 100X (Figura 4.27), 1000X (Figura 4.28) e 4000X (Figura 4.29).

Figura 4.27 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 100X - pó de CIV Riva Self Cure



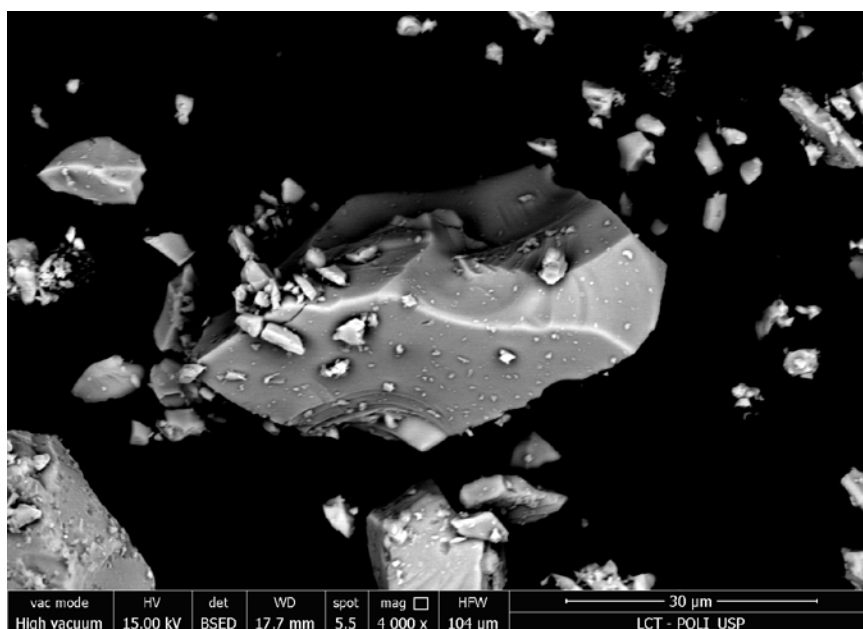
Fonte: A autora

Figura 4.28 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1000X - pó de CIV Riva Self Cure



Fonte: A autora

Figura 4.29 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 4000X - pó de CIV Riva Self Cure



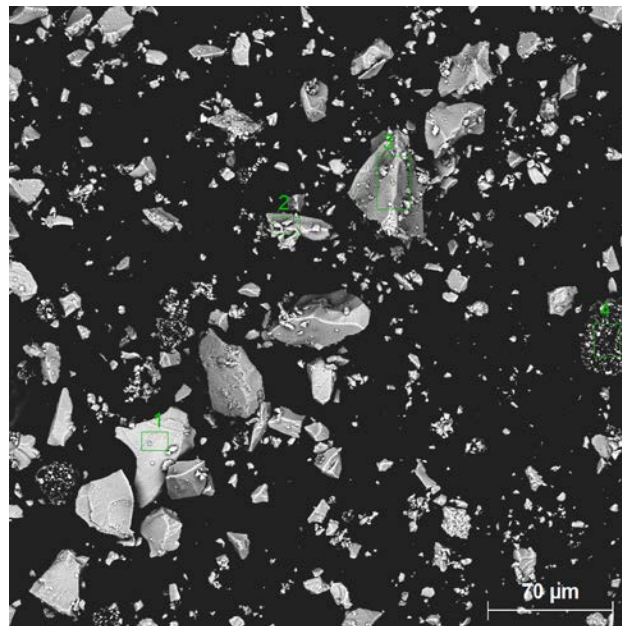
Fonte: A autora

A figura 4.30 representa a fotomicrografia do pó do CIV Riva Self Cure com aumento de 1200X para microanálise química da composição do pó do CIV. Foram

selecionadas 3 áreas menores (indicadas com algarismos de 1 a 3) de forma aleatória para avaliar e quantificar os elementos químicos presentes por EDS. A figura 4.31 apresenta os 3 gráficos dos espectros elaborados em cada uma das análises realizadas nas respectivas áreas selecionadas.

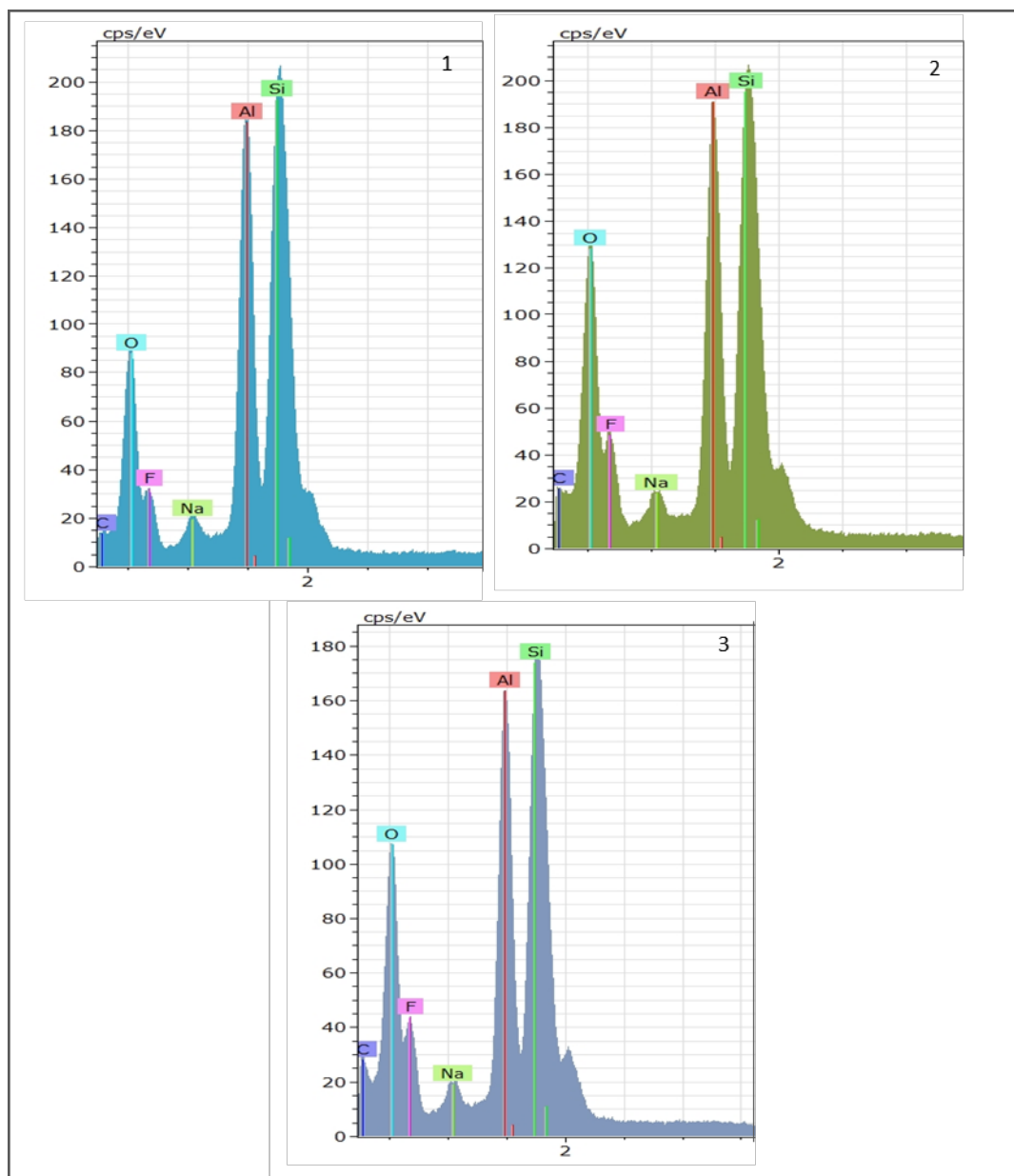
Os valores expressos em porcentagem de massa de cada elemento químico presente no pó do CIV Riva Self Cure nos 3 espectros analisados e a média estão descritos na tabela 4.6.

Figura 4.30 - Fotomicrografia em MEV com aumento de 1200X – Microanálise química da composição do pó de CIV Riva Self Cure nas áreas selecionadas com os algarismos de 1 a 3



Fonte: A autora

Figura 4.31 - Imagens dos espectros representativos das 3 áreas selecionadas em MEV para microanálise química da composição do pó de CIV Riva Self Cure por EDS



Fonte: A autora

Tabela 4.6 - Porcentagem em massa (%) dos principais elementos químicos presentes no pó do CIV Riva Self Cure - espectro de 3 áreas analisadas por EDS e o valor médio obtido

ESPECTRO	C	O	F	NA	AL	SI
1	16,52	25,60	12,69	1,57	16,72	26,91
2	18,91	28,14	17,00	1,90	13,33	20,72
3	21,35	27,06	16,60	1,69	13,07	20,23
VALOR MÉDIO:	18,93	26,93	15,43	1,72	14,37	22,62

4.4 DISCUSSÃO

A adição de elementos químicos são fortes aliados para conferir melhores propriedades para o CIV.

O resultado da análise química elementar, revelou que os elementos químicos que aparecem em maior porcentagem nos CIVs avaliados são Al_2O_3 , SiO_2 e F confirmando os achados de Guedes et al. (2015) e Sidhu e Nicholson, (2016). A presença do F é importante, pois mesmo em baixas concentrações tem a capacidade de proteção contra a desmineralização.

Para melhorar a capacidade de radiopacidade elementos como Ba (Freire et al., 2013), Sr (Iqbal, 2012; Sidhu e Nicholson, 2016), além de Zn e La são acrescentados na composição do CIV (Iqbal, 2012). Observamos a presença de BaO nos CIVs avaliados, sendo a maior concentração encontrada no Fuji 9 Gold Label (0,191%), Zn foi encontrado apenas em Riva Self Cure (0,014%) e La_2O_3 está presente em Equia Forte (2,53%).

Quando os elementos Na, Ca e Al são adicionados, é induzida a formação de áreas mais básicas nas partículas de vidro, tornando mais susceptíveis para que ocorra o ataque ácido quando comparado a sílica pura (Nicholson, 1998; Iqbal, 2012).

O elemento P_2O_5 está presente em concentrações semelhantes nos CIV avaliados. A presença de fósforo na composição, permite que o tempo de trabalho seja prolongado, além de aumentar a dureza superficial (Iqbal, 2012).

A análise de distribuição de partículas realizada, mostrou que dentre os 3 materiais avaliados, CIV Equia Forte apresenta predominância de partículas maiores, enquanto Riva Self Cure apresentou predominância de partículas de menor tamanho. O resultado da análise, evidenciou que no CIV Equia Forte 90% de partículas tem tamanho abaixo de $66,617\mu\text{m}$, valor 2,5 vezes maior do que encontrado em Fuji 9 Gold Label, e 2,8 vezes maior do que o tamanho de partículas presentes em Riva Self Cure.

A curva de frequência do CIV Equia Forte é a mais homogênea e mais próxima de uma curva gaussiana, enquanto que as curvas de frequência de Fuji 9 Gold Label e Riva Self Cure apresentam-se nitidamente deslocadas para esquerda, ou seja, confirmam predomínio de partículas menores.

A redução do tamanho das partículas é uma das estratégias para acelerar a reação de presa e melhorar as propriedades mecânicas do CIV (Yap et al., 2003; Azevedo et al., 2012; Punnnathara et al. 2017, Iqbal, 2012).

Segundo Yap et al. (2003) e Kaplan et al. (2004) as partículas de menor tamanho resultam em maior área superficial para que ocorra interação do vidro com o ácido promovendo, portanto, uma taxa de maturação mais rápida.

As micrografias das amostras preparadas dos materiais presentes no estudo obtidas por meio de MEV, permitiram observar de um modo geral boa interação das partículas com a matriz, o que resulta em homogeneidade na matriz polimérica. As superfícies dos corpos de prova dos três materiais avaliados apresentam trincas e fendas que podem ser atribuídas a fatores como, processo da reação de presa do material, período de secagem das amostras e ao alto vácuo utilizado no MEV.

Nas micrografias das amostras com aumento de 400X e 4000X, CIV Fuji 9 Gold Label e Riva Self Cure apresentam superfície com predominância de partículas com tamanhos homogêneos e de menor tamanho quando comparados a Equia Forte, o qual pudemos observar maior variabilidade no tamanho das partículas evidenciando a presença de partículas maiores em toda superfície do corpo de prova esses achados confirmam os resultados encontrados na análise de distribuição de partículas.

Freire et al. (2013) afirma que durante a manipulação do material, as partículas de tamanhos reduzidos são melhor incorporadas a matriz polimérica, havendo, portanto, maior empacotamento das partículas. Concordamos com tal afirmação, pois as partículas menores são capazes de preencher os espaços vazios causados pelas partículas de maior tamanho.

A composição química evidenciada no espectro de EDS corrobora com os resultados da análise química realizada e confirmam os achados de Freire et al. (2013).

4.5 CONCLUSÃO

Concluimos que a caracterização e análise da constituição da microestrutura do CIV permite identificar sua composição química, tornando possível acrescentar elementos químicos capazes de melhorar as particularidades do material

4.6 REFERÊNCIAS²

Azevedo ER, Coldebella CR, de Souza JF, Zuanon ACC. Effect of ultrasonic excitation on the ultimate tensile strength of glass ionomer cements after different water storage times. *Rev Odontol UNESP* 2012 July-Aug; 41(4): 221-5.

Iqbal K. Particle size variations in the glass component of glass-ionomer dental cements. *J Ayub Med Coll Abbottabad*. 2012 Apr-Jun;24(2):41-3.

Freire WP, Barbosa RC, Castanha EMM, Barbosa EF, Fook MVL. Desenvolvimento e caracterização microestrutural e mecânica de cimentos de ionômero de vidro. *R Eletrônica Materiais Processos*. 2013; 8(2):87-95.

Guedes OA, Borges ÁH, Bandeca MC, Nakatani MK, de Araújo Estrela CR, de Alencar AH, Estrela C. Chemical and structural characterization of glass ionomer cements indicated for atraumatic restorative treatment. *J Contemp Dent Pract*. 2015 Jan 1;16(1):61-7.

Kaplan AE, Williams J, Billington RW, Braden M, Pearson GJ. Effects of variation in particle size on biaxial flexural strength of two conventional glass-ionomer cements. *J Oral Rehabil*. 2004 Apr;31(4):373-8. doi: 10.1046/j.1365-2842.2003.01234.x

Nicholson JW. Chemistry of glass-ionomer cements: a review. *Biomaterials*. 1998 Mar;19(6):485-94.

Punnathara S, Krishnakumar R, Govindarajan M, Kanaran M, Philip ST, Nair AS, Peter J. A Comparative Evaluation of the Influence of Command Set Methods on Microleakage of Glass Ionomer Cement: An In Vitro Study. *J Clin Diagn Res*. 2017 Jun;11(6):ZC12-ZC15. doi: 10.7860/JCDR/2017/25830.9993.

Queiroz JRC, Marocho SS, Benetti P, Tango RN, Nogueira Junior L. Métodos de caracterização de materiais para pesquisa em odontologia. *RFO UPF* 2012; 17(1): 106-12.

Salomão-Miranda F, Wanssa N, Raggio DP, Bonini, GAVC, Imparato JCP. Influência do tipo de espátula e da superfície de manipulação na dureza Knoop dos cimentos de ionômero de vidro. *Pesq Bras Odontopediatria Clín Integrada*. 2013; 3: 225-31.

² De acordo com estilo Vancouver

Sidhu SK, Nicholson JW. A Review of Glass-Ionomer Cements for Clinical Dentistry. *J Appl Biomater Funct Mater*. 2016 Jun 28;7(3). pii: E16. doi: 10.3390/jfb7030016

Tolidis K, Dionysopoulos D, Gerasimou P, Sfeikos T. Effect of radiant heat and ultrasound on fluoride release and surface hardness of glass ionomer cements. *J Appl Biomater Funct Mater*. 2016 Nov 2;14(4):e463-e469. doi: 10.5301/jabfm.5000292.

Vieira IM, Louro RL, Atta MT, Navarro MFL, Francisconi PAS. O cimento de ionômero de vidro na odontologia. *Rev Saúde*. 2006;2(1):75-84.

Yap AU, Pek YS, Cheang P. Physico-mechanical properties of a fast-set highly viscous GIC restorative. *J Oral Rehabil*. 2003 Jan;30(1):1-8.

5 CONCLUSÃO FINAL

A aceleração da reação de presa do CIV encapsulado por meio de aquecimento da cápsula e uso de ultrassom não influenciou as propriedades biomecânicas avaliadas.

Para melhorar a performance dos cimentos de ionômero de vidro, modificações na composição química e microestruturais de partículas quando realizados pelo fabricante, são eficazes e seguros no aprimoramento das propriedades biomecânicas sendo possível até acelerar da reação de presa do CIV.

REFERÊNCIAS³

Azevedo ER, Coldebella CR, de Souza JF, Zuanon ACC. Effect of ultrasonic excitation on the ultimate tensile strength of glass ionomer cements after different water storage times. *Rev Odontol UNESP* 2012 July-Aug; 41(4): 221-5.

Cattani-Lorente MA, Dupuis V, Payan J, Moya F, Meyer JM. Effect of water on the physical properties of resin-modified glass ionomer cements. *Dent Mater* 1999;15:71–8.

Daifalla LE, Mobarak EH. Effect of ultrasound application during setting on the mechanical properties of high viscous glass-ionomer used for ART restorations. *J Advanced Rese.* 2015; 6(6), 805–10. doi:10.1016/j.jare.2014.06.002

de Amorim RG, Frencken JE, Raggio DP. Survival percentages of atraumatic restorative treatment (ART) restorations and sealants in posterior teeth: an updated systematic review and meta-analysis. *Clin Oral Invest.* 2018; 22: 2703–25. doi.org/10.1007/s00784-018-2625-5

Fabián Molina G, Cabral RJ, Mazzola I, Brain Lascano L, Frencken JE. Biaxial flexural strength of high-viscosity glass-ionomer cements heat-cured with an LED lamp during setting. *Biomed Res Int.* 2013;2013:838460. doi: 10.1155/2013/838460. Epub 2013 Jun 12.

Faccin ES, Ferreira SH, Kramer PF, Ardenghi TM, Feldes CA. Clinical performance of ART restorations in primary teeth: a survival analysis. *J Clin Pediatr Dent.* 2009;33:295-8.

Frencken JE, van 't Hof MA, van Amerongen WE, Holmgren CJ. J Dent Res. Effectiveness of single-surface ART restorations in the permanent dentition: a meta-analysis. *J Dent Res.* 2004;83:120-3.

Ilie N. Maturation of restorative glass ionomers with simplified application procedure. *J Dent.* 2018 Dec;79:46-52. doi: 10.1016/j.jdent.2018.09.008.

Mickenautsch S, Yengopal V, Leal SC, Oliveira LB, Bezerra AC, Bonecker M. Absence of carious lesions at margins of glass-ionomer and amalgam restorations: a meta-analysis. *Eur J Paed Dent.* 2010;10:41-6.

³ De acordo com estilo Vancouver.

Molina GF, Cabral RJ, Mazzola I, Lascano LB, Frencken JE. Mechanical performance of encapsulated restorative glass-ionomer cements for use with Atraumatic Restorative Treatment (ART). *J. Appl. Oral Sci.* 2013 June; 21(3): 243-9. <http://dx.doi.org/10.1590/1679-775720130129>.

Nomoto R, Komoriyama M, McCabe JF, Hirano S. Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement. *Dent Mater.* 2004 Dec;20(10):972-8. doi: 10.1016/j.dental.2004.03.001

Prentice LH, Tyas MJ, Burrow MF. The effect of mixing time on the handling and compressive strength of an encapsulated glass-ionomer cement. *Dent Mater.* 2005 Aug;21(8):704-8. doi: 10.1016/j.dental.2004.09.006

Raggio DP, Hesse D, Lenzi TL, Guglielmi CA, Braga MM. Is Atraumatic restorative treatment an option for restoring occlusoproximal caries lesions in primary teeth? A systematic review and meta-analysis. *Int J Paediatr Dent.* 2012 Nov;23(6):435-43. doi: 10.1111/ipd.12013.

Tedesco TK, Calvo AF, Lenzi TL, Hesse D, Guglielmi CA, Camargo LB, Gimenez T, Braga MM, Raggio DP. *Int J Paediatr Dent.* 2017 May;27(3):201-9. doi: 10.1111/ipd.12252. Epub 2016 Aug 4. Review.

Tolidis K, Dionysopoulos D, Gerasimou P, Sfeikos T. Effect of radiant heat and ultrasound on fluoride release and surface hardness of glass ionomer cements. *J Appl Biomater Funct Mater.* 2016 Nov 2;14(4):e463-e469. doi: 10.5301/jabfm.5000292.

Vieira IM, Louro RL, Atta MT, Navarro MFL, Francisconi PAS. O cimento de ionômero de vidro na odontologia. *Rev Saúde com.* 2006;2(1):75-84.

Yiu CKY, Tay FR, King NM, Pashley DH, Sidhu SK, Neo JCL, Toledano M, Wong SL. Interaction of glass-ionomer cements with moist dentin. *J Dent Res.* 2004;83:283-9.

Wilson AD. A Hard Decade's Work: Steps in the Invention of the Glass-ionomer Cement. *J Dent Res.* 1996; 75(10): 1723–7. doi:10.1177/00220345960750100301

ANEXO A - Distribuição de tamanho de partículas de Fuji 9 Gold Label



Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo
Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
Tel: 11 3091-5151 e-mail: lct@lct.pol.usp.br



RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Relatório: MAL 5048-17
Cliente: LAYSA YOSHIOKA
Amostra: Fuji 9
Notas:
Vel. Bomba: 2500rpm
Meio de dispersão: álcool isopropílico
Ultrassom: 1min.

POP:
Analista: Lucas
Fonte de resultados: Edited

Data da medida: terça-feira, 11 de julho de 2017 09:30:20
Data da análise: terça-feira, 11 de julho de 2017 10:09:19

Código I.R.: 1.68_1
I.R. da partícula: 1.680
Dispersante: isopropyl alcohol

Amostrador: Hydro 2000MU (A)
Absorção: 1
I.R. do dispersante: 1.377

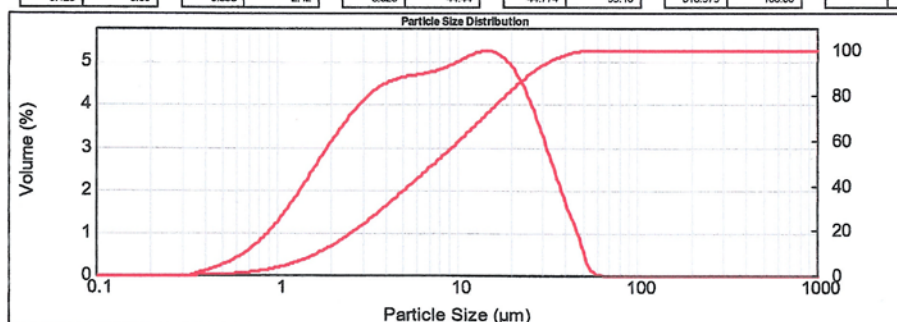
Tipo de análise: General purpose
Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 μm
Resíduo: 0.367 %

Sensitividade: Normal
Obscurecência: 7.45 %
Result Emulation: Off

Concentração: 0.0040 %Vol
Span : 3.217
Uniformidade: 1
Tipo de distribuição: Volume

Área superf. espec.: 1.46 m^2/g
D[3,2]: 4.102 μm
D[4,3]: 11.136 μm
d(0.1): 1.714 μm
d(0.5): 7.570 μm
d(0.9): 26.067 μm

Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %	Size (μm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	3.25	7.096	47.99	50.238	99.80	355.656	100.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	4.28	7.962	51.58	56.368	99.98	399.052	100.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	5.53	8.934	55.22	63.246	100.00	447.744	100.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	7.01	10.024	59.93	70.963	100.00	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	8.73	11.247	62.73	79.621	100.00	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	10.70	12.619	66.60	89.337	100.00	632.456	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	12.92	14.159	70.53	100.237	100.00	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	15.38	15.867	74.48	112.468	100.00	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	18.06	17.825	78.40	126.191	100.00	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.06	2.825	20.94	20.000	82.20	141.589	100.00	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.15	3.170	24.00	22.440	85.79	158.686	100.00	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.31	3.557	27.21	25.179	89.08	178.250	100.00	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.53	3.991	30.53	28.251	91.99	200.000	100.00	1415.862	100.00
0.089	0.00	0.632	0.83	4.477	33.94	31.686	94.46	224.404	100.00	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	1.23	5.024	37.41	35.566	96.47	251.785	100.00	1782.502	100.00
0.112	0.00	0.796	1.75	5.637	40.91	39.905	98.01	282.508	100.00	2000.000	100.00
0.126	0.00	0.893	2.42	6.325	44.44	44.774	99.10	316.979	100.00		



Profa. Dra. Carina Ulse
Coordenadora do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT

M.Sc. Guilherme Nery
Pesquisador do LCT

ANEXO B - Distribuição de tamanho de partículas de Equia Forte



Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica
Av. Prof. Mello Moraes, 2373 CEP 05508-030 São Paulo - SP www.lct.pol.usp.br
Tel: 11 3091-5151 e-mail: lct@lct.pol.usp.br



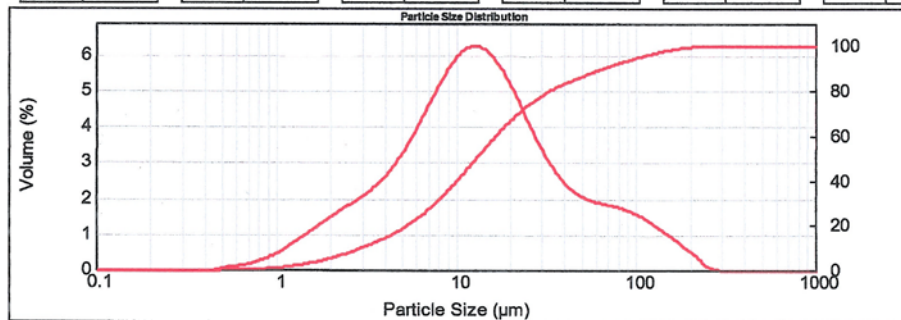
RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Relatório: MAL 5047-17	POP:	Data da medida: segunda-feira, 10 de julho de 2017 12:30:55
Cliente: LAYS YOSHIOKA	Analista: Lucas	Data da análise: terça-feira, 11 de julho de 2017 10:41:16
Amostra: EQUIA	Fonte de resultados: Editad	
Notas: Vel.Bomba:2500rpm Meio de dispersão:álcool isopropílico.		

Código I.R.: 1.68_1	Amostrador: Hydro 2000MU (A)	Tipo de análise: General purpose	Sensitividade: Normal
I.R. da partícula: 1.680	Absorção: 1	Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 µm	Obscurecência: 7.62 %
Dispersante: isopropyl alcohol	I.R. do dispersante: 1.377	Resíduo: 0.943 %	Result Emulation: Off

Concentração: 0.0073 %Vol	Span : 4.868	Uniformidade: 1.46	Tipo de distribuição: Volume
Área superf. espec.: 0.837 m²/g	D[3,2]: 7.168 µm	D[4,3]: 25.688 µm	
d(0.1): 3.017 µm	d(0.5): 13.064 µm	d(0.9): 66.617 µm	

Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %	Size (µm)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.93	7.096	27.36	50.238	86.43	356.656	100.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	1.33	7.962	31.02	56.368	87.93	399.052	100.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	1.85	8.934	35.04	63.246	89.37	447.744	100.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	2.49	10.024	39.35	70.963	90.76	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	3.27	11.247	43.90	79.621	92.10	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	4.19	12.619	46.58	89.337	93.39	632.456	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	5.24	14.159	53.28	100.237	94.61	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	6.42	15.887	57.88	112.468	95.75	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	7.72	17.825	62.27	126.191	96.77	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	9.14	20.000	66.36	141.589	97.66	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	10.68	22.440	70.09	158.866	98.42	1124.663	100.00
0.071	0.00	0.502	0.01	3.557	12.36	25.179	73.42	178.250	99.04	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.07	3.991	14.21	28.251	76.35	200.000	99.50	1415.802	100.00
0.089	0.00	0.632	0.15	4.477	16.26	31.698	78.91	224.404	99.84	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	0.28	5.024	18.56	35.566	81.13	251.785	99.97	1782.502	100.00
0.112	0.00	0.798	0.42	5.637	21.15	39.905	83.09	282.508	100.00	2000.000	100.00
0.128	0.00	0.893	0.64	6.325	24.07	44.774	84.83	316.979	100.00		



Profa. Dra. Carina Ulsen
Coordenadora do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
Pesquisadora do LCT

M.Sc. Guilherme Nery
Pesquisador do LCT

ANEXO C - Distribuição de tamanho de partículas de Riva Self Cure



RESULTADOS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Relatório: MAL 5046-17
 Cliente: LAYSA YOSHIOKA
 Amostra: RIVALL
 Notas: Vel. Bomba: 2500rpm
 Meio de dispersão: álcool isopropílico
 Ultrassom: 1min.

POP:
 Analista: Lucas
 Fonte de resultados: Edited

Data da medida: segunda-feira, 10 de julho de 2017 12:22:34
 Data da análise: terça-feira, 11 de julho de 2017 10:17:05

Código I.R.: 1.68_1
 I.R. da partícula: 1.680
 Dispersante: isopropyl alcohol

Amostrador: Hydro 2000MU (A)
 Absorção: 1
 I.R. do dispersante: 1.377

Tipo de análise: General purpose
 Faixa de tamanho: 0.020 to 2000.000 μ m
 Resíduo: 0.442 %

Sensitividade: Normal
 Obscurecência: 8.14 %
 Result Emulation: Off

Concentração: 0.0036 %Vol
 Área superf. espec.: 1.74 m^2/g

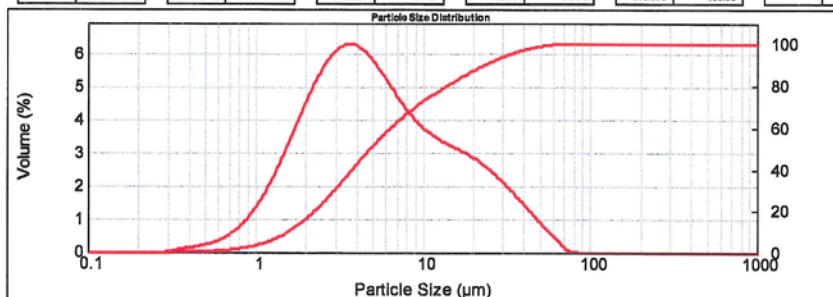
Span: 4.497
 D[3,2]: 3.442 μ m

Uniformidade: 1.34
 D[4,3]: 9.260 μ m

Tipo de distribuição: Volume

d(0.1): 1.690 μ m
 d(0.5): 4.903 μ m
 d(0.9): 23.641 μ m

Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %	Size (μ m)	Vol Under %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	3.21	7.095	62.81	50.238	88.81	355.656	100.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	4.38	7.952	66.20	56.368	99.39	399.052	100.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	5.84	8.634	69.33	63.246	99.78	447.744	100.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	7.70	10.024	72.24	70.983	99.97	502.377	100.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	9.68	11.247	74.99	79.821	100.00	563.677	100.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	12.70	12.619	77.59	89.337	100.00	632.456	100.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	15.88	14.159	80.09	100.237	100.00	709.627	100.00
0.045	0.00	0.317	0.01	2.244	19.48	15.667	82.49	112.468	100.00	796.214	100.00
0.050	0.00	0.356	0.05	2.518	23.48	17.625	84.80	126.191	100.00	893.367	100.00
0.056	0.00	0.399	0.14	2.825	27.80	20.000	87.01	141.589	100.00	1002.374	100.00
0.063	0.00	0.448	0.25	3.170	32.38	22.440	89.10	158.866	100.00	1124.683	100.00
0.071	0.00	0.502	0.40	3.557	37.08	25.179	91.05	178.250	100.00	1261.915	100.00
0.080	0.00	0.564	0.59	3.991	41.79	28.251	92.83	200.000	100.00	1415.892	100.00
0.089	0.00	0.632	0.85	4.477	46.44	31.669	94.44	224.404	100.00	1588.656	100.00
0.100	0.00	0.710	1.21	5.024	50.93	35.599	95.84	251.785	100.00	1782.502	100.00
0.112	0.00	0.798	1.69	5.637	55.19	39.905	97.04	282.508	100.00	2000.000	100.00
0.128	0.00	0.893	2.34	6.325	59.14	44.774	98.03	316.879	100.00		



Profa. Dra. Carina Ulsen
 Coordenadora do LCT

Dra. Maria Manuela Tassinari
 Pesquisadora do LCT

M.Sc. Guilherme Nery
 Pesquisador do LCT