



Universidade Federal
do Rio de Janeiro

Escola Politécnica

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE ÁCIDO TARTÁRICO NA
RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO E TEMPO DE CURA DE UM
IONÔMERO DE VIDRO EXPERIMENTAL.

Mariana Oliveira Santos

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de
Engenharia de Materiais da Escola Politécnica,
Universidade Federal do Rio de Janeiro, como
parte dos requisitos necessários à obtenção do
título de Engenheira de Materiais.

Orientador: Gloria Almeida Soares

Co-orientadora: Lilian Fernanda Santos Paiva

Rio de Janeiro

Agosto 2012

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE ÁCIDO TARTÁRICO NA
RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO E TEMPO DE CURA DE UM
IONÔMERO DE VIDRO EXPERIMENTAL.

Mariana Oliveira Santos

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO CURSO
DE ENGENHARIA DE MATERIAIS DA ESCOLA POLITÉCNICA DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS
REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE
ENGENHEIRA DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof. Gloria Almeida Soares, D.Sc.

Prof. Rossana Mara da Silva Moreira Thiré, D.Sc.

Lílian Fernanda Santos Paiva, M.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

AGOSTO de 2012

Santos, Mariana Oliveira

Influência da Adição de Ácido Tartárico na Resistência à Compressão e Tempo de Cura de um Ionômero de Vidro Experimental / Mariana Oliveira Santos - Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2012.

viii, 30 p.: il.; 29,7cm

Orientador: Gloria de Almeida Soares

Co-orientador: Lilian Fernanda Santos Paiva

Projeto de Graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Engenharia de Materiais, 2012.

Referencias Bibliográficas: p. 28-30.

1. ionômero de vidro 2. PAA 3. TA

4. restaurações

I. Soares, Gloria de Almeida. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ, Engenharia de Materiais. III. Influência da Adição de Ácido Tartárico na Resistência à Compressão e Tempo de Cura de um Ionômero de Vidro Experimental

"Não sabendo que era impossível, ele foi lá e fez."

Jean Cocteau

"Quem nunca errou, nunca experimentou nada novo."

Albert Einstein

"Você nunca achará o arco-íris, se você estiver olhando para baixo."

Charles Chaplin

Agradecimentos

Agradeço aos meus pais, Athayde Santos e Kelly de Fátima, por me darem amor e força para completar mais uma jornada e por nunca deixarem de acreditar em mim.

À minha avó Myrian Salles, meu anjo na terra, e ao meu avô Newton Costa *in memoriam*, meu anjo no céu, por não me deixarem esquecer que sou capaz.

Ao meu irmão Pedro Santos por ser meu apoio, minha força, meu orgulho e a maior alegria da minha vida.

Às minhas irmãs Camila Santos e Ana Carolina Santos por me mostrarem que mudanças podem ser boas.

Aos meus amigos, por ficarem ao meu lado.

Às professoras Gloria Soares e Rossana Thiré pela oportunidade.

À Lilian Paiva por sua ajuda, dedicação e persistência comigo.

Aos Técnicos por serem sempre solícitos.

Ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio de Janeiro por me darem ferramentas para alcançar meu sonho.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado à Escola Politécnica/ UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheira de Materiais.

Influência da Adição de Ácido Tartárico na Resistência à Compressão e Tempo de Cura de um Ionômero de Vidro Experimental.

Mariana Oliveira Santos

Agosto/2012

Orientador: Gloria Almeida Soares

Co-orientador: Lilian Fernanda Santos Paiva

Curso: Engenharia de Materiais

RESUMO

Ionômeros de vidro são materiais compósitos compostos por um pó de vidro e uma solução de poli(ácido acrílico) que, ao serem misturados, formam um cimento usado na área da odontologia. Esses materiais apresentam biocompatibilidade, boa adesão ao dente, liberação de fluoretos e são esteticamente adequados para serem usados em restaurações dentárias, principalmente na área da odontopediatria. Para que sua aplicação seja viável, é necessária a adição de ácido tartárico, a fim de facilitar sua manipulação e tempo de preparo. Com o objetivo de avaliar a influência do teor deste componente nas propriedades mecânicas e na aglutinação dos ionômeros de vidro, foram analisados três grupos (0%, 5% e 10%) quanto à resistência à compressão e tempo de cura. À microscopia eletrônica de varredura foram comparadas quanto à porosidade e à homogeneidade da mistura. A partir dos resultados observa-se que uma concentração de ácido tartárico próxima a 5% (p/p) pode ser vantajosa para a aplicação odontológica. É possível, no entanto, que esta concentração ótima esteja relacionada com o massa molecular média da solução de poli(ácido acrílico) utilizada.

Palavras-chave: ionômero de vidro, poli(ácido acrílico), ácido tartárico, restaurações

Abstract of Undergraduate Project presented to POLI/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for degree of Material Engineer.

Influence of Addition of Tartaric Acid in Compressive Strength and Curing Time of an
Experimental Glass Ionomer

Mariana Oliveira Santos

August/2012

Advisor: Gloria Almeida Soares

Co-advisor: Lilian Fernanda Santos Paiva

Course: Materials Engineering

ABSTRACT

Glass ionomer composites are composed of glass powder and poly (acrylic acid) solution which mixture forms slurry used in the field of dentistry. These materials exhibit biocompatibility, good adhesion to the tooth, fluoride releasing and are aesthetically suitable for use in dental restorations, especially in the field of pediatric dentistry. To facilitate its application, the addition of tartaric acid is required, in order to facilitate handling and preparation time. Considering to evaluate the influence of the tartaric acid content on its mechanical properties and preparing conditions, three different percentages (0%, 5% and 10%) were analyzed regarding compressive strength and net setting time. On scanning electron microscopy, the samples were compared regarding porosity and mixture homogeneity. From the results it can be deduced that 5% (w/w) of tartaric acid may be advantageous for dental application. It is possible, nevertheless, that an optimum concentration is related to the average molecular weight of the poly (acrylic acid) solution used.

Keywords: glass ionomer, poly(acrylic acid), tartaric acid, restorations

ÍNDICE GERAL

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1. Restauração Dentária.....	3
2.2. Tipos de Restauração.....	4
2.3. Materiais Dentários Restauradores.....	5
2.4. Materiais Compósitos.....	6
2.5. Ionômero de Vidro.....	7
2.5.1. Propriedades dos Ionômerosde Vidro	10
2.5.2. Reação de Cura	11
3. OBJETIVOS	14
3.1 Objetivos Específicos	14
4. MATERIAIS E MÉTODOS	15
4.1. Materiais.....	15
4.2. Ensaio de Compressão.....	16
4.3. Teste de Tempo de Cura	18
4.4. Microscopia Eletrônica de Varredura.....	19
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	20
5.1. Ensaio de Compressão	20
5.2. Teste de Tempo de Cura	21
5.3. Microscopia Eletrônica de Varredura	23
6. CONCLUSÃO	27
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	28

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Representação do ácido acrílico	7
Figura 2 - Efeito do ácido tartárico na viscosidade em função do tempo decorrido durante a cura do ionômero de vidro	9
Figura 3 - Grupo carboxila	10
Figura 4 - Reação ácido-base entre o pó de vidro e o poli(ácido acrílico).....	11
Figura 5 - Silicone de condensação Clonage® (DFL)	16
Figura 6 - Sistema Centrix®	17
Figura 7 - Representação do molde metálico	18
Figura 8 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura: (a) grupo PAA, (b) grupo PAA+ 5%TA, (c) grupo PAA + 10%TA	25
Figura 9 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura: (a) grupo PAA, (b) grupo PAA+ 5%TA, (c) grupo PAA + 10%TA	26

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Composição básica vidros ionoméricos	9
Tabela 2 -Composição do ionômero de vidro do Vitro Molar®	15
Tabela 3 -Resistência à compressão dos ionômeros de vidro	21
Tabela 4 -Tempo de cura dos ionômeros de vidro	22

1 - INTRODUÇÃO

Freqüentemente a Engenharia cruza com outros campos não tecnológicos, como campos da saúde. Um exemplo disso é na área da Odontologia, em próteses e restaurações.

As restaurações dentárias são realizadas tanto em crianças quanto em adultos. Visto que a estrutura e anatomia dos dentes decíduos, chamados de dentes de leite, e dos dentes permanentes são diferentes e as prioridades de saúde são diversas em diferentes idades, existem materiais restauradores que atendem as mais diversas necessidades. Os dentes permanentes são mais resistentes e duros, além disso, permanecem em função por um maior tempo e não são substituídos naturalmente. Por esta razão, as restaurações para os mesmos devem apresentar maior resistência mecânica, dureza e durabilidade quando comparadas com as restaurações para dentes decíduos. No entanto, como os dentes decíduos podem permanecer por pouco tempo na cavidade oral após a necessidade do tratamento restaurador, o material utilizado para reabilitá-lo pode ter outras propriedades relevantes além da resistência mecânica, como a liberação de íons remineralizantes e cariostáticos, fazendo a adequação do meio bucal. A literatura apresenta diferentes materiais e diferentes técnicas para a realização das restaurações, mas neste trabalho o foco de estudo será o ionômero de vidro. Em particular, serão avaliadas as propriedades do material composto pelo poli(ácido acrílico) aglutinado ao pó de vidro em presença de ácido tartárico em três diferentes concentrações, sendo elas: 0%, 5% e 10%. A proporção mássica usada de poli(ácido acrílico) 1: 3 pó de vidro foi determinada experimentalmente estudos anteriores.

As propriedades a serem estudadas serão:

- O tempo de cura, que compreende o tempo de manipulação e o tempo de trabalho (manuseio e aplicação do material)
- A resistência do material quando submetido à ensaio de compressão
- A microestrutura do material, quanto à porosidade, homogeneidade e dispersão de partículas.

Os ensaios realizados para o estudo das propriedades desejadas foram:

- Ensaio de Tempo de Cura
- Ensaio de Resistência à Compressão
- Microscopia Eletrônica de Varredura

A partir dos dados obtidos, deve ser feita uma comparação entre as propriedades para a definição da melhor condição de trabalho do material para a aplicação desejada, que neste caso, é a de restaurações dentárias.

2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 - Restauração Dentária

A restauração dentária é um tratamento que devolve ao dente suas funções e características o mais próximo possível das originais, incluindo os aspectos estéticos. Em geral, este tratamento é indicado após surgimento de cáries no elemento dental, ou no caso de um trauma externo que venha a prejudicar a integridade do dente, evitando o acúmulo e retenção de bactérias causadoras da cárie.

A principal finalidade das restaurações dentárias é fazer com que o paciente possa ter sua saúde bucal recuperada. Por isso os materiais utilizados para a realização das restaurações devem não apenas apresentar características muito similares às do dente, como alta resistência a abrasão e compressão devido à mastigação, alta resistência à corrosão devido ao meio bucal no qual será inserido, em presença de saliva e bactérias, dureza e expansão térmica compatíveis ao dente restaurado, como também devem proporcionar melhorias (BARATIERI, 1989). Há algum tempo acreditava-se que biomateriais deveriam ser inertes para que não tivesse nenhuma reação no meio em que fossem ser usados, mas hoje se sabe que um biomaterial pode ser muito mais eficiente se, ao invés de ser inerte, apresentar reações benéficas em prol de determinada aplicação

Embora não seja uma exigência para o tratamento, a parte estética também é um fator importante e acabam se tornando uma exigência dos pacientes. As restaurações devem possuir aparência o mais próxima possível do dente, mimetizando o seu aspecto natural, e assim não cause desconforto aos pacientes.

2.2- Tipos de Restauração

As restaurações dentárias podem ser de dois tipos:

- Diretas

O procedimento da restauração direta é realizado diretamente dentro da boca do paciente, ou seja, é apenas intrabucal. Esse procedimento é, em geral, completado em uma única sessão e é o mais comumente usado. A técnica é aconselhável no caso de haver dente remanescente, este serviria como uma espécie de proteção à restauração. Isso só é possível no caso de pequenas restaurações. As restaurações diretas envolvem material disponível no consultório e, como em geral são feitas em uma única sessão, envolvem menos tempo. Tudo isso acarreta em um menor custo, o que faz com que as restaurações diretas sejam mais baratas que as indiretas (BARATIERI,2004).

- Indiretas

O procedimento de restauração indireta é realizado em várias etapas, algumas dessas etapas são intrabucais e outras são extrabucais. Nesse método é feito um molde replicando exatamente a boca do paciente e o local onde a restauração deve ser feita. A restauração será fabricada a partir desse molde em laboratório específico. Após pronta, a restauração é aplicada sobre o dente que foi previamente preparado. Para esse tipo de restauração, para que todas as etapas sejam seguidas, é necessário que ocorra mais de uma consulta, o que encarece o processo. Essa técnica, em geral, é mais utilizada para restaurações maiores, que necessitam de maior reforço no dente a ser restaurado (BARATIERI,2004).

2.3 - Materiais Dentários Restauradores

Diversos materiais podem ser utilizados para a realização de restaurações dentárias, como:

- Compósitos usados em restaurações diretas, ou seja, em um processo intrabucal. Têm a vantagem de conseguir uma aparência natural bem próxima à do dente a ser restaurado e são de fácil aplicação não exigindo grandes alterações no dente a ser restaurado. Mas em contrapartida, não são tão resistentes, duram menos tempo e podem manchar ao longo do tempo.
- Porcelana usada em procedimentos mais evasivos. O método utilizado é o de restauração indireta, onde a porcelana é cimentada sobre o dente. Também é capaz de fornecer uma aparência próxima a do dente e, ao contrário das resinas, são mais resistentes às manchas.
- Restaurações de amálgama, cujo grande atrativo é o baixo custo, é uma liga de mercúrio, prata, cobre, estanho e zinco, e apresenta boas propriedades mecânicas. Sua grande desvantagem é a cor escura que faz com que sua aplicação em áreas visíveis seja esteticamente desfavorável.
- Restaurações com ouro. São as mais caras e possuem o mesmo problema que as de amálgama. Esteticamente, deixam a desejar, porém são as que apresentam as melhores propriedades, tem sua durabilidade elevadíssima (PHILLIPS, 1993).

2.4 - Materiais Compósitos

Materiais compósitos são materiais constituídos de dois ou mais componentes diferentes cujo objetivo é adquirir um conjunto de propriedades que os componentes sozinhos não apresentam (VIEIRA, 1997).

Os materiais compósitos são formados por uma matriz e uma fase dispersa. A matriz pode ser de diversos materiais como polímeros, cerâmicos e metais.

A fase dispersa pode se apresentar de diferentes formas, sendo elas fibras longas ou curtas, alinhadas ou não, ou partículas grandes ou pequenas (CALLISTER JR., 2002).

A depender do tipo da fase dispersa presente na matriz, caracterizam-se três grupos de compósitos:

- Compósitos reforçados por partículas, que podem ser partículas grandes ou endurecidos por dispersão.
- Compósitos reforçados por fibras, que podem ser longas alinhadas, descontínuas curtas alinhadas ou descontínuas orientadas aleatoriamente.
- Compósitos estruturais, que podem ser laminados ou painéis sanduíches (BARCELLOS, 2003).

Embora os compósitos reforçados por fibras sejam mais eficientes do ponto de vista de transferência de carga da matriz para a fase dispersa, o ionômero de vidro se encaixa no grupo de compósitos de matriz polimérica reforçado por partículas. Este apresenta melhores propriedades para a aplicação desejada, como, por exemplo, maior resistência à abrasão e compressão. Para que o reforço seja eficiente, é necessário que este seja uniformemente distribuído e que haja forte ligação matriz-partícula (CALLISTER JR., 2002).

O ionômero de vidro é um material compósito odontológico composto de matriz polimérica de poli(ácido acrílico), com seu monômero mostrado na Figura 1, reforçado por partículas de vidro.

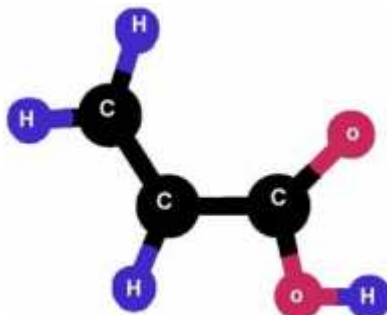


Figura 1- Representação do ácido acrílico (OLIVEIRA, 2005).

2.5 - Ionômeros de Vidro

Quando o assunto é o corpo humano, o objetivo deve ser sempre reduzir as intervenções necessárias e os estragos a serem causados antes dos reparos a serem feitos. Com isso há cada vez maior busca de tratamentos menos invasivos. Materiais com características mais próximas as dos dentes e que facilitem manuseio e aplicação estão sendo estudados exatamente com este intuito. Nesse ramo surgem os materiais restauradores adesivos, que, exatamente por sua melhor aderência ao dente e fácil aplicação, ajudam a preservar tecidos sadios, diminuindo assim a perda dental e auxiliando na manutenção da saúde bucal do paciente e faz com que a restauração tenha maior tempo de vida. Em busca de um material que atenda essas exigências, encontra-se o ionômero de vidro. O ionômero, além de possuir adesão química ao dente, ainda é capaz de liberar flúor, mais uma vantagem para a restauração com esse material, pois auxiliará na manutenção da saúde bucal do paciente (GIBSON, 1994; COUTINHO, 2000). Além disso, com o uso de produtos adequados como pastas de dente contendo

flúor, a liberação do mesmo pelo cimento de ionômero de vidro pode ser potencializada e prolongada (NGO, 2010).

O ionômero de vidro pode ser classificado em alguns grupos:

- Ionômero de vidro convencional é composto por uma matriz de poli(ácido acrílico) e o pó de vidro. Ao serem misturados, uma pasta é formada. À medida que vai ocorrendo o processo de cura, essa pasta é moldada no formato desejado. Quando o processo é finalizado a mistura se transforma numa massa totalmente endurecida.
- Ionômero modificado por resina: sua diferença para o grupo anterior é que o poli(ácido acrílico) é substituído por metacrilato de hidroximetil.
- Ionômero anidro: semelhante ao convencional. O líquido utilizado é água destilada e o poli(ácido acrílico) está junto ao pó de vidro.
- Ionômero reforçado por metais: a matriz polimérica é semelhante à dos convencionais e o pó possui partículas de vidro sinterizadas com partículas de liga de amálgama ou liga de prata (MANDARINO, 2004).

O ionômero convencional tem ótimas propriedades adesivas, biocompatibilidade, facilidade de aplicação, aparência próxima à original do dente e liberação de flúor. Todas essas vantagens fazem deste um material largamente usado na odontologia, principalmente na odontopediatria (BARATIERI, 1989; COUTINHO, 2000).

O pó de ionômero de vidro é composto por vidro de flúor-alumino-silicato de cálcio e uma solução aquosa de poli(ácidoacrílico) (SMITH, 1998).

Wilson e McLean (1988) postularam a composição básica dos vidros ionoméricos utilizados para aplicação odontológica, como observado na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição básica vidros ionoméricos segundo Wilson e McLean, 1988.

ESPÉCIES	COMPOSIÇÃO (%)
SiO ₂	41,9
Al ₂ O ₃	28,6
AlF ₃	1,6
CaF ₂	15,7
NaF	9,3
AlPO ₄	3,8

O ionômero de vidro passou a ter aplicações odontológicas com a adição do ácido tartárico, pois este permite uma melhor manipulação do material. Ao adicionar o ácido tartárico, inicialmente a viscosidade da mistura aumenta lentamente, o que aumenta o tempo de trabalho do material, em seguida a viscosidade sofre um rápido aumento, o que diminui o tempo de endurecimento da mistura, o que pode ser observado na Figura 2. Além disso, nota-se aumento na força coesiva e na resistência à compressão. Sem o ácido tartárico a mistura vai tendo sua viscosidade aumentada gradualmente (BARATIERI, 1989; PHILLIPS, 1993).



Figura 2 – Efeito do ácido tartárico na viscosidade em função do tempo decorrido durante a cura do ionômero de vidro. Adaptado de PHILLIPS (1993)

2.5.1 - Propriedades dos Ionômeros de Vidro

A resistência à compressão dos ionômeros de vidro está em uma faixa de 1400 kgf/cm² (GUEDES-PINTO, 1995). É de se esperar que a presença de defeitos leve à redução desses valores. A eliminação de macroporos, mesmo que ainda haja existência de microporos, faz com que seja possível conseguir um aumento na resistência à compressão (SANTOS, 2001). Estudos mostram que cimentos com baixa viscosidade, ao serem preparados manualmente, apresentam menos porosidade, o que resulta em maior resistência à compressão (NOMOTO, 2004). Outro fator ao qual a resistência a compressão está intimamente relacionado é o tamanho de partículas. Quanto menores forem as partículas, melhor a resistência à compressão (XIE, BRANTLEY, CULBERTSON *et al.*, 2000).

Sabe-se que a liberação de flúor no meio bucal pode gerar benefícios como ação anticariogênica e uma maior resistência dental a determinadas substâncias, sendo esta mais uma propriedade vantajosa do ionômero de vidro (LUCAS, 2001).

A propriedade adesiva do material é explicada pela ligação do grupo carboxila, representado na Figura 3, ao íon Ca⁺⁺ da hidroxiapatita proveniente do dente (GUEDES-PINTO, 1995). A adesão é feita através de uma ligação físico-química entre o ionômero de vidro e o esmalte, a dentina e o cimento (VIEIRA, 2004).

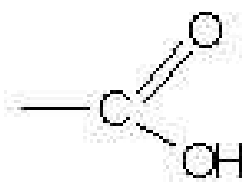


Figura 3-Grupo carboxila. (www.educador.brasilecola.com)

Para que haja adesão entre o ionômero e a dentina, é necessário que haja grupos carboxilatos (COO^-) para se ligarem ao Ca^{++} , porém nem todos os poliácidos possuem radicais carboxílicos (COOH) capazes de se transformarem em carboxilatos. Segundo a literatura, ionômeros de vidro cuja matriz polimérica é formada por poli(ácido acrílico) conseguem uma maior adesão que outros ácidos (PAULILLO, 1992). A reação entre o pó de vidro e o poli(ácido acrílico) é mostrada na Figura 4.

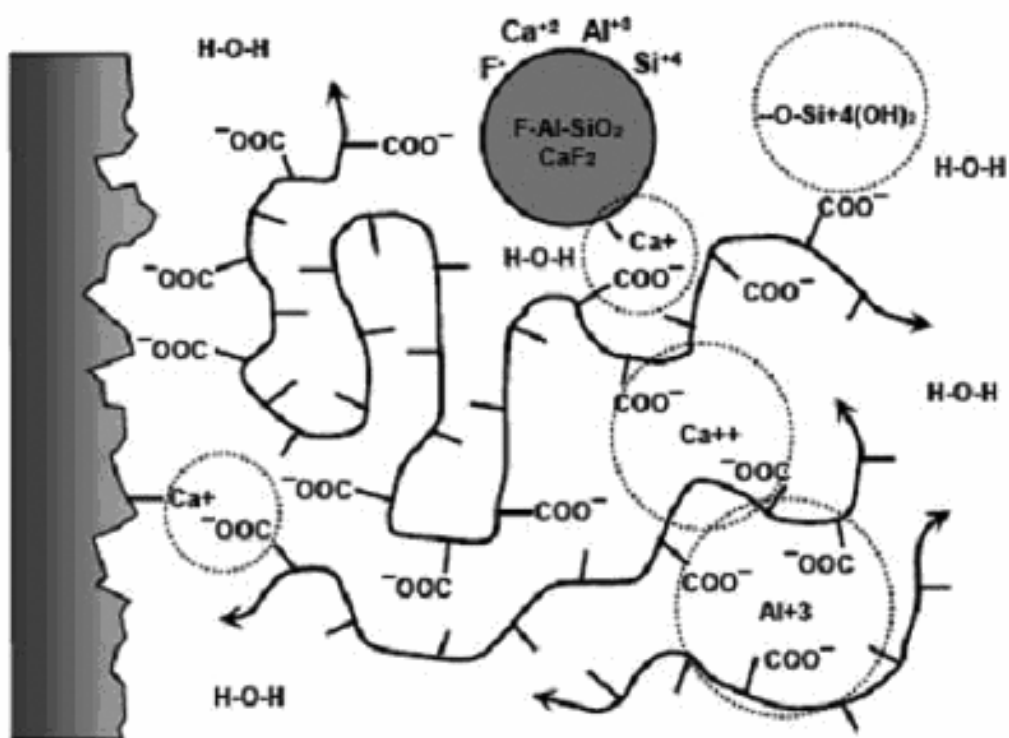


Figura 4 – Reação ácido-base entre o pó de vidro e o poli(ácido acrílico) (OLIVEIRA, 2005).

As principais vantagens do ionômero de vidro como cimento para restaurações são: adequada adesão ao dente e biocompatibilidade, fatores que diminuem a probabilidade de uma irritação pulpar, possibilidade de cores e translucidez que permitem fator estético satisfatório (SASANALUCKIT, 1993).

2.5.2 - Reação de Cura

Ao realizar-se a mistura do pó de vidro com o poli(ácido acrílico), este último irá causar a liberação de íons a partir de ataque às partículas de vidro. Estes íons darão início à formação de um emaranhado de ligações cruzadas fracas, o que caracterizará o comportamento viscoelástico (SMITH, 1998). Haverá a formação de um gel de polissais que irá agregar-se às partículas de vidro que não reagiram, ocorre então a cura da matriz (WALLS, 1986).

A reação que ocorre entre o líquido e o pó ocorre também entre o líquido e a superfície do dente. O ácido carboxílico ao atacar a estrutura dental causa o deslocamento de íons de cálcio e fosfato, esses íons irão reagir com os grupos carboxílicos. Essa reação resultará na adesão química do cimento à estrutura dentária (MOUNT, 1996; NAVARRO, 1998).

Na fase inicial do ataque ácido o cimento apresenta um brilho que indica a ocorrência de grupos carboxílicos livres. A aplicação do material para a realização da restauração deve ser feita nessa fase, para que os grupos carboxílicos reajam com o dente e assim possa ser efetiva a adesão química entre os dois (MANDARINO, 2003; NAVARRO, 1998).

Os íons positivos de cálcio irão então se ligar aos íons negativos do poli(ácido acrílico) formando as chamadas ligações cruzadas, ligações estas que reduzem consideravelmente a mobilidade das cadeias. Nessa fase o ionômero perde o brilho, se tornando opaco, mas essa opacidade vai desaparecendo à medida que a cura vai sendo concluída (MANDARINO, 2003). Durante este período deve haver um maior controle da umidade, pois a perda excessiva de líquido pode acarretar rachaduras ao cimento, em contrapartida, o ganho excessivo de água pode tornar o cimento poroso, a superfície

extremamente opaca e frágil (WALLS, 1986; NAVARRO, 1998). Por esses motivos é aconselhável que seja feita uma proteção da restauração. Essa proteção, além de evitar excesso ou escassez de umidade, também auxiliará, mesmo que temporariamente, na prevenção contra manchas na restauração (NAGEM FILHO, 2000).

3 - OBJETIVO

O objetivo do presente estudo é analisar a influência da adição de três porcentagens diferentes do ácido tartárico (0, 5 e 10 %) em um ionômero de vidro experimental.

3.1 – Objetivos Específicos

1. Verificar a influência das diferentes porcentagens na resistência à compressão do ionômero experimental;
2. Comparar o tempo de cura dos diferentes grupos;
3. Analisar a microestrutura, quanto à porosidade e à homogeneidade da mistura, utilizando a microscopia eletrônica de varredura.

4 - MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 – Materiais

O ionômero *Vitro Molar*[®] (VM) - DFL foi utilizado como grupo controle. O pó de vidro e a solução de poli(ácido acrílico) são armazenados em embalagens distintas, e o kit acompanha uma colher dosadora para o pó. A dosagem do líquido é regulada pelo próprio frasco da embalagem. O fabricante recomenda a proporção de 1 colher dosadora de pó para 1 gota do líquido. A composição do ionômero de vidro do *Vitro Molar*[®] está disposta na Tabela 2.

Tabela 2- Composição do ionômero de vidro do *Vitro Molar*[®]

Pó	Composição (%)
Sílica	40
Alumina	25
Óxido de Cálcio	10
Óxido de Bário	15
Flúor	10
Líquido	Composição (%)
Ácido poliacrílico	30
Ácido tartárico	15
Água destilada	55

Os grupos experimentais foram:

- Grupo PAA - solução de poli(ácido acrílico) (Peso Molecular 100.000, 35 % peso em água Sigma-Aldrich) com frita de vidro (*Vitro Molar*[®] - DFL);

- Grupo PAA + 5%TA– Solução de poli(ácido acrílico) e 5% (p/p) ácido tartárico com frita de vidro (*Vitro Molar*[®] - DFL);
- Grupo PAA + 10%TA– Solução de poli(ácido acrílico) e 10% (p/p) ácido tartárico com frita de vidro (*Vitro Molar*[®] - DFL).

Para a preparação dos cimentos experimentais foi utilizada a proporção poli(ácido acrílico)/pó de vidro de 1:3, durante a pesagem dos componentes. A aglutinação foi realizada sobre uma placa de vidro e com o auxílio de uma espátula de plástico.

4.2 - Ensaio de Compressão

Foram preparados 5 corpos de prova para cada grupo com dimensões de $(6,0 \pm 0,1)$ mm de altura e $(4,0 \pm 0,1)$ mm de diâmetro, de acordo com as especificações da ISO 9917. Estes foram confeccionados com o auxílio de moldes de silicone de condensação Clonage[®] (DFL), exposto na Figura 5.



Figura 5 – Silicone de condensação Clonage[®] (DFL) (www.dentalabs.com.br)

O cimento foi aplicado nos moldes com auxílio do sistema Centrix[®] (DFL), como exposto na Figura 6, para evitar formação de bolhas, o que comprometeria o desempenho do corpo de prova.



Figura 6 – Sistema Centrix® (DFL) (www.dentalcapitalbh.com.br)

Folhas de acetato foram utilizadas nas extremidades dos moldes para evitar o contato com o oxigênio durante a reação de cura.

Após uma hora da preparação dos corpos de prova eles foram lixados para não apresentarem rebarbas e armazenados em recipiente com água desionizada durante vinte e quatro horas.

Os ensaios foram realizados no equipamento EMIC DL1000 com velocidade de 0,75 mm/min \pm 0,30 mm/min. A carga máxima da célula era de 10 kN.

As amostras foram retiradas do recipiente com água deionizada e secadas em papel absorvente imediatamente antes de serem posicionadas no equipamento. O carregamento compressivo foi realizado perpendicularmente ao eixo das amostras.

A força máxima aplicada durante a fratura foi registrada e para o cálculo da resistência à compressão, C , em megaPascal (MPa) utilizou-se a Equação (1):

$$C = \frac{4p}{\pi d^2}$$

Onde:

p é a máxima força aplicada, em Newtons (N);

d é a medida do diâmetro da amostra, em milímetros (mm)

O teste foi realizado em acordo coma norma ISO 9917:2003. Pelo menos quatro das cinco amostras devem estar acima de 100 MPa, que é a mínima força especificada na norma, para cimentos odontológicos à base de água.

4.3 - Teste do Tempo de Cura

O cimento de ionômero de vidro foi preparado na mesma proporção líquido/pó de 1:3. Uma vez aglutinado, o cimento foi inserido no molde metálico, representado na Figura 7, e posicionado no Aparelho de Gilmore, cedido pela empresa DFL INDUSTRIA E COMERCIO LTDA, de massa (400 ± 5) g a (37 ± 1) °C. Sessenta segundos após o fim da mistura o molde foi inserido no identador e noventa segundos após o fim da mistura o material foi submetido às identações por cinco segundos em intervalos de trinta segundos. Esse procedimento foi repetido, diminuindo o intervalo de tempo das identações para dez segundos de forma a obter uma melhor precisão do tempo de cura. O tempo de cura foi registrado entre o fim da mistura do cimento e o momento em que a agulha do identador falhou em deixar uma indentação circular completa no cimento. A norma ISO 9917 exige um tempo de cura inferior a seis minutos.

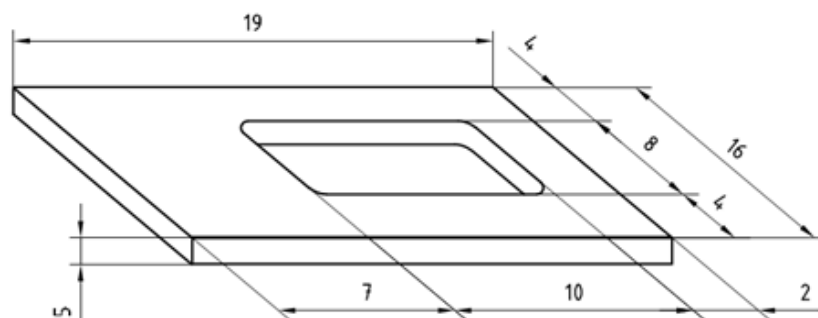


Figura 7 – Representação do molde metálico (ISO 9917:2003)

4.4 - Microscopia Eletrônica de Varredura

O cimento de ionômero de vidro preparado para o teste de tempo de cura foi analisado por Microscopia Eletrônica de Varredura. A análise foi realizada a baixo vácuo (30 Pa) em um microscópio eletrônico modelo JEOL 6460 LV com imagem do tipo elétron retroespalhada. A tensão no filamento foi de 20 kV e os aumentos aplicados foram de cem e quinhentas vezes.

Uma amostra para cada porcentagem de ácido tartárico foi analisada.

5 - RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 - Ensaio de Compressão

Os valores de resistência à compressão obtidos à partir do ensaio realizado estão dispostos na Tabela 3. Ao se analisar os resultados do ensaio de compressão, é possível, inicialmente, fazer uma análise comparativa entre os grupos experimentais analisados.

Pode-se observar que não houve diferença entre os valores de resistência à compressão encontrados para os grupos experimentais. Porém, os desvios-padrões dos grupos experimentais se apresentaram críticos, particularmente nos grupos com a adição de ácido tartárico, com valores correspondentes a 50% do valor médio de resistência à compressão obtido. Isso pode ter ocorrido, de um modo geral no grupo experimental, em função da massa molar média do polímero utilizado. Uma maior massa molar média pode dificultar a homogeneização da mistura.

Com a adição do ácido tartárico, possivelmente também pouco homogêneo na solução, observou-se desvios-padrões ainda maiores. As amostras não sendo homogêneas, apresentam resultados muito discrepantes. Por este motivo foi aplicado o Critério de Chauvenet, para selecionar os dados relevantes. Este critério especifica que um valor medido pode ser rejeitado se a probabilidade m de obter o desvio em relação à média for menor que $1/2n$, onde n é o número de medições de determinada grandeza. Todos os valores encontrados experimentalmente passaram no critério de Chauvenet e, por isso, nenhum valor foi descartado.

Outro ponto a ser enquadrado é o fato de que nenhum dos grupos experimentais alcançou a exigência da norma, que requer uma resistência à compressão de, no mínimo, 100 MPa. Nem mesmo o grupo controle alcançou a resistência à compressão exigida.

Mas considerando que o grupo controle é um material comercial, que deve estar dentro das exigências da norma, e fazendo uma comparação entre os grupos experimentais e o controle, pode-se perceber que os grupos experimentais apresentaram um resultado próximo ao grupo controle. É possível que o equipamento utilizado não estivesse corretamente calibrado para o teste realizado, o que pode ter prejudicado a obtenção dos resultados.

Tabela 3- Resistência à compressão dos ionômeros de vidro

Material	<i>Vitro Molar</i> [®]	PAA	PAA + 5%TA	PAA + 10%TA
Resistência à Compressão (MPa)	49,1	65,8	66,3	63,9
Desvio Padrão	±7,7	±12,4	±33,3	±31,1

5.2 - Teste de Tempo de Cura

De acordo com os resultados dispostos na Tabela 4, foi observada uma redução no tempo de cura com a adição de ácido tartárico, principalmente no grupo PAA + 5%TA. Este grupo apresentou o menor tempo de cura, menor também que o tempo de cura do *Vitro Molar*[®] (DFL). Isso pode ser explicado pelo fato da adição do ácido tartárico retardar, num primeiro momento, o aumento da viscosidade, mas aumentar a inclinação da curva, fazendo com que o material complete a cura antes daqueles sem o ácido tartárico. Esses resultados corroboram com os estudos de Baratieri (1989) e Phillips (1993).

No caso do grupo PAA + 10%TA, a quantidade de ácido tartárico pode ser tão elevada que facilita o deslizamento das cadeias poliméricas do poli(ácido acrílico) e disponibiliza uma maior quantidade de grupos carboxila, reduzindo exacerbadamente a viscosidade inicial. Desta forma, mesmo a brusca elevação de viscosidade, ou seja uma maior inclinação da curva, não tenha sido suficiente para reduzir o tempo de cura tanto quanto o do grupo PAA + 5%TA e do grupo de referência. Ocorre, possivelmente, o deslocamento de todo o gráfico para baixo e para a direita.

Como a porcentagem de TA adicionada é calculada em relação massa molar média do poli(ácido acrílico) em solução, é possível que o material de referência tenha uma massa molar média diferente que o utilizado nos grupos experimentais, o que corrobora com os estudos de DUINEN *et al.*, 2005. Verifica-se na Tabela 2 que mesmo tendo 15% de TA na sua composição, o *Vitro Molar*[®] apresenta tempo de cura menor que o grupo PAA + 5%TA.

No entanto, nos dois grupos experimentais aos quais o ácido tartárico foi adicionado é possível ver uma redução no tempo de cura em relação ao grupo sem esta adição.

Todos os grupos analisados seguiram a exigência da norma de apresentar tempo de cura inferior a seis minutos.

Tabela 4 - Tempo de cura dos ionômeros de vidro

Material	<i>Vitro Molar</i> [®]	PAA	PAA + 5%TA	PAA + 10%TA
Tempo de cura	3'45"	5'00"	3'30"	4'30"

5.3-Microscopia Eletrônica de Varredura

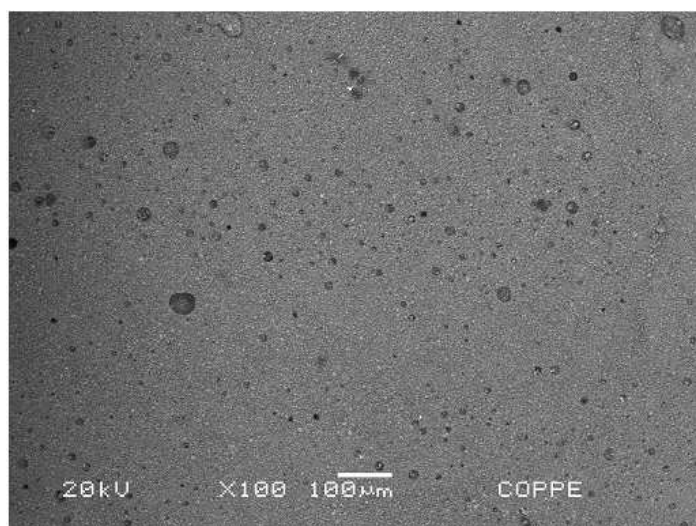
Ao MEV foi possível observar a microestrutura do cimento de ionômero de vidro como um todo após a cura ter sido completada. Pode-se ver a distribuição de poros na matriz para cada teor de ácido tartárico. As imagens dos três grupos com aumento de 100x estão dispostas na Figura 8.

À medida que a porcentagem de ácido tartárico foi aumentada, a presença de poros na matriz foi diminuindo. A explicação para isso pode ser o aumento no tempo de trabalho, ou seja, à medida que a quantidade de ácido tartárico foi aumentada, a viscosidade inicial era menor, assim permanecendo por um maior tempo. Esta menor viscosidade do cimento facilita a movimentação das bolhas de ar no volume do cimento, diminuindo a possibilidade de aprisionamento do ar e formação de poros.

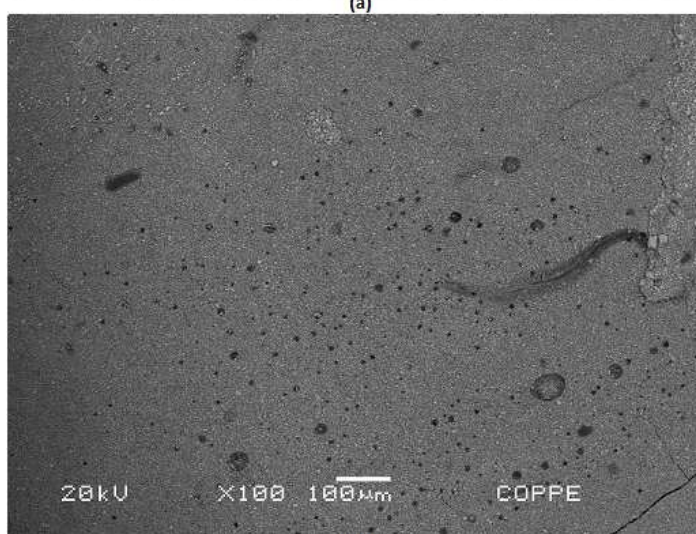
Nas imagens de maior aumento, 500x, dispostas na Figura 9, podemos perceber que os três grupos apresentaram homogeneidade na mistura. Não são encontradas partículas de vidro que não tenham sido envolvidas pela matriz. Isso mostra que os materiais possuem boa aglutinação.

Os resultados da microscopia e do teste de compressão vêm apoiar o que foi atestado por Santos (2001) em seu estudo. A redução do número e tamanho dos poros pode aumentar a resistência à compressão do ionômero de vidro, porém não é o único fator que influencia nesta propriedade. Isto pode ser evidenciado pelo fato de que o grupo com menos poros não apresenta necessariamente a maior resistência à compressão. Este resultado vai de encontro ao que foi observado por Kleverlaan *et al.*(2004), porém neste trabalho o autor não considera nem compara a composição das soluções dos materiais estudados.

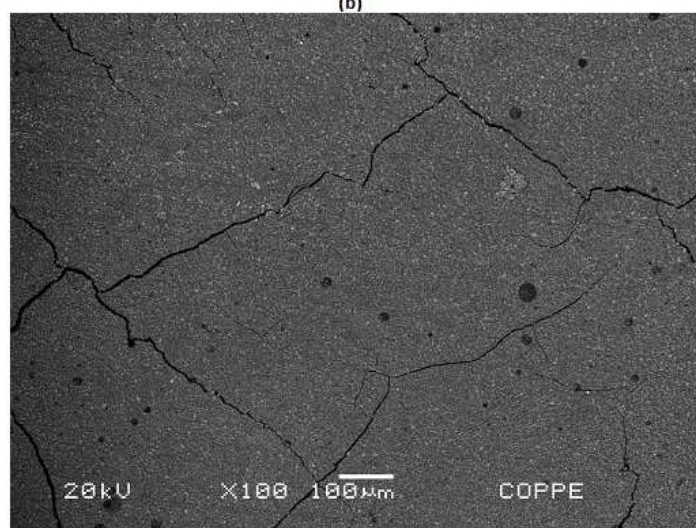
Quanto às rachaduras encontradas principalmente no grupo com maior porcentagem de ácido tartárico, não se pode tirar nenhuma conclusão deste fato, pois as condições de análise foram diferentes. As amostras de 5% e 10% de ácido tartárico ficaram, nessa ordem, por maior tempo expostas ao vácuo antes de serem analisadas, o que, possivelmente, alterou o teor de água das amostras causando as rachaduras. Este fenômeno observado corrobora com as afirmações de Walls (1986), Navarro (1998), que atentaram para a influência da umidade na microestrutura dos ionômeros de vidro, e Paiva *et al.* (2010) que já havia observado sua vulnerabilidade ao ser submetido ao vácuo.



(a)

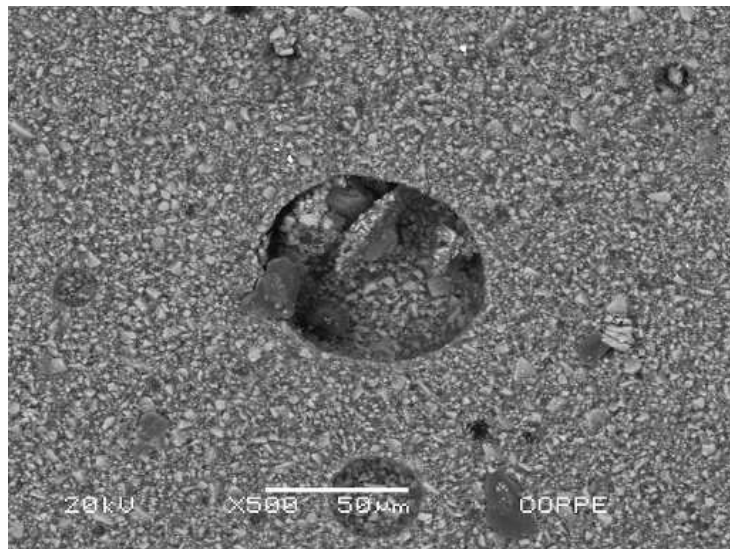


(b)

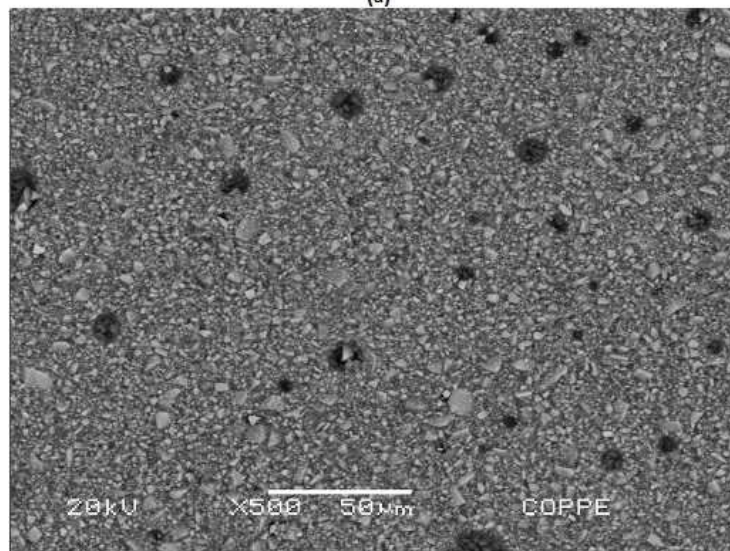


(c)

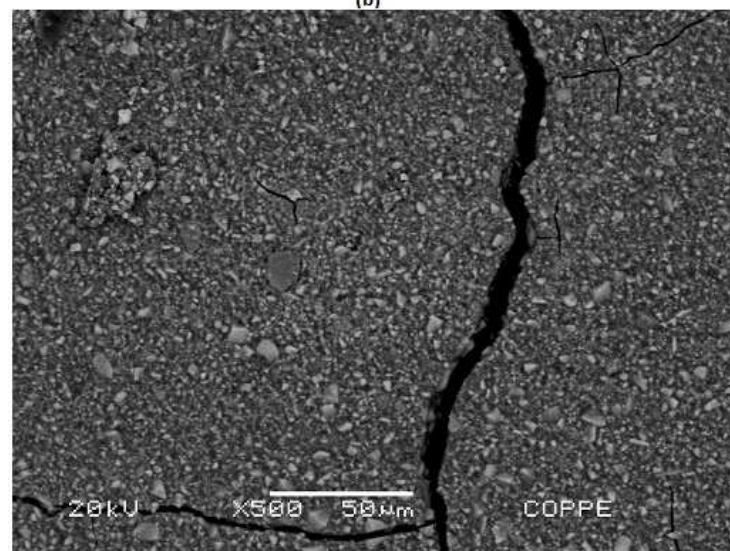
Figura 8 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura: (a) grupo PAA, (b) grupo PAA+ 5%TA, (c) grupo PAA + 10%TA



(a)



(b)



(c)

Figura 9 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura: (a) grupo PAA, (b) grupo PAA+ 5%TA, (c) grupo PAA + 10%TA

6 – CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos, é possível perceber que a adição de ácido tartárico tem efeito positivo sobre a preparação dos corpos de prova. Isto pode ser visto no aumento do tempo de trabalho, na redução do tempo de cura, na redução de porosidades presentes no cimento, mas não houve nenhuma influência observada na resistência à compressão dos grupos experimentais.

Porém é necessário atentar que parece existir uma percentagem ótima de ácido tartárico e que tanto o excesso quanto a escassez podem levar a um decréscimo nas propriedades mecânicas do ionômero de vidro.

7 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BARATIERI, L.N., **Dentística – Procedimentos Preventivos e Restauradores**. 1ª ed., Rio de Janeiro, 1989

BARCELLOS, F.L.S., **Comportamento de Materiais Compósitos Usados no Reparo de Dutos em Ambientes Agressivo**. Projeto de final de Curso do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 2003

CALLISTER JR., W.D., **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5ª ed., Rio de Janeiro, 2002

COUTINHO, M., **Avaliação da Adaptação à Dentina de Alguns Agentes de Proteção com ou sem Sistema Restaurador Adesivo, em Função de Diferentes Tratamentos da Superfície Dentinária**, Tese de D.Sc., Universidade de São Paulo, SP, 2000.

GIBSON, R.F., **Principles of Composite Material Mechanics**. Singapura, Copyright, 1994.

GUEDES-PINTO, A.C., **Odontopediatria**. 5ª ed., São Paulo, 1995.

LUCAS, L.V.M., VERRI, F.R., MARTINS SILVA, E.M., “Tratamento protético de dentes despolpados: preparos intra-radulares e opções de restaurações”. **Revista Regional de Araçatuba– A.P.C.D.**, v.22, n.2, PP.20-24, 2001

MANDARINO, F., **Cimentos de ionômero de vidro**.
http://www.forp.usp.br/restauradora/dentistica/temas/cim_ion_vid/cim_ion_vid.pdf2003

NAGEM FILHO, H., DOMINGUES, L. A. **Ionômero de Vidro: Agentes Protetores de Superfície**. EDUSC, 2000

NAVARRO, M.F.L., PASCOTTO, R.C., **Cimentos de Ionômero de Vidro – Aplicações Clínicas em Odontologia**. São Paulo, ed. Artes Médicas, 1998.

NOMOTO, R., KOMORIYAMA, M., MCCABE, J.F. et al, “Effect of Mixing Method on the Porosity of Encapsulated Glass Ionomer Cement”. **Dental Materials** v.20 pp.972-978 2004 NOMOTO, 2004

OLIVEIRA, T.M.M.G., **Efeito das Variáveis Microestruturais nas Propriedades Mecânicas do Cimento Ionômero de Vidro Convencional**. Tese de M.Sc., Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 2005.

PAULILLO, L.A.M.S., LOVADINO, J.R., MARTINS, L.R.M., *et al*, “Cimento de Ionômero de Vidro – Resistência ao Deslocamento com Diferentes Tipos de Tratamento em Dentina”. **Revista Brasileira de Odontologia**, 49 (2), PP.8-11, 1992.

PHILLIPS, M.S., **Skinner Materiais Dentários**, 9^a ed., Rio de Janeiro, 1993.

SANTOS, L.A., **Cimento fosfato de cálcio reforçado por fibras**, Tese de D.Sc., Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, 2001.

SASANALUCKIT, P., ALBUSTANY, K.R., DOHERTY, P.J. *et al*, “Biocompatibility of glass ionomer cements”. **Biomaterials** v.14, n.12, pp.906-916, 1993

SMITH, D.C., “Development of GlassIonomer Cement Systems”, **Biomaterials** 19, pp. 467-478, 1998.

VIEIRA, A.R., **Avaliação do Comportamento de Compósitos e Cimentos de Ionômero de Vidro Frente à Situação de Alto Desafio Cariogênico**. Tese de M.Sc., Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 1997.

VIEIRA, A.L.F., **Comportamento Clínico de Cimentos de Ionômero de Vidro Utilizados como Selante Oclusal por Meio da Técnica do Tratamento Restaurador Atraumático (ART)**. Tese de D.Sc., Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 2004

ISO, ISO 9917, “Dental water-based cements”, **International Organization for Standardization**, U.S.A., 2003.

WALLS, A.W.G., “Glass polyalkenoate (glass ionomer) cements: a review”. **J Dent** v.14, pp.231-246, 1986.

NGO, H, **Glass-Ionomer Cements as Restorative and Preventive Materials**, 2010

DUINEN, R.N.B.; KLEVERLAAN, C.J., GEE, A.J., *etal.*, **Early and long-term wear of ‘Fast-set’ conventional glass-ionomer cements**, Amsterdam, 2005

KLEVERLAAN, C.J.; DUINEN, R.N.B; FEILZER, A.J., **Mechanical properties of glass ionomer cements affected by curing methods**, Amsterdam, 2004

PAIVA, L.F.S.P.; FIDALGO, T.K.S.; OGASAWARA, T; *et al.*, **Ionic Exchange in the Material/Enamel Interface and Preventive Effect Evaluation of Restorative Materials Submitted to in vitro Cariogenic Challenge**, Universidade Federal do Rio

de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 2010

<http://www.dentalabs.com.br/silicone-de-condensacao-dfl-clonage-fluido-120g.html>, visitado em julho 2012

<http://www.dentalcapitalbh.com.br/media/moldagem/>, visitado em julho de 2012

<http://educador.brasilescola.com/estrategias-ensino>, visitado em julho de 2012