



Aljomar José Vechiato Filho

*Análise da superfície de cerâmicas de dissilicato de  
lítio após imersão em soluções ácidas e a base de flúor*

Araçatuba – SP

2014

---

Aljomar José Vechiato Filho

*Análise da superfície de cerâmicas de dissilicato de lítio*

*após imersão em soluções ácidas e a base de flúor*

Dissertação de mestrado apresentada à Faculdade de Odontologia do Câmpus de Araçatuba – Unesp, para a obtenção do grau de “Mestre em Odontologia” – Área de Prótese Dentária

Orientadora: Profa. Ass. Dr. Daniela Micheline dos Santos

Araçatuba – SP

2014

---

# Ficha Catalográfica

Catálogo na Publicação (CIP)

Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

Vechiato Filho, Aljomar José.

V411a Análise da superfície de cerâmicas de dissilicato de lítio após imersão em soluções ácidas e a base de flúor : análise superficial de cerâmicas de dissilicato de lítio após imersão em diferentes soluções / Aljomar José Vechiato Filho. - Araçatuba, 2014

69 f. : il. ; tab. + 1 CD-ROM

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia de Araçatuba

Orientadora: Profa. Dra. Daniela Micheline dos Santos

1. Cerâmica 2. Imersão 3. Fluoreto de sódio 4. Fluoreto de fosfato acidulado I. T.

Black D3

CDD 617.69



*Dedicatória*

---

## Dedicatória

A minha *família*, dedico esta dissertação que é fruto de intenso trabalho, estudo, amor, dedicação, e exigiu o melhor de mim, a cada nova etapa. Estas ações são provas práticas dos valores ensinados por todos vocês, durante o meu desenvolvimento.

Ao meu **papai (Aljomar José Vechiato)**, que desde sempre mostrou um amor infinito aos seus filhos e foi fundamental para que hoje eu me tornasse quem eu sou. Sempre me ensinou a enfrentar meus problemas com honestidade e cabeça erguida. Fez e ainda faz de tudo para mim e minha irmã. Deixou e deixa de realizar seus sonhos para que nós realizemos os nossos. Meu pai, além da figura paternal que o senhor representa, você é meu amigo. Eu o amo para sempre!

A minha **mamãe (Rose Maria da Costa)**, a quem devo todos os frutos da minha educação. A senhora sempre me ensinou o valor que os estudos possuem na vida de um ser humano e que, acima de tudo, nossa vida deve ser construída sobre pilares de honestidade e comprometimento. Eu não poderia ter tido exemplo melhor durante meu crescimento. Eu a amo!

A minha querida **irmã (Rafaela da Costa Vechiato)**, por quem eu tenho uma admiração enorme. Desde pequena, você já demonstrou uma inteligência enorme e um coração doce. Obrigado por estar comigo durante essa fase de problemas que parecem não ter fim. Você merece todo o amor dessa vida. Eu a amo muito. Nunca se esqueça disso.

Aos meus avós paternos (**Mauro e Luzia Vechiato**), os quais sempre demonstraram para mim um amor infinito. Por mais longe que eu estivesse de casa e

---

---

por mais tempo que os meus retornos demorassem a acontecer, sempre tive a certeza que tinha para onde voltar. E cada vez que isso acontecia, era recebido com muita alegria e amor. Obrigado por servirem de exemplo para mim. Amo vocês!

Ao meu avô materno, **Paulo Ribeiro da Costa** (in memoriam), e a minha avó materna, **Laura Zapelam**, que sempre mostrou possuir uma bondade sobrenatural e um amor imensurável. Você é um exemplo de mulher a ser seguido, uma guerreira cujas forças não têm fim. É sempre uma alegria cada vez que nos vemos e nos lembramos das meninices que eu fazia, quando era apenas uma criança. Que paciência você teve! Eu a amo!

Enfim, dedico este trabalho, fruto da minha admiração às cerâmicas odontológicas, a todos vocês que foram fundamentais ao longo da caminhada de minha vida.

“*Não são as respostas que movem o mundo, são as perguntas.*”

*(Albert Einstein)*

---



*Agradecimentos*

*Especiais*

---

## *Agradecimentos especiais*

A conclusão de mais esta etapa em minha vida não foi atingida com facilidade. Houve momentos de tristeza, nervosismo e impaciência, que não foram poucos. Mas também houve muitos momentos de alegria, amor e realização. E tudo só foi possível por ter tido a sorte de conhecer pessoas especiais que me emprestaram os pés quando não pude caminhar sozinho. A vocês, que integram parte da história da minha vida, a minha eterna gratidão; nunca ficou tão claro para mim que “a felicidade só é verdadeira quando compartilhada”.

Primeiramente, agradeço a **Deus** por ser a mão em que nos apoiamos nos nossos momentos de escuridão e incertezas. Dou graças pela força que o Senhor nos dá, a cada dia, e pelas pessoas que tive o prazer de conhecer.

A minha **orientadora, Daniela Micheline dos Santos**. Se hoje estou concluindo esta etapa, na minha vida, foi porque tive a satisfação de ser seu orientado. Foi graças ao seu convite para realizar um trabalho de iniciação científica que comecei a minha carreira acadêmica. Quase sem me conhecer, você depositou em mim uma grande confiança, conferindo-me enorme responsabilidade. Mas, isso tudo seria em vão, se você não tivesse demonstrado profundo conhecimento científico, competência e extrema dedicação. Além disso, o respeito, carinho e atenção que você dispensa a os seus orientados e pessoas que recorrem a sua ajuda, demonstram que, além de competência, você possui um enorme coração. Obrigado por contribuir para a minha formação e por ser, não só orientadora, mas nossa grande amiga.

---



---

Ao **Prof. Adj., Marcelo Coelho Goiato**. A realização desta etapa não poderia ser concluída sem a sua ajuda. Foi o senhor que deu os primeiros passos para que esse grupo de pesquisa se iniciasse, possibilitando a realização do meu sonho, assim como de todos os seus orientados. Além de competente, o senhor é possuidor da grande habilidade de nos fazer sorrir, com seu eterno bom humor. Trabalhar assim fica bem mais prazeroso. Ao senhor, portanto, minha eterna gratidão!

Ao **Prof. Dr. Valentim Adelino Ricardo Barão**. Você é a minha referência de pesquisador e professor. Antes de entrar na pós-graduação, tive a oportunidade de escrever meu primeiro artigo com você, e ter contato com a seu conhecimento científico que parece ser infinito. Tive a oportunidade de presenciar a realização de alguns de seus sonhos, todos conquistados com a satisfação do merecimento. Você é uma pessoa maravilhosa e um ídolo para mim. Obrigado por me inspirar tanto!

Ao **Prof. Ass. Dr. Juliano Pelim Pessan**, por servir de exemplo de pesquisador e ser humano. A maneira como você leciona e o relacionamento com seus alunos são admiráveis. Além da grande competência profissional, você possui uma educação e gentileza ímpares. Obrigado por tudo!

Ao grande amor da minha vida, **Maria Cecília Querido de Oliveira**. Eu não poderia expressar o tamanho da gratidão que sinto por você. Nossa jornada até aqui não tem sido fácil. Tivemos que dividir estes anos todos com a presença infalível da distância e a dor crônica da saudade. Saiba que eu não teria chegado até aqui, se não tivesse o seu apoio e o seu amor, que parece ser infinito. Um dia iremos realizar todos os nossos sonhos e toda essa dificuldade vai se transformar em alegria; ao olharmos para trás, perceberemos que todo o esforço e dor valeram a pena. Eu a amo eternamente!

---

---

Aos meus queridos primos (**Ângelo Cristante Neto** e **Thales Vechiato Cristante**), por terem sido fundamentais para a formação da minha personalidade e exemplos de caráter a serem seguidos. Sou fã de vocês. E, também aos meus eternos amigos de São José do Rio Preto (**Ântonio Maurício Soares Narciso Ferreira** e **Marcellus Vieira Campus**), que foram peças chave na construção de quem eu sou hoje. É sempre uma alegria sem tamanho encontrar vocês. E, para mim, o sinal de uma amizade verdadeira é que, apesar de passarmos longos períodos sem nos vermos, o tempo parece não ter passado durante todos esses anos. Sempre parece que tínhamos nos encontrado no dia anterior. Meu eterno amor e gratidão a vocês!

Ao meu mais novo eterno amigo **Victor Eduardo Souza Batista (Vic)**. Meu querido, muito obrigado pela companhia nas noites em que ficamos até tarde trabalhando, pelas conversas e conselhos e, acima de tudo, pelo seu bom humor crônico. Você é uma pessoa excepcional e exemplo de trabalho e comprometimento para todos nós. Poucas pessoas são tão determinadas como você. Continue faminto pelos seus objetivos assim, sempre!

Ao meu grande amigo **Rodrigo Antonio de Medeiros (Digo)**. Obrigado pelo companheirismo durante toda essa jornada, por sempre estar ao meu lado nos momentos difíceis e também nos momentos de alegria. Você possui um grande poder, o de fazer com que as pessoas gostem de você em pouquíssimo tempo de convivência. Tenho certeza de que com sua determinação e empenho, todos os seus sonhos se realizarão.

A minha querida amiga **Emily Vivianne Freitas da Silva (Baiana)**. Você possui um caráter ímpar. Chegou ao departamento quietinha e, aos poucos, foi ganhando a amizade e o respeito de todos. Seu jeito sério e comprometido não a impede de possuir um grande coração. Obrigado por todos os momentos agradáveis, em que

---

---

dividimos os almoços em sua casa, os jogos de domingo, as sessões de cinema em casa e entre outras tantas coisas que me fizeram sentir ter uma família também em Araçatuba.

A minha querida amiga **Liliane da Rocha Bonatto (Lili)**. Foi uma alegria inesquecível ter conhecido você, que em pouco tempo de convivência, já conquistou um espaço permanente em meu coração. Você é exemplo de alegria e uma pessoa bastante trabalhadora e comprometida. Eu a adoro!

As minhas amigas **Caroline Cantieri de Mello, Adhara Smith Nóbrega, Mariana Vilela e Agda Marobo Andreotti**, com as quais tive o privilégio de conviver desde o início da minha graduação. Obrigado a todas vocês pelos momentos de alegria, tristeza, dificuldades, compreensão e entendimento, vividos juntos, no decorrer da nossa jornada. Vocês são muito queridas!

Ao meu amigo querido **Leonardo Perez Faverani (Léo)**, um grande companheiro de conversas e que sempre foi extremamente educado e solícito comigo. Por mais que você estivesse ocupado, suas ocupações eram deixadas de lado assim que lhe pedia alguma ajuda. Tenho certeza absoluta de que seu futuro é promissor. Você será um ótimo pesquisador e professor, assim como sempre sonhou.

Às minhas amigas **Amália Moreno, Rosse Mary Falcón Antenucci e Marcela Filié Haddad**, e ao meu amigo **Aldiéris Alves Pesqueira**. Obrigado pela ajuda de vocês. Vocês me inspiraram muito durante estes anos, como exemplo de profissionais e de amigos, que vou levar por toda a minha vida. Marcela e Amália, sempre que lhes pedia ajuda, vocês deixavam de lado o que estavam fazendo para me ajudar. Muito obrigado!

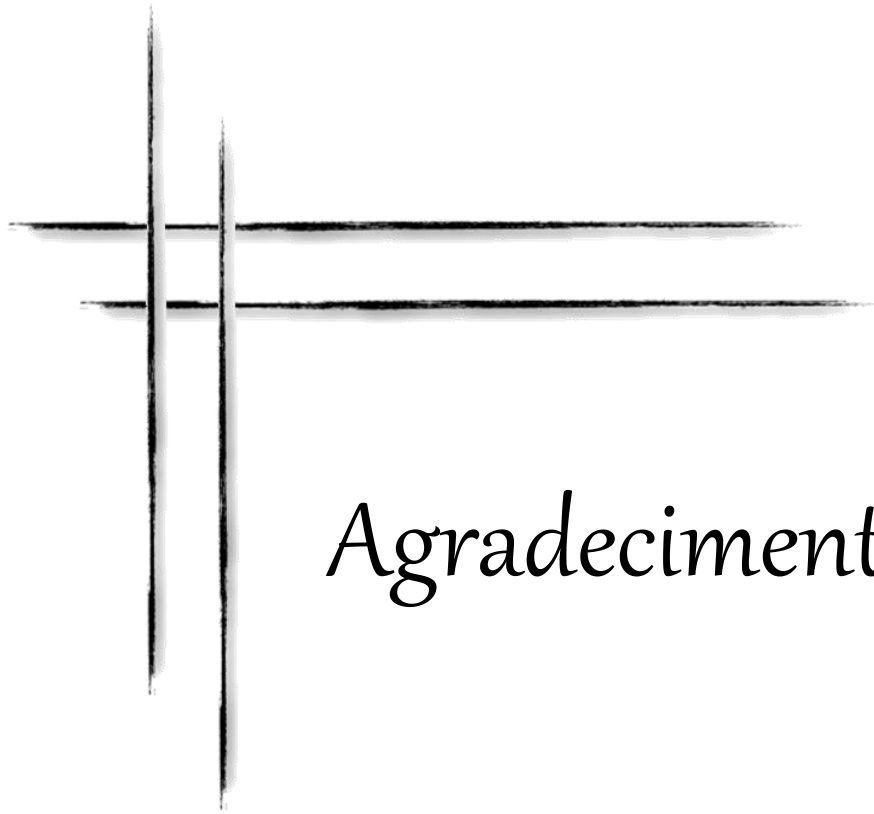
---

---

A **Capes (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior)**, pelo financiamento do meu curso de mestrado. Este trabalho, assim como nenhum outro realizado ao longo destes anos, seria possível sem esse apoio.

“*Se você quer algo que você nunca teve, você deve estar disposto a fazer algo que você nunca fez.*

*(Thomas Jefferson)*



# *Agradecimentos*

---

## *Agradecimentos*

**À Faculdade de Odontologia de Araçatuba, por me dar a oportunidade de ter realizado a Graduação e o Mestrado.** Essa Instituição é exemplo de ensino e pesquisa. Desde que nela entrei, percebi que todos os alunos, funcionários e professores sentem-se orgulhosos em carregar consigo o nome da “FOA”. Sinto-me honrado de ser filho dessa Instituição de ensino.

**À Coordenadora do Programa de Pós-Graduação da FOA, Profa. Adj. Maria José Hitomi Nagata,** que luta incansavelmente para que o curso de pós-graduação melhore a cada dia. Todos nós somos gratos por seu empenho!

Aos professores do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese: **Humberto Gennari Filho, Renato Salviato Fajardo, Wirley Gonçalves Assunção, Débora de Barros Barbosa, Stefan Fiuza de Carvalho Dekon, Adriana Cristina Zavanelli, José Vitor Quinelli Mazaro, Eduardo Piza Pellizzer, Fellipo Ramos Verri, Paulo Renato Junqueira Zuim, Karina Helga Turcio de Carvalho, Eduardo Passos Rocha, Maria Cristina Rosefini Alves Rezende, Paulo Henrique dos Santos e Aimée Maria Guiotti.** Obrigado por todos os ensinamentos, pela amizade e atenção durante todo esse tempo.

Ao cirurgião dentista **Sidney Kina,** por ter doado as cerâmicas necessárias para a realização deste estudo. Não só essa contribuição foi fundamental para o trabalho, mas a sua habilidade e talento na área de estética odontológica como todas as suas orientações foram motivadoras para mim. Obrigado!

---

---

Aos professores da **Faculdade de Engenharia de Sorocaba (UNESP)**, na pessoa da **Profa. Dr. Elidiane Cripiano Rangel** e do **Prof. Dr. Nilson Cristiano da Cruz**, pelo acesso aos aparelhos de perfilometria, MEV/EDS e, acima de tudo, pela disponibilidade e ajuda a mim dispensadas, com grande carinho e respeito, sempre com muita prontidão e atenção. Este trabalho, tanto quanto outros, não poderiam ter sido realizados sem a ajuda de vocês.

Ao **Prof. Dr. Keizo Yukimitu** e ao **Dr. Moisés Souza Arantes Neto da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira (UNESP)** pelo acesso ao aparelho de MEV e pelo respeito e atenção que recebi, ao longo deste trabalho.

À **Profa. Dra. Mirela Sanae Shinohara**, por servir de exemplo de pesquisadora. Tivemos pouco contato até agora, mas esse pouco tempo já foi suficiente para que eu pudesse admirar toda a sua capacidade e profissionalismo.

Aos colegas inesquecíveis da pós-graduação em Prótese Dentária (**Juliana Delbem, Leonardo Bueno Torcato, Joel Ferreira Santiago Júnior, Douglas Monteiro, Daniel e Thaís Yumi Umeda Suzuki**), por sempre dedicarem a mim um pouco de atenção, quando lhes pedi; obrigado pelas conversas de corredor e pelas risadas, que deixaram mais agradável o ar pesado da rotina. Adoro vocês!

Aos colegas da pós-graduação em Pediatria (**Carla, Jackeline e Marcele**) pela orientação, ajuda e paciência, durante esses anos todos. Desde a graduação, tenho contato com vocês para a realização dos meus sonhos.

Aos meus queridos amigos da pós-graduação em Dentística, **Laura Molinar Franco (Puds)** e **Lucas Silveira**. Eu tive a sorte que poucos têm de conhecer pessoas tão especiais quanto vocês. Laura, você é possuidora de uma risada inesquecível e um bom humor animador. Todas as conversas que eu tive com você foram agradáveis.

---

---

Lucas, você é um ótimo amigo e um exemplo de pesquisador a ser seguido. Você também é possuidor de um bom humor incrível. Obrigado pela convivência tão boa!

Aos alunos de graduação **Denis, Henrique, Guilherme e Geórgia** por me fazerem sentir responsável pelo desenvolvimento dos profissionais que vocês serão, no futuro.

Aos funcionários do **Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese (Magda, Dalete, Carlão, Eduardinho, Ana Marcelina e Jânder)** pela colaboração e amor dispensados a mim, a cada dia de convívio ao longo desta jornada.

Aos **professores e funcionários do Centro de Oncologia Bucal (COB) da Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP**, pela atenção e pelos ensinamentos durante esses anos de convívio. É sempre bom trabalhar em um lugar onde as pessoas sempre sorriem!

Aos **pacientes**, pelo respeito, paciência e confiança em mim, que me proporcionaram experiência e conhecimento ao longo desses anos. Muito obrigado e saibam que todo esse esforço é para trazer mais conforto e satisfação para suas vidas.

“*Eu aprendi que todos querem viver no topo da montanha, mas toda a felicidade e crescimento ocorrem quando você a está escalando.*

*(William Shakespeare)*

---



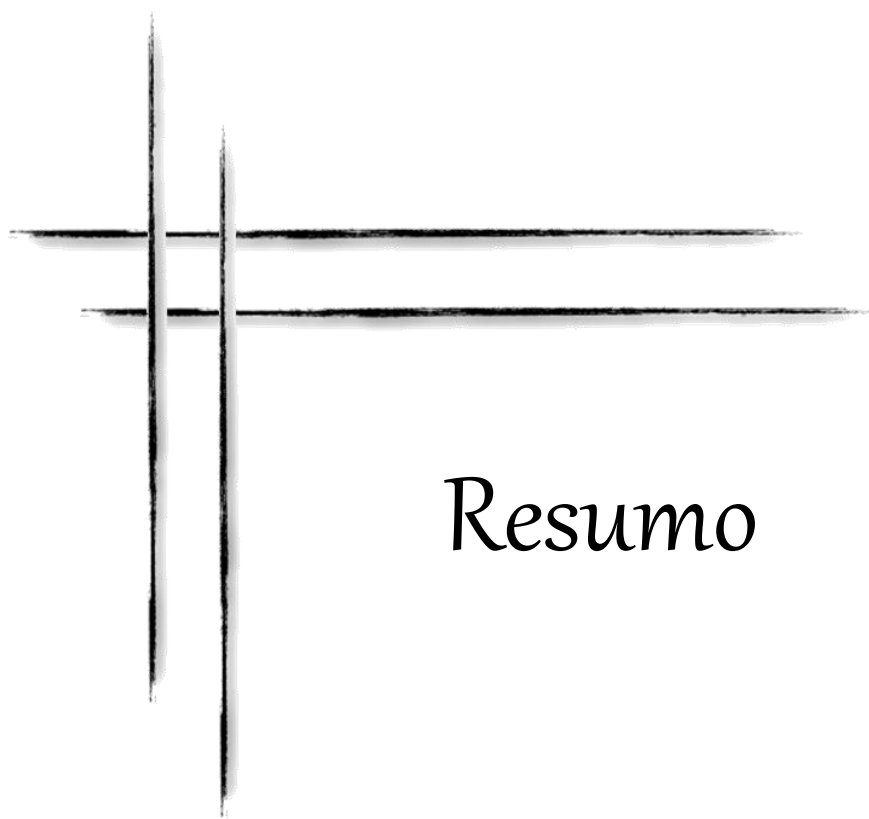
---

## Epígrafe

“Seu trabalho vai preencher uma parte grande na sua vida e a única maneira de ficar realmente satisfeito é fazer o que você acredita ser um ótimo trabalho. E, a única maneira de fazer um excelente trabalho é amar o que você faz. Se você ainda não encontrou o que é, continue procurando. Não sossegue. Assim como todos os assuntos do coração, você saberá quando encontrá-lo. E, como em qualquer grande relacionamento, só fica melhor e melhor à medida que os anos passam. Então continue procurando até você achar. Não sossegue.

(Steve Jobs)

---



# Resumo

Vechiato Filho AJ. **Análise da Superfície de Cerâmicas de Dissilicato de Lítio Após Imersão em Soluções Ácidas e a Base de Flúor** [Dissertação]. Araçatuba: Faculdade de Odontologia da Universidade Estadual Paulista; 2014.

## RESUMO

A degradação de cerâmicas odontológicas acontece na cavidade oral e em contato com soluções erosivas. Duzentos e vinte discos de cerâmica de dissilicato de lítio foram divididos em 4 grupos. As amostras do Grupo Controle (Co) foram imersas em diferentes bebidas ácidas ou em saliva artificial. Os grupos que foram expostos em fluoreto de sódio 0,05% (NaF 0,05%) e 0,2% (NaF 0,2%) ou em gel de fluoreto fosfatado acidulado a 1,23% (FFA 1,23%), foram imersos em uma dessas soluções, para em seguida serem imersos nas bebidas ácidas testadas. As amostras foram imersas nas bebidas ácidas de uso comum durante 4 horas/dia, seguido da imersão em saliva artificial, durante 21 dias. De forma contínua, as amostras dos grupos NaF 0,05%, NaF 0,2%, FFA 1,23% foram imersas nas respectivas soluções a base de flúor durante 12, 73 e 48 horas, respectivamente. A superfície das amostras foi analisada por meio da microdureza Vicker's, rugosidade, microscopia eletrônica de varredura associada à espectroscopia de energia dispersiva (MEV/EDS) e microscopia de força atômica (AFM). Os dados de microdureza e rugosidade superficial foram submetidos à nested-ANOVA e Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). As análises de MEV/EDS e AFM foram comparadas visualmente entre os grupos. Como resultados, pode-se observar que a imersão nas bebidas ácidas de uso comum (Grupo Co) diminuiu os valores de microdureza e aumentou os de rugosidade. A solução de fluoreto de sódio a 0,2% foi capaz de produzir

reduções estatisticamente significativas nos valores de microdureza. Além disso, quando as amostras foram imersas posteriormente nas bebidas ácidas de uso comum tanto o Grupo NaF 0,05% quanto o Grupo NaF 0,2% apresentaram reduções significativas na microdureza. Não foi possível realizar leituras de microdureza na superfície das amostras do Grupo FFA 1,23% devido à intensa degradação, observada pela análise de MEV e AFM. Independente da solução utilizada, as amostras do Grupo Co apresentaram aumento significativo nos valores de rugosidade comparados aos iniciais. Os maiores valores de rugosidade, estatisticamente significantes, foram observados para os Grupos NaF 0,2% e FFA 1,23%, corroborados pelas imagens de MEV/EDS e AFM. A associação das soluções de fluoreto com as bebidas ácidas alterou ainda mais os valores de microdureza e rugosidade superficial das amostras. Por meio dos resultados pode-se concluir que as bebidas ácidas afetaram a topografia de superfície da cerâmica de dissilicato de lítio, diminuindo os valores de microdureza e aumentando os de rugosidade. A solução de fluoreto de sódio 0,2% e o gel de FFA 1,23% produziram os maiores graus de degradação superficial. Além disso, as soluções de fluoreto deixaram a superfície da cerâmica mais susceptível ao efeito quelante das bebidas ácidas.

Palavras-chave: Cerâmica. Imersão. Fluoreto de sódio. Fluoreto de fosfato acidulado.

---



*Abstract*

---

---

Vechiato Filho AJ. **Surface analysis of lithium disilicate ceramic after immersion in acid and fluoride solutions.** [Dissertation]. Araçatuba Dental School – Univ Estadual Paulista; 2014.

#### ABSTRACT

The degradation of dental ceramics occurs in oral cavity and in contact with erosive solutions. Two hundred lithium disilicate ceramic disks were divided on 4 groups. The disks of Control Group (Co) were immersed in common acid beverages or in artificial saliva. The groups that were exposed to sodium fluoride 0.05% (NaF 0.05%) and 0.2% (NaF 0.2%) or in acidulated phosphate fluoride gel 1.23% were immersed in one of these solutions followed by the immersion in common acid beverages. Specimens were immersed in the common acid beverages for 4 h day<sup>-1</sup> followed by the immersion in artificial saliva for the remaining 20 h for 21 days. Continuously, the disks of the Groups NaF 0.05%, NaF 0.2% and APF 1.23% were immersed in each fluoride solutions for 12, 73 and 48 hours, respectively. The surface of the disks was analyzed by Vicker's microhardness (HV), surface roughness ( $\mu\text{m}$ ), scanning electronic microscopy associated with X-ray dispersive spectroscopy (SEM)-EDS and atomic force microscopy (AFM). Quantitative data were analyzed by ANOVA and Tukey's test ( $\alpha = 0.05$ ). SEM and AFM images were visually compared among groups. The immersion of the disks in test common acid beverages (Co Group) affected hardness and surface roughness results. Sodium fluoride 0.2% promoted a significant decrease in hardness results. NaF 0.05% and NaF 0.2% Groups showed significant reductions in hardness results after immersion in the common acid beverages. SEM and AFM images revealed dramatic changes in the disks of APF Group which enable the hardness test.

---

---

Regardless of the solution, the disks of Co Group showed a significant increase in surface roughness when comparing them with the initial results. Superior significant results of surface roughness were observed in NaF 0.2% and APF 1.23 Groups corroborated by MEV and AFM images. The association of fluoride solutions and common acid beverages promoted more alterations in hardness and surface results. It was possible to conclude that the common acid beverages affected the surface topography of lithium disilicate ceramic by diminishing its hardness and increasing the surface roughness results. Sodium fluoride 0.2% and APF 1.23% gel promoted superior surface degradation. Besides, ceramic surface was more susceptible to the chelating effect after immersion in sodium fluoride solutions.

Key words: Dental porcelain, immersion, sodium fluoride, acidulated phosphate fluoride.

---

---



# Listas e Sumário

---



---

## Lista de figuras

- Figura 1.** Fluxograma representativo da distribuição das amostras entre os diferentes grupos e da sequência dos processos de imersão. **35**
- Figura 2.** Microscopia eletrônica de varredura (MEV) associada à espectroscopia de energia dispersiva (EDS) no período inicial (A); e após imersão em saliva artificial (B), refrigerante de cola (C), café (D), suco de laranja (E), vinho (F), NaF 0,05% (G), NaF 0,2% (H) (♦ concavidades representando a dissolução da fase vítrea) e gel de FFA 1,23% (I) (→ cristais hexagonais de fluorapatita dissolvidos em matriz vítrea de aluminossilicato). **46**
- Figura 3.** Imagens 3D da microscopia de força atômica (AFM), antes e após a imersão nas soluções propostas. **50**
-

---

## Lista de tabelas

<b>Tabela 1.</b> Fabricante, composição química e pH das soluções utilizadas para imersão das amostras.	33
<b>Tabela 2.</b> Resultados de nested-ANOVA para os valores de microdureza superficial (Vickers).	41
<b>Tabela 3.</b> Valores médios (desvio padrão) de microdureza superficial (Vickers).	42
<b>Tabela 4.</b> Valores médios (desvio padrão) de rugosidade superficial (Rt).	43
<b>Tabela 5.</b> Resultados de nested-ANOVA para os valores de rugosidade superficial (Rt).	44
<b>Tabela 6.</b> Valores médios de rugosidade superficial (Rt) para o fator Período (Grupo (Imersão)) independente da solução utilizada.	45
<b>Tabela 7.</b> Valores médios de rugosidade superficial (Rt) para o fator Solução independente do período analisado.	45

---

---

## Lista de Abreviaturas

**C** = Elemento carbono

**O** = Elemento oxigênio

**Na** = Elemento sódio

**Al** = Elemento alumínio

**Si** = Elemento silício

**K** = Elemento potássio

**P** = Elemento fósforo

**Ca** = Elemento cálcio

**Zn** = Elemento zinco

**Mg** = Elemento magnésio

**F<sup>-</sup>** = Íon Flúor

**H<sub>2</sub>O** = Molécula de Água

**KCl** = Cloreto de potássio

**NaCl** = Cloreto de sódio

**CaCl<sub>2</sub>** = Cloreto de Cálcio

**NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>** = Fosfato de sódio

**Na<sub>2</sub>S** = Sulfeto de sódio

**NaF** = Fluoreto de sódio

---

---

**FFA** = Fluoreto fosfatado acidulado

**pH** = Potencial de hidrogênio

**MEV** = Microscopia eletrônica de varredura

**EDS** = Espectroscopia de energia dispersiva

**AFM** = Microscopia de força atômica

**mm** = Milímetros

**nm** = Nanômetros

**μm** = Micrômetros

**Å** = Angstrom

**Rt** = Parâmetro que indica a altura total do perfil de rugosidade

**C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O** = Álcool etílico

**OH<sup>-</sup>** = Íon Hidroxila

**H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>** = Íon Hidrônio

**Si<sub>2</sub>O** = Dióxido de silício

**SiF<sub>4</sub>** = Tetrafluorsilano

**H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>** = Ácido carbônico

---

---

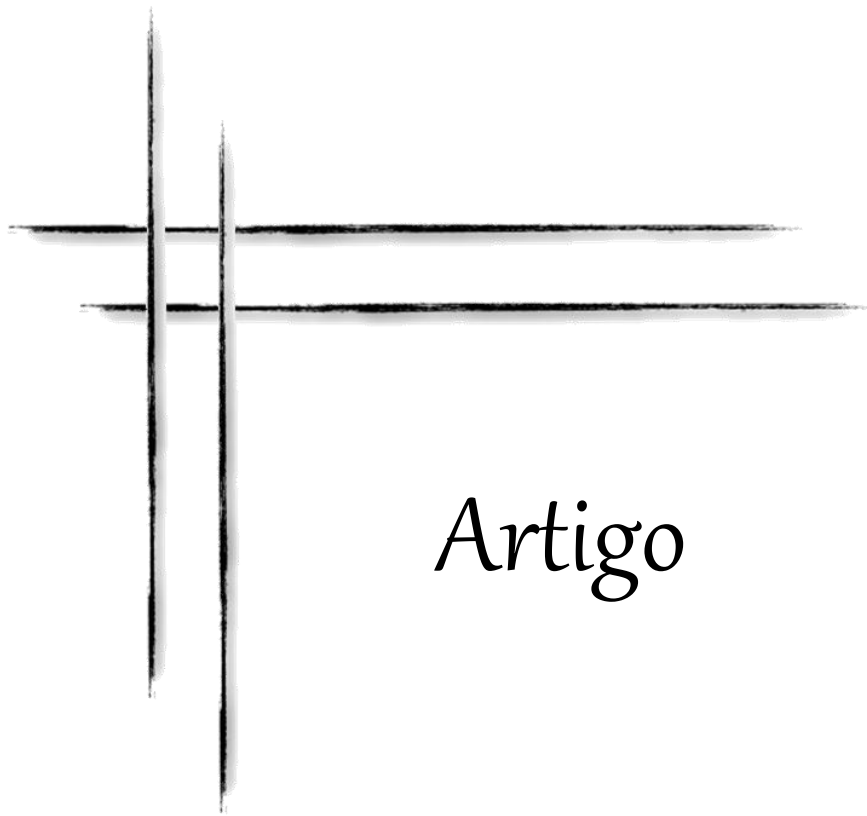
## Sumário

**Artigo:** Análise da superfície de cerâmicas de dissilicato de lítio após imersão em soluções ácidas e a base de flúor

<b>1. Introdução</b>	31
<b>2. Materiais e Métodos</b>	32
2.1 Materiais utilizados e delineamento do estudo	32
2.2 Protocolos de imersão das amostras	36
2.2.1 <i>Imersão em saliva artificial e nas bebidas ácidas de uso comum</i>	36
2.2.2 <i>Imersão em soluções a base de fluoreto</i>	36
2.3 Ensaio realizados	37
2.3.1 <i>Microdureza superficial</i>	38
2.3.2 <i>Rugosidade superficial</i>	38
2.3.3 <i>MEV/EDS</i>	39
2.3.4 <i>AFM</i>	39
2.4 Análises dos dados	39
2.4.1 <i>Análise quantitativa</i>	39
2.4.2 <i>Análise qualitativa</i>	40
<b>3. Resultados</b>	40
<b>4. Discussão</b>	50
<b>5. Conclusão</b>	55
<b>6. Referências</b>	56
<b>7. Anexos</b>	61

---

Artigo



**Análise da superfície de cerâmicas de dissilicato de lítio após imersão em soluções ácidas e a base de flúor.\***

\* Este artigo está formatado de acordo com as normas do periódico *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*.

## 1. Introdução

As cerâmicas dentárias têm sido cada vez mais utilizadas devido à demanda progressiva dos pacientes por tratamentos estéticos.<sup>1</sup> Essa procura contínua impulsiona o desenvolvimento de novos sistemas cerâmicos<sup>1,2,3</sup> e, que aliada ao desenvolvimento tecnológico, promove interesse crescente nas pesquisas com tais materiais.<sup>1</sup> Atualmente, os sistemas cerâmicos prensados destacam-se dos demais em virtude da menor contração durante o processo de fabricação, além de conferir menor porosidade superficial e maior resistência que as cerâmicas convencionais.<sup>3</sup>

Sabe-se que as cerâmicas dentárias possuem excelentes propriedades estéticas, boas propriedades físicas e mecânicas, além de serem consideradas materiais restauradores quimicamente inertes.<sup>1,4</sup> Entretanto, estudos demonstram que a exposição das mesmas em soluções aquosas e/ou agentes erosivos pode degradar a superfície desses materiais,<sup>2,5,6,7</sup> provocando a lixiviação de íons alcalinos presentes em sua composição.<sup>2,6-9</sup> Esse processo de dissolução produz aumento da rugosidade superficial da cerâmica e, conseqüentemente, maior desgaste pelo atrito entre dentes naturais ou restaurações antagonistas.<sup>10</sup> Associado a esse fato, alguns autores afirmam que esse processo de lixiviação libera íons tóxicos como, por exemplo, lítio, alumínio e zinco, oriundos das restaurações cerâmicas, e que podem trazer conseqüências danosas ao organismo, tais como tremores,<sup>8,11</sup> problemas gastrointestinais e respiratórios.<sup>12</sup>

Além disso, alguns estudos afirmam que não apenas a exposição em soluções ácidas pode ser prejudicial às propriedades físicas dos materiais cerâmicos, mas também a exposição às soluções profiláticas a base de flúor,<sup>4</sup> sendo que o fluoreto de sódio (NaF) é o principal composto a base de flúor presente em soluções de higienização.<sup>13</sup> Contudo, até o presente

momento, a maioria dos estudos avalia a degradação das cerâmicas apenas em soluções de baixo pH, visto que alguns estudos afirmam que o pH neutro pode degradar mais do que ambientes ácidos.<sup>1,2,4,5-8</sup> A literatura é escassa em relação à estudos que avaliam o efeito de substâncias ácidas associando-as com soluções profiláticas<sup>14</sup> e, até o presente momento, não foi encontrado nenhum estudo que avaliasse em conjunto esses dois fatores, em cerâmicas de dissilicato de lítio.

Dessa forma, o presente estudo teve como objetivo avaliar quantitativamente a influência de bebidas ácidas de uso comum e de soluções profiláticas a base de fluoreto, sobre a degradação da superfície de cerâmicas de dissilicato de lítio, por meio da análise do teste de microdureza Vicker's, espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e rugosidade superficial. Além disso, este estudo pretendeu ilustrar qualitativamente a topografia por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia de força atômica (AFM). A hipótese do estudo testada foi que a imersão nas soluções a base de flúor seguido da imersão nas bebidas ácidas de uso comum alterariam a superfície das cerâmicas de dissilicato de lítio.

## **2. Materiais e Métodos**

### **2.1 Materiais utilizados e delineamento do estudo**

Neste estudo, um material cerâmico foi testado em 8 diferentes meios de armazenamento (Tabela 1). Para isto, foram confeccionados 220 discos (5 mm de diâmetro x 1 mm de espessura) de cerâmicas de dissilicato de lítio (IPS E.max Press Impulse, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein), a partir de discos de resina acrílica autopolimerizável (DuraLay; Polidental, Cotia, São Paulo, Brasil), obtidos por meio de uma matriz metálica com perfurações nas dimensões acima citadas.



**Tabela 1** – Fabricante, composição química e pH das soluções utilizadas para imersão das amostras.

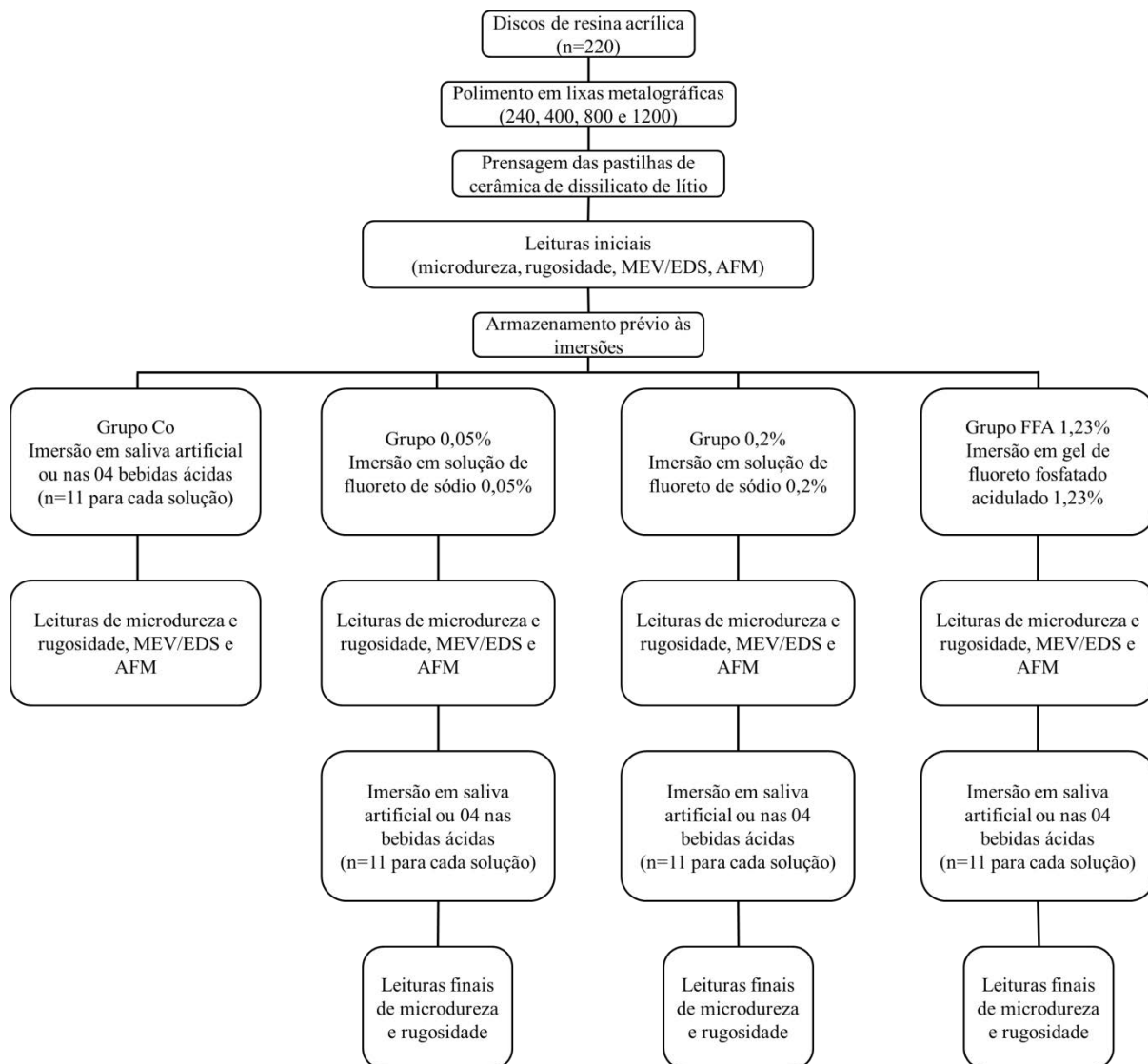
Tipo de solução	Fabricante	Composição Química	pH
Saliva Artificial	Sigma-Aldrich Brasil Ltda, São Paulo, São Paulo, Brasil.	KCl (0.4 g L <sup>-1</sup> ), NaCl (0.4 g L <sup>-1</sup> ), CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O (0.906 g L <sup>-1</sup> ), NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O (0.690 g L <sup>-1</sup> ), Na <sub>2</sub> S·9H <sub>2</sub> O (0.005 g L <sup>-1</sup> ), e uréia (1 g L <sup>-1</sup> ).	6,5
Café	Sara Lee Cafés do Brasil Ltda, Jundiaí, São Paulo, Brasil.	Café torrado e moído, não contém Glúten	5,35
Refrigerante de cola	Coca-Cola, Cia de Bebidas Ipiranga, Indústria Brasileira de Bebida, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil	Água gaseificada, açúcar, dióxido de carbono, extrato de noz de cola, corante amarelo IV, acidulante INS 338 e aroma natural	2,49
Vinho Tinto Seco	José Maria da Fonseca, Azeitão, Portugal	Uvas viníferas tintas Castelão, Trincadeira e Aragonez, conservador INS 220, ácido sulfuroso. Teor alcoólico 12,7%	3,58
Suco de Laranja	Coca-Cola, Cia de Bebidas Ipiranga, Indústria Brasileira de Bebida, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil	Suco de laranja, água, açúcar, polpa de laranja, aroma natural, antioxidante ácido ascórbico e acidulante ácido cítrico	3,52
NaF 0,2%	Farmácia de Manipulação Apothicário, Araçatuba, São Paulo, Brasil.	CNR*	7,0
NaF 0,05%	Farmácia de Manipulação Apothicário, Araçatuba, São Paulo, Brasil.	CNR*	7,0
FFA 1,23%	Dentsply Ceramco, Burlington, New Jersey, USA	CNR*	3,8

\*CNR = Composição não relatada pelo fabricante

Os discos de cerâmica foram divididos em 4 grupos (Co, NaF 0,05%, NaF 0,2% e FFA 1,23%), os quais foram subdivididos em 5 subgrupos cada, sendo que o Grupo Controle (Co) foi imerso em saliva artificial ou em 4 bebidas ácidas de uso comum (café, refrigerante

de cola, vinho tinto e suco de laranja), como ilustrado na figura 1. Os outros 3 grupos foram imersos em 3 diferentes soluções a base de fluoreto (fluoreto de sódio a 0,05%, fluoreto de sódio a 0,2% e gel de fluoreto fosfatado acidulado a 1,23%), sendo uma para cada grupo, seguido de imersão em saliva artificial ou nas mesmas 4 bebidas ácidas da mesma forma que o Grupo Co. Dessa forma, o esquema fatorial deste estudo foi de 1 X 5 no grupo controle e de 3 X 5 para os grupos imersos em solução de fluoreto, totalizando 20 subgrupos diferentes, com n=11 para cada um, contendo todas as combinações formadas a partir destes dois fatores (Figura 1).

Previamente à injeção das pastilhas cerâmicas pela técnica da cera perdida, a superfície dos discos em resina acrílica foi padronizada com lixas metalográficas de granulação 240, 400, 800 e 1200 em politriz automática (Politriz Universal APL-4 AROTEC; Cotia, São Paulo, Brasil). Após a injeção das pastilhas cerâmicas, realizou-se a aplicação de uma única camada uniforme de glaze de acordo com a especificação ANSI/ADA No. 6872.<sup>15</sup>



**Figura 1.** Fluxograma representativo da distribuição das amostras entre os diferentes grupos e da sequência dos processos de imersão.

## 2.2 Protocolos de imersão das amostras

### 2.2.1 *Imersão em saliva artificial e nas bebidas ácidas de uso comum*

Todas as amostras foram imersas em saliva artificial ou nas bebidas ácidas de uso comum (café, refrigerante de cola, vinho tinto e suco de laranja), sendo armazenadas em estufa bacteriológica digital (CIENLAB Equipamentos Científicos Ltda, Campinas, São

Paulo, Brasil) a  $37\pm 1^\circ\text{C}$  durante 4 horas/dia<sup>16</sup> por 21 dias. Este protocolo de imersão simulou três períodos de ingestão de bebidas ácidas durante aproximadamente 2,5 minutos, durante dois anos. As imersões nas bebidas ácidas foram realizadas intercaladas com o armazenamento em saliva, visto que as ingestões ácidas não são contínuas, mas intercaladas com exposição em saliva, tentando simular a cavidade oral quando em contato com tais soluções, além de avaliar algum possível efeito protetor (tampão) da saliva.

As bebidas ácidas foram substituídas diariamente, durante todo o período de armazenagem, sendo que uma nova solução de café era preparada a cada imersão por meio da infusão de 1 litro de água comum a  $100^\circ\text{C}$  em 80 gramas de pó de café, seguindo as recomendações do fabricante. As amostras lavadas com água deionizada e secas com papel absorvente macio, no intervalo de troca das soluções. O pH de cada solução utilizada foi mensurado por meio de um *pHmetro* (Accumet AB15, Fisher Scientific, Pittsburg, PA), anteriormente a cada período de imersão.

### *2.2.2 Imersão em soluções a base de fluoreto*

Nos grupos submetidos à imersão prévia em soluções a base de fluoreto, a imersão foi realizada de forma contínua, visto que, clinicamente, a exposição com estas soluções é diferente das bebidas ácidas de uso comum, pois não são intercaladas com exposição em saliva. A solução de fluoreto de sódio a 0,05% simulou a concentração dessa substância presente em colutórios bucais, e a de 0,2% simulou a concentração de fluoreto de sódio presente em dentifrícios. O gel de fluoreto fosfatado acidulado a 1,23% simulou aplicações profiláticas de flúor no consultório odontológico. Posteriormente, as amostras de ambos os grupos foram imersas em saliva artificial e nas bebidas ácidas propostas.

As amostras do Grupo NaF 0,05% foram imersas em solução de fluoreto de sódio a 0,05%, por 12 horas, simulando o bochecho diário de 1 minuto.<sup>13</sup> As amostras contidas no grupo NaF 0,2% foram imersas em solução de fluoreto de sódio a 0,2%, por 73 horas, o que simulou 3 escovações diárias de 2 minutos, aproximadamente. Essa solução foi renovada a cada 12 horas de imersão, sendo que o último ciclo durou 13 horas.<sup>13</sup> Por fim, para as amostras do grupo FFA 1,23%, foi realizada imersão em gel de fluoreto fosfatado acidulado a 1,23%, durante 48 horas, reproduzindo o equivalente a uma aplicação diária de 4 minutos<sup>4</sup>, o que simulou uma situação clínica extremamente desfavorável, na qual o paciente estaria propenso a um alto risco à doença cárie. As imersões das amostras, nas soluções fluoretadas, simularam 2 anos de hábitos de higienização e cuidados diários do paciente.<sup>4,13</sup>

### 2.3 Ensaio realizados

A superfície das amostras foi analisada quantitativamente, por meio da microdureza Vicker's, gráficos de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e rugosidade superficial e, qualitativamente por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia de força atômica (AFM).

As análises de MEV/EDS e AFM foram realizadas no período inicial, após o período final de imersão para o Grupo Co e após a imersão nas soluções de fluoreto para os Grupos NaF 0,05%, NaF 0,2% e FFA 1,23%. Nesse caso, não foram realizadas imagens após 21 dias de imersão em saliva artificial e nas bebidas ácidas para os grupos a base de fluoreto pois o principal objetivo de realizar esses ensaios foi para identificar o efeito que cada solução provocaria na superfície da cerâmica avaliada.

Para os testes de microdureza Vicker's e rugosidade superficial, foram utilizadas 10 amostras de cada subgrupo, ao passo que para as análises de MEV/EDS e AFM, apenas uma amostra de cada subgrupo foi necessária. Todas as leituras foram realizadas por um único operador, em um ambiente com temperatura controlada.

### *2.3.1 Microdureza superficial*

As leituras de microdureza das amostras foram realizadas por meio de microdurômetro HMV-2T (Shimadzu Corp., Kyoto, Japão), calibrado com carga de 150 g por 10 segundos.<sup>17</sup> A superfície de cada amostra foi submetida a três endentações Vickers, sendo o valor final a média dos valores obtidos.

### *2.3.2 Rugosidade superficial*

A análise da rugosidade de superfície foi avaliada por meio de um perfilômetro (Dektak 150; Veeco, Plainview, New York, EUA). Cada amostra foi individualmente posicionada no centro do aparelho e a ponta medidora em cima da sua superfície. No presente estudo, optou-se por utilizar o parâmetro  $R_t$  de rugosidade, visto que esse parâmetro fornece informações adicionais quando comparadas ao parâmetro  $R_a$ , identificando a máxima deterioração vertical da superfície da amostra.<sup>19</sup> Os valores de  $R_t$  foram obtidos com leituras calibradas em 500 $\mu$ m de varredura, durante 12 segundos. Três leituras foram realizadas em cada superfície e a média calculada. As leituras foram realizadas uma ao centro e duas paralelas (a direita e a esquerda). Os valores iniciais foram obtidos em Angstroms ( $\text{\AA}$ ) e posteriormente convertidos em uma escala micrométrica ( $\mu$ m).

### *2.3.3 MEV/EDS*

Uma amostra de cada grupo foi analisada por meio de imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV; JSM 610LA; JEOL, Tokyo, Japão) utilizando aumentos de 300x. Associada a essas imagens, foi realizada a caracterização da composição química elementar em pequenos volumes ( $1 \mu\text{m}^3$ ) da superfície de cada amostra por meio da análise de espectroscopia de energia dispersiva (EDS; JSM 610LA; JEOL, Tokyo, Japão), permitindo o mapeamento de componentes químicos por meio de raios X.

#### 2.3.4 AFM

As mesmas amostras utilizadas para as análises de MEV/EDS foram submetidas à análise por meio da microscopia de força atômica (AFM; Veeco Metrology Inc., Santa Barbara, California, EUA). Sendo assim, após a captura das imagens pelo microscópio as mesmas foram exportadas para o programa Gwyddion 2.33 (2013; Department of Nanometrology, Czech Metrology Institute, Okružní, Lesná, República Tcheca) instalado em um computador. Nesse programa, as imagens foram processadas com dois filtros (*correct horizontal scars* e *correct lines by matching height median*), com o objetivo de obter imagens em três dimensões (3D). Para possibilitar a análise comparativa visual entre os grupos, os eixos x e y foram padronizados em uma escala de leitura com comprimento de  $5 \mu\text{m}$ .

### 2.4 Análise dos dados

#### 2.4.1 *Análise quantitativa*

O efeito dos quatro fatores (solução, imersão, diferentes grupos e períodos) considerados para os resultados dos ensaios de microdureza e rugosidade superficiais, foi verificado por análise de variância com efeitos aninhados (nested-ANOVA). Efeitos aninhados podem ser utilizados quando as restrições nos impedem de cruzar todos os níveis

de um fator com todos os níveis do outro fator. Existe um efeito aninhado quando menos do que todos os níveis de um fator ocorrem dentro de cada nível do outro fator. Em estudos com efeito aninhado, o efeito da interação não pode ser calculado, porém o próprio desenho utilizado já considera a interação de efeito avaliado entre os fatores hierarquicamente. Para ambos os testes utilizados, o tipo de efeitos imersão em flúor, grupos, solução e período sobre a alteração dos valores de microdureza e rugosidade da amostra foram avaliados com ANOVA quatro fatores hierárquica (nested-ANOVA). O fator grupo foi aninhado para o fator imersão, porque nem todos os níveis do fator grupo ocorrem dentro de cada faixa do fator imersão. O fator período foi considerado dentro do grupo a fim de diferenciar os grupos contendo diferentes níveis de período. Diferenças significantes de alteração de microdureza e rugosidade foram comparadas pelo teste de Tukey HSD ( $\alpha = 0,05$ ). É importante ressaltar que não foi possível realizar a leitura de microdureza referente às amostras do grupo FFA 1,23%, devido à intensa degradação da superfície, impedindo a identificação da ponta Vicker's do microdurômetro. Dessa forma, esse grupo não foi considerado na análise estatística dos valores de microdureza.

#### *2.4.2 Análise qualitativa*

O efeito das soluções utilizadas em cada Grupo foi registrado por meio de imagens obtidas pelas análises de MEV-EDS e AFM, as quais foram comparadas visualmente.

### **3. Resultados**

Pode-se verificar, durante a análise dos valores de microdureza superficial (Tabela 2), que a interação entre os fatores Solução e Período (Grupo (Imersão)) foi estatisticamente significativa ( $p=0,004$ ).



**Tabela 2.** Resultados de nested-ANOVA para os valores de microdureza superficial (Vickers).

Fator de variação	gl	SQ	SQ	MQ	F	P
		Sequencial	Ajustada	Ajustada		
Solução	4	1110,1	2487,5	621,9	3,22	0,013*
Imersão	1	11760,5	11760,5	11760,5	60,94	< 0,001*
Grupo (Imersão)	1	270,7	270,7	270,7	1,40	0,237
Período (Grupo (Imersão))	5	73256,0	73256,0	14651,2	75,92	< 0,001*
Solução x Imersão	4	2253,5	2253,5	563,4	2,92	0,021*
Solução x Grupo (Imersão)	4	510,4	510,4	127,6	0,66	0,619
Solução x Período (Grupo (Imersão))	20	8086,4	8086,4	404,3	2,10	0,004*
Erro	360	69470,2	69470,2	193,0		
Total	399	166717,8				

\*p<0,05 denota diferença estatisticamente significativa.

Em geral, a imersão nas bebidas ácidas de uso comum (Grupo Co) diminuiu a microdureza superficial, sendo que a solução de vinho foi a que provocou maiores alterações, diminuindo os valores de modo estatisticamente significativo (Tabela 3).

Em relação às soluções de fluoreto de sódio, não foi observada nenhuma alteração significativa para o Grupo NaF 0,05% (Tabela 3). Contudo, a solução de fluoreto de sódio a 0,2% foi capaz de produzir reduções estatisticamente significativas nos valores de

microdureza das amostras do grupo NaF 0,2% (Tabela 3). Além disso, quando as amostras foram imersas posteriormente nas bebidas ácidas de uso comum, todas foram capazes de provocar reduções na microdureza superficial, tanto para as amostras do Grupo NaF 0,05%, quanto para as do Grupo NaF 0,2% (Tabela 3).

**Tabela 3.** Valores médios (desvio padrão) de microdureza superficial (Vickers).

Imersão em fluoreto	Grupos	Solução	Inicial	Após imersão nas soluções a base de fluoreto	Final (após 21 dias)
NÃO	Co	Saliva	596,10 (12,70) Aa	-	590,17 (13,71) ABa
		Refrigerante de cola	596,77 (19,10) Aa	-	575,10 (10,59) Ba
		Vinho	592,40 (16,24) Aa	-	561,40 (13,89) BCb
		Café	599,40 (14,21) Aa	-	581,73 (13,27) Ba
		Suco de laranja	595,77 (17,05) Aa	-	577,27 (8,65) Ba
SIM	NaF 0,05%	Saliva	580,23 (15,27) Aa	570,67 (8,63) Aa	566,67 (7,85) ABCa
		Refrigerante de cola	587,70 (8,23) Aa	566,83 (20,65) Aab	556,87 (16,99) BCb
		Vinho	588,20 (9,63) Aa	580,83 (5,83) Aa	550,50 (7,74) Cb
		Café	590,87 (11,39) Aa	580,03 (19,61) Aa	547,30 (12,12) Cb
		Suco de laranja	591,83 (12,47) Aa	577,30 (10,84) Aab	561,23 (11,80) BCb
	NaF 0,2%	Saliva	590,73 (11,02) Aa	573,20 (11,43) Aa	567,53 (8,72) ABCa
		Refrigerante de cola	596,87 (13,26) Aa	573,40 (16,55) Aab	553,17 (7,86) BCb
		Vinho	596,73 (23,91) Aa	572,53 (14,36) Ab	555,83 (13,00) BCb
		Café	598,87 (23,34) Aa	571,33 (17,12) Ab	553,40 (7,09) BCb
		Suco de laranja	594,83 (16,61) Aa	577,53 (14,62) Aa	549,60 (10,72) Cb

Letras maiúsculas diferentes na coluna e letras minúsculas diferentes na linha indicam diferença estatística significativa pelo Teste de Tukey ( $p < 0.05$ ).

A tabela 4 evidencia os valores médios de rugosidade superficial em Rt e o desvio padrão de todos os grupos propostos.

**Tabela 4.** Valores médios (desvio padrão) de rugosidade superficial (Rt).

<b>Imersão em fluoreto</b>	<b>Grupos</b>	<b>Solução</b>	<b>Inicial</b>	<b>Após imersão nas soluções a base de fluoreto</b>	<b>Final (após 21 dias)</b>
<b>NÃO</b>	<b>Controle</b>	<b>Saliva</b>	3,16 (0,45)	-	3,18 (0,66)
		<b>Refrigerante de cola</b>	2,96 (0,28)	-	3,37 (0,72)
		<b>Vinho</b>	3,07 (0,66)	-	3,46 (0,57)
		<b>Café</b>	3,05 (0,39)	-	4,22 (1,01)
		<b>Suco de laranja</b>	3,00 (0,50)	-	3,71 (0,37)
<b>SIM</b>	<b>NaF 0,05%</b>	<b>Saliva</b>	3,06 (0,61)	3,16 (0,53)	3,02 (0,49)
		<b>Refrigerante de cola</b>	2,93 (0,57)	3,06 (0,65)	3,60 (0,65)
		<b>Vinho</b>	3,02 (0,44)	3,30 (0,78)	3,69 (0,78)
		<b>Café</b>	2,94 (1,02)	3,43 (0,56)	4,21 (0,56)
		<b>Suco de laranja</b>	3,00 (0,66)	3,53 (0,73)	4,70 (0,73)
	<b>NaF 0,2%</b>	<b>Saliva</b>	3,03 (0,48)	3,95 (0,99)	4,16 (1,28)
		<b>Refrigerante de cola</b>	3,19 (0,99)	3,92 (0,77)	4,96 (1,34)
		<b>Vinho</b>	3,13 (0,57)	4,02 (0,69)	4,21 (0,79)
		<b>Café</b>	3,06 (0,79)	4,38 (1,37)	5,40 (0,96)
		<b>Suco de laranja</b>	3,18 (0,64)	4,54 (1,38)	4,90 (0,96)
<b>FFA 1,23%</b>	<b>Saliva</b>	3,16 (0,56)	6,78 (1,12)	6,61 (1,07)	
	<b>Refrigerante de cola</b>	3,53 (0,89)	6,58 (1,12)	7,87 (1,14)	
	<b>Vinho</b>	3,42 (0,74)	6,02 (1,11)	7,10 (0,55)	
	<b>Café</b>	3,41 (1,16)	6,26 (1,09)	7,05 (1,12)	
	<b>Suco de laranja</b>	3,07 (0,61)	6,15 (0,92)	7,12 (0,67)	

Em geral, a imersão em todas as soluções aumentou a rugosidade superficial, sendo que os maiores valores foram observados no Grupo FFA 1,23%. Durante a análise estatística dos valores de rugosidade superficial, verificou-se que os fatores Período (Grupo (Imersão)) ( $p < 0,001$ ) e a interação entre os fatores Solução e Grupo (Imersão) ( $p = 0,027$ ) foram estatisticamente significativos (Tabela 5).

**Tabela 5.** Resultados de nested-ANOVA para os valores de rugosidade superficial (Rt).

Fator de variação	gl	SQ Sequencial	SQ Ajustada	MQ Ajustada	F	P
Solução	4	10,705	6,582	1,646	2,37	0,052
Imersão	1	83,752	83,752	83,752	120,66	<0,001*
Grupo (Imersão)	2	397,861	397,861	198,930	286,59	< 0,001*
Período (Grupo (Imersão))	7	501,849	501,849	71,693	103,28	< 0,001*
Solução x Imersão	4	1,755	1,755	0,439	0,63	0,640
Solução x Grupo (Imersão)	8	12,135	12,135	1,517	2,19	0,027*
Solução x Período (Grupo (Imersão))	28	28,141	28,141	1,005	1,45	0,066
Erro	495	343,600	343,600	0,694		
Total	549	1379,798				

\*p<0,05 denota diferença estatisticamente significante.

Independente da solução utilizada, as amostras do Grupo Co apresentaram, após 21 dias, aumento estatisticamente significativo nos valores de rugosidade comparados aos iniciais (Tabela 6). Esse fato também foi observado após a imersão em solução a base de fluoreto para os Grupos NaF 0,2% e FFA 1,23% (Tabela 6). Nos períodos ‘após imersão em solução a base de fluoreto’ e ‘após 21 dias’ os Grupos NaF 0,2% e FFA 1,23% apresentaram valores de rugosidade maiores que diferiram estatisticamente entre si e entre os demais grupos avaliados (Tabela 6).

**Tabela 6.** Valores médios de rugosidade superficial (Rt) para o fator Período (Grupo (Imersão)) independente da solução utilizada.

Imersão em Fluoreto	Grupos	Período		
		Inicial	Após imersão em solução a base de fluoreto	Após 21 dias
<b>NÃO</b>	Co	3,05 Aa	-	3,59 Ab
	NaF 0,05%	2,99 Aa	3,29 Aa	3,84 Ab
<b>SIM</b>	NaF 0,2%	3,12 Aa	4,16 Bb	4,73 Bb
	FFA 1,23%	3,32 Aa	6,36 Cb	7,15 Cc

Letras maiúsculas diferentes na coluna e letras minúsculas diferentes na linha indicam diferença estatística significativa pelo Teste de Tukey ( $p < 0.05$ ).

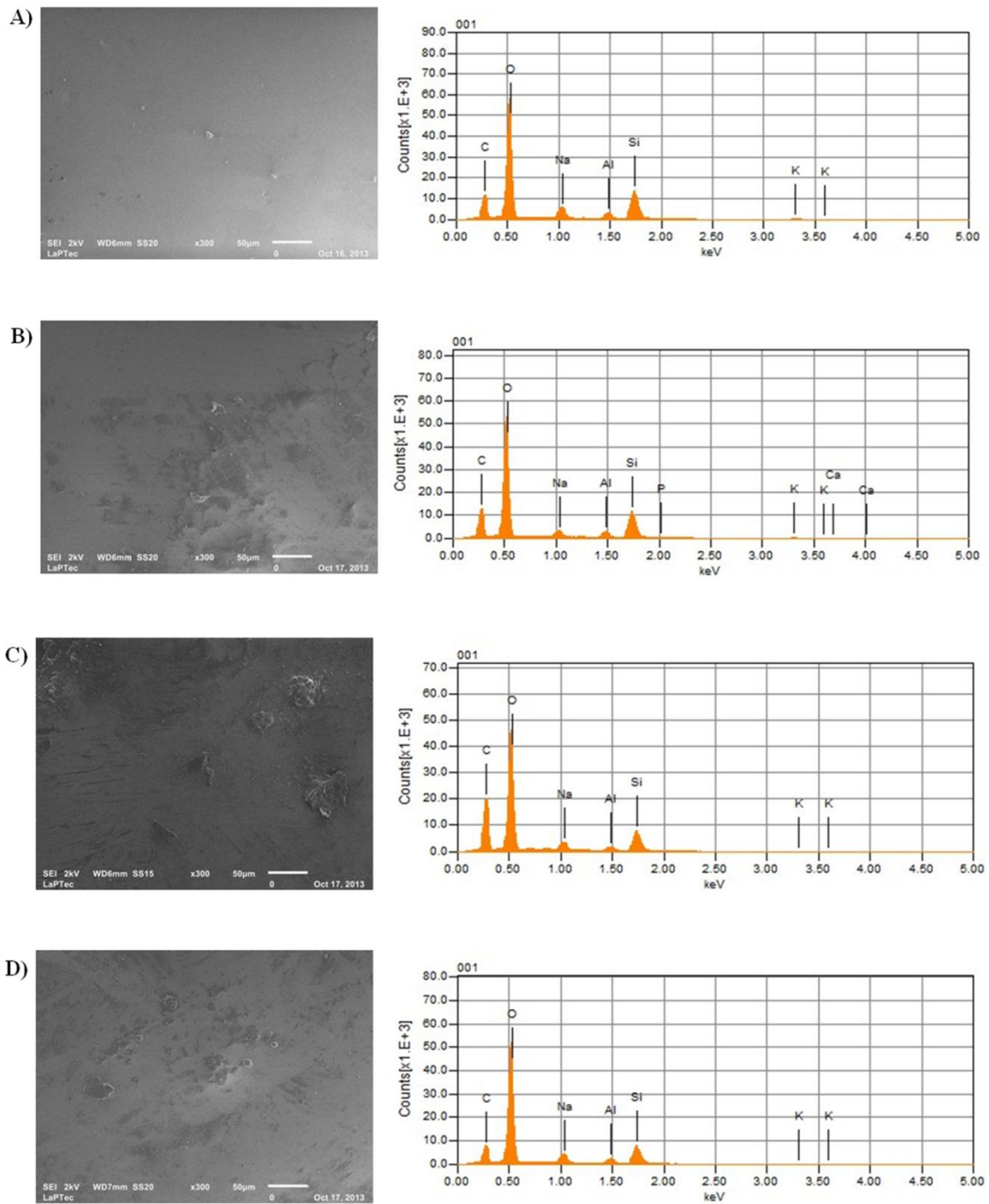
Independente do período analisado, pode-se observar, que o Grupo NaF 0,2% apresentou maiores valores de rugosidade estatisticamente significativos em relação aos demais grupos, após a imersão em refrigerante de cola (Tabela 7). Fato semelhante ocorreu para o Grupo FFA 1,23%, o qual apresentou os maiores valores de rugosidade, que diferiram estatisticamente dos demais grupos, após imersão em todas as soluções (Tabela 7).

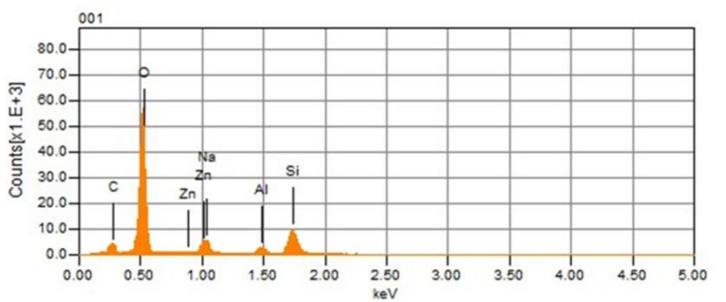
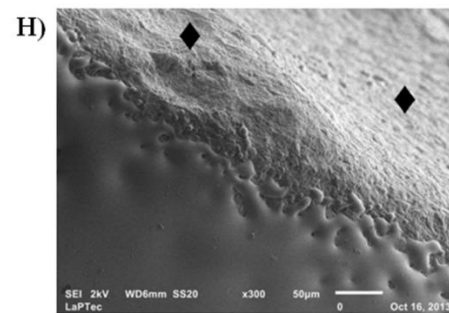
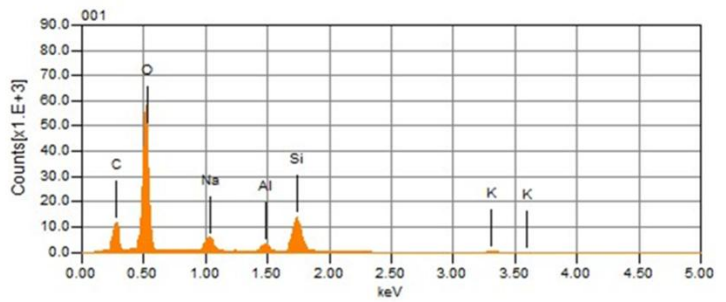
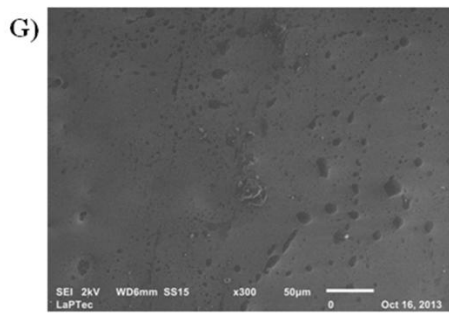
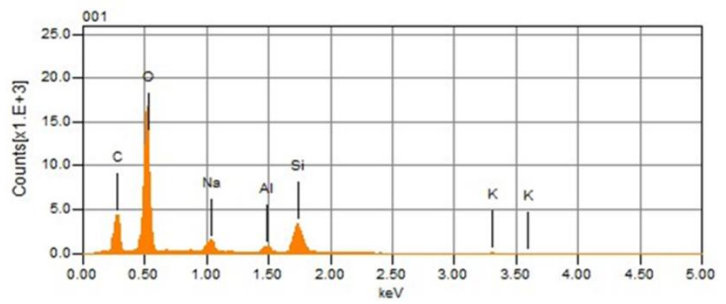
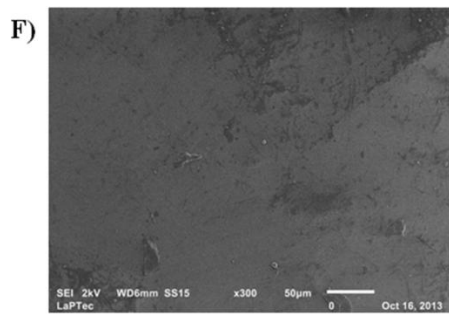
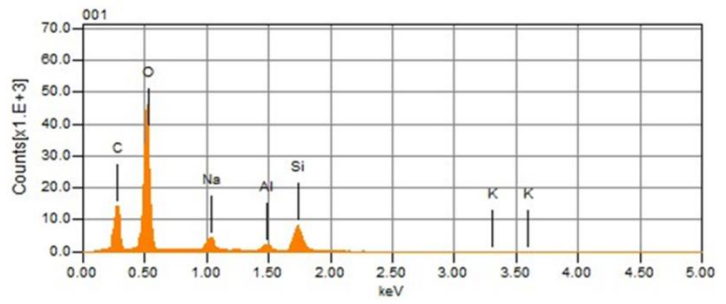
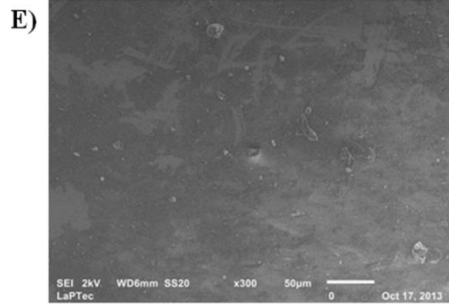
**Tabela 7.** Valores médios de rugosidade superficial (Rt) para o fator Solução independente do período analisado.

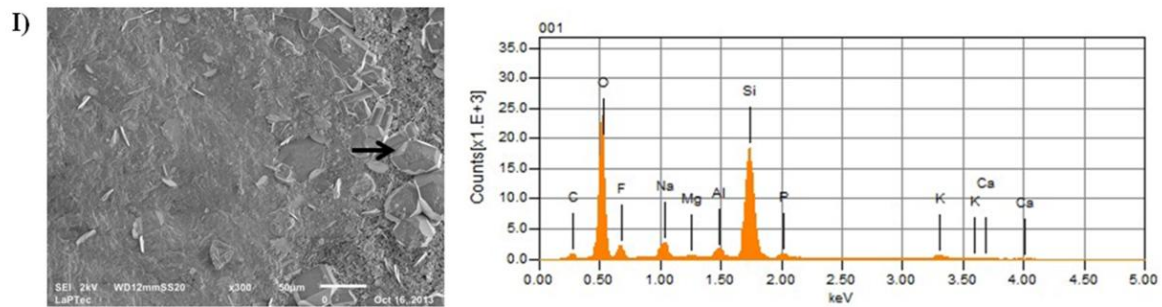
Imersão em Fluoreto	Grupos	Solução				
		Saliva	Refrigerante de cola	Vinho	Café	Suco
<b>NÃO</b>	Co	3,17 Aa	3,16 Aa	3,26 Aa	3,63 Aa	3,35 Aa
	NaF 0,05%	3,08 Aa	3,19 Aa	3,34 Aa	3,53 Aa	3,74 ABa
<b>SIM</b>	NaF 0,2%	3,72 Aa	4,02 Ba	3,79 Aa	4,28 Aa	4,21 Ba
	FFA 1,23%	5,52 Ba	5,99 Ca	5,52 Ba	5,57 Ba	5,45 Ca

Letras maiúsculas diferentes na coluna e letras minúsculas diferentes na linha indicam diferença estatística significativa pelo Teste de Tukey ( $p < 0.05$ ).

As imagens de MEV/EDS estão dispostas na figura 2.







**Figura 2.** Microscopia eletrônica de varredura (MEV) associada à espectroscopia de energia dispersiva (EDS) no período inicial (A); e após imersão em saliva artificial (B), refrigerante de cola (C), café (D), suco de laranja (E), vinho (F), NaF 0,05% (G), NaF 0,2% (H) (♦ concavidades representando a dissolução da fase vítrea) e gel de FFA 1,23% (I) (→ cristais hexagonais de fluorapatita dissolvidos em matriz vítrea de aluminossilicato).

No período inicial, que antecedeu a exposição das amostras nas soluções propostas, a superfície apresentava-se lisa e homogênea, com a presença dos elementos químicos: carbono (C), oxigênio (O), sódio (Na), alumínio (Al), silício (Si) e potássio (K) (Figura 2A).

Após a imersão em saliva, podem-se observar porosidades na superfície das amostras apresentando o gráfico de EDS, além dos elementos citados acima, picos de fósforo (P) e cálcio (Ca) (Figura 2B). A superfície das amostras imersas nas bebidas ácidas propostas e na solução de NaF 0,05% apresentaram o mesmo padrão de imagens obtidas pela MEV para as amostras imersas em saliva. No entanto, não foi verificado mudanças significativas na composição química da superfície dessas amostras em relação ao período inicial.

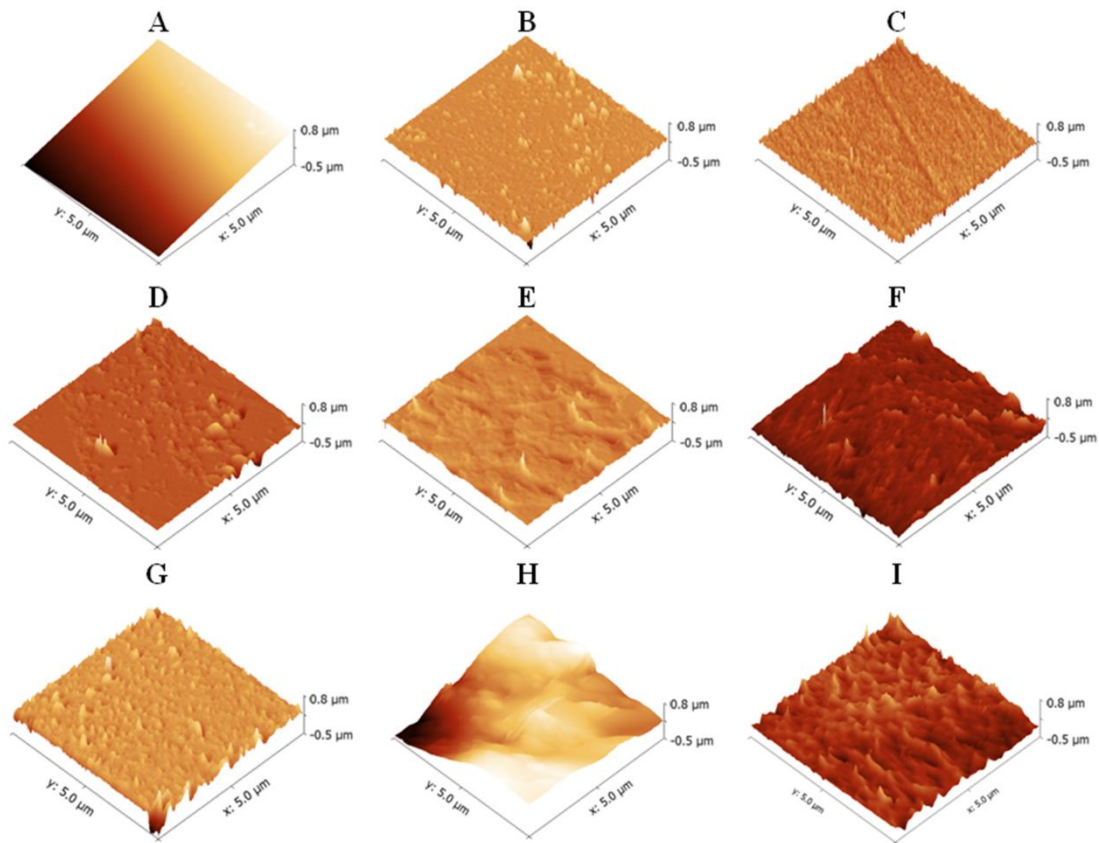


Após imersão em solução de NaF 0,2%, pode-se observar degradação da superfície com formação de duas áreas côncavas, com redução de potássio (K) e o surgimento do elemento químico zinco (Zn) (Figura 2H).

Intensa degradação da superfície foi observada após imersão em solução de FFA 1,23%, podendo-se observar pela imagem de MEV a presença de alguns cristais de dissilicato de lítio expostos (risco brancos em forma de agulha) em conjunto com cristais de fluorapatita, dissolvidos em matriz vítrea de aluminossilicato (cristais em forma hexagonal) (Figura 2I). Pelo EDS foi possível identificar a deposição de flúor (F), magnésio (Mg), cálcio (Ca) e fósforo (P) e aumento considerável nos picos de silício (Si) (Figura 2I).

Todas as amostras apresentaram grandes variações nos picos de carbono (C) nos gráficos do EDS, sem grandes alterações na composição química da superfície (Figura 2A-I).

As imagens de AFM podem ser verificadas na figura 3.



**Figura 3.** Imagens 3D da microscopia de força atômica (AFM), antes e após a imersão nas soluções propostas no período inicial (A); e após imersão em saliva artificial (B), refrigerante de cola (C), café (D), suco de laranja (E), vinho (F), NaF 0,05% (G), NaF 0,2% (H) e gel de FFA 1,23% (I).

As imagens de AFM ilustram a superfície das amostras em três dimensões, sendo que a análise visual revelou a formação de maiores irregularidades, após imersão em NaF 0,2% e em FFA 1,23%, em comparação aos demais grupos (Figura 3F, H e I). As imagens obtidas para as amostras imersas nas demais soluções demonstraram apenas a definição de novos picos e vales rasos ou de pouca profundidade.

#### 4. Discussão

A hipótese testada pelos autores de que todas as soluções promoveriam alterações nas propriedades superficiais da cerâmica de dissilicato de lítio foi aceita, visto que os valores de microdureza e rugosidade superficial foram afetados significativamente, após as imersões.

O presente estudo mostrou que a superfície da cerâmica testada não se manteve quimicamente inerte frente à imersão nas soluções (bebidas ácidas de uso comum; NaF 0,05%, 0,2% e FFA 1,23%), o que corroborou com valores de microdureza e rugosidade superficial se alteraram (tabelas 3, 4, 6 e 7). Essa alteração também pode ser observada pelos resultados do MEV/EDS e AFM.

Para o Grupo Co, os valores de microdureza das amostras foram os mais afetados, após a imersão em solução de vinho (Tabela 3). Isso pode ter ocorrido devido ao efeito quelante que as soluções ácidas possuem. Sabe-se que em um ambiente estático normalmente ocorre a lixiviação de íons alcalinos presentes na superfície do material, os quais podem aumentar o pH da solução na tentativa de manter o equilíbrio eletroquímico.<sup>5-8,10,19</sup> Esse processo cria poros no interior da fase cristalina, resultando em aumento na difusão de íons hidroxila ( $\text{OH}^-$ ), hidrônio ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ) e moléculas de água ( $\text{H}_2\text{O}$ ), que podem quebrar as ligações de dióxido de silício ( $\text{Si-O-Si}$ ).<sup>8,10,20</sup> Associado a esse fato, pressupomos que o vinho tenha produzido tais alterações devido à presença de maior quantidade de íons hidroxila ( $\text{OH}^-$ ), que fazem parte da composição do álcool etílico ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ), e podem ter intensificado a quebra das ligações de  $\text{Si-O-Si}$ . Sabe-se que o dióxido de silício compõe a maior parte da fase vítrea da cerâmica de dissilicato de lítio, conferindo-lhe resistência.<sup>21</sup> Sendo assim, a quebra dessas ligações pode justificar a redução significativa dos valores de microdureza.

A degradação da superfície das amostras do Grupo Co influenciou também nos valores de rugosidade, os quais se apresentaram maiores após 21 dias de imersão,

independente da bebida ácida utilizada (tabela 6). As imagens de AFM observadas na figura 3 corroboram esses resultados, sendo que se podem observar picos e vales ao longo de toda a superfície da amostra.

Alterações significativas na microdureza e rugosidade superficial (tabelas 3 e 6) também foram verificadas nas amostras imersas em solução de fluoreto de sódio 0,2%, sendo bastante perceptíveis nas imagens de MEV e AFM (Figuras 2H e 3H), nas quais observa-se a formação de vales profundos. Isso fato pode ser atribuído à dissolução de parte da fase vítrea da cerâmica, composta basicamente por dióxido de silício. Sabe-se que o fluoreto de sódio em contato com a superfície da amostra dissocia-se em sódio ( $\text{Na}^+$ ) e flúor ( $\text{F}^-$ ).<sup>22</sup> A presença de íons sódio enfraquece as ligações de Si-O-Si que, apesar de serem ligações fortes (covalentes e unidirecionais),<sup>23</sup> tornam-se mais susceptíveis a quebra pelos íons flúor ( $\text{F}^-$ ) presentes na composição da solução, resultando na formação de moléculas de tetrafluorsilano ( $\text{SiF}_4$ ).<sup>22</sup> Além disso, a dissolução da fase vítrea pode ter sido acentuada pela presença dos íons  $\text{OH}^-$ ,  $\text{H}_3\text{O}^+$  e moléculas de  $\text{H}_2\text{O}$  os quais também quebram as ligações de Si-O-Si, conduzindo a uma dissolução generalizada.<sup>7,8,10,20</sup>

Contudo, não houve alterações significativas para o grupo NaF 0,05%, após imersão na solução de fluoreto de sódio, provavelmente devido a sua baixa concentração. Entretanto, pode-se observar nesse Grupo redução dos valores de microdureza superficial, após imersão nas bebidas ácidas. Isso pode ser explicado pela degradação inicial produzida pelos íons flúor  $\text{F}^-$ ,  $\text{OH}^-$ ,  $\text{H}_3\text{O}^+$  e moléculas de  $\text{H}_2\text{O}$ , os quais foram capazes de enfraquecer as ligações de Si-O-Si, deixando a superfície mais susceptíveis ao efeito quelante das bebidas ácidas (Tabela 3).<sup>7,8,10</sup> Fato semelhante foi também observado para os valores de microdureza do grupo NaF 0,2% (Tabela 3).

Pode-se observar também aumento significativo da rugosidade superficial do Grupo NaF 0,2% em relação aos demais grupos, após a imersão em refrigerante de cola (Tabela 7). Pressupomos que isso ocorreu devido ao pH extremamente baixo da solução (Tabela 1) que provocou a lixiviação dos íons presentes na composição da cerâmica. Como esta alteração não foi observada no Grupo Co, acreditamos que a quebra das ligações de Si-O após imersão em solução de fluoreto de sódio 0,2%, tenha deixado a superfície mais susceptível ao efeito quelante das soluções ácidas.

Com relação ao Grupo FFA 1,23%, a superfície das amostras apresentou maiores valores de rugosidade superficial quando comparados aos demais grupos, nos períodos após a imersão em flúor e em 21 dias nas bebidas ácidas. Sabe-se que o gel de FFA 1,23% contém em sua composição 2% de fluoreto de sódio, aliado a 0,34% de ácido hidrofúorídrico e 0,98% de ácido fosfórico, o que confere ao gel pH de 3,6 a 3,9.

<sup>4</sup>Esses ácidos foram capazes de produzir maior grau de degradação quando comparado aos demais grupos, dentre eles o NaF 0,2%, como se pode observar nas imagens de AFM (Figura 3H). A análise de MEV revelou que o gel de FFA 1,23% foi capaz de expor alguns cristais de dissilicato de lítio<sup>8</sup> em conjunto com cristais de fluorapatita, dissolvidos em matriz vítrea de aluminossilicato,<sup>24</sup> que podem ser também observados pela análise da composição química ilustrada no gráfico de EDS (Figura 2I).

Além disso, observa-se para o Grupo FFA 1,23% maiores valores de rugosidade, estatisticamente significantes, após imersão em todas as bebidas ácidas de uso comum, inclusive em saliva artificial (Tabela 7). Pressupomos que isso ocorreu devido à intensa dissolução da matriz vítrea, após a imersão durante 48 horas em gel de FFA, expondo a fase cristalina quase por completo. Dessa forma, o processo de lixiviação dos íons alcalinos pode ter sido intensificado, uma vez que os prótons presentes nas soluções

ácidas puderam reagir livremente com os elementos modificadores presentes na estrutura da cerâmica, aumentando a rugosidade superficial.

Clinicamente, o aumento da rugosidade superficial pode trazer consequências indesejáveis para o tratamento, tais como desgaste ao dente ou à restauração antagonista devido ao maior atrito que ocorre entre os mesmos com material cerâmico.<sup>10</sup> Além disso, a literatura relata que quanto mais rugosa a superfície, mais propícia será a formação de biofilme, a qual pode provocar inflamações gengivais e cáries secundárias.

25-27

Adicionalmente, o grau de degradação do material pode limitar as leituras superficiais por meio de aparelhos que utilizam pontas em contato com a superfície, devido ao perfil físico da mesma.<sup>18</sup> No presente estudo, a intensa degradação da superfície inviabilizou para o Grupo FFA 1,23% o ensaio de microdureza, pois as irregularidades impediram que a indentação realizasse a deformação plástica necessária para a obtenção de valores de microdureza.

Com exceção do Grupo FFA 1,23%, pode-se verificar pelos resultados de EDS, pode-se verificar que não houve grandes alterações na composição da cerâmica, sendo que os novos elementos identificados na superfície são atribuídos aos precipitados formados por elementos presentes na composição das soluções e à exposição de alguns cristais (elementos modificadores da fase cristalina), devido à degradação sofrida. Além disso, os níveis de carbono indicam apenas alguma contaminação da superfície por hidrocarbonetos, que podem variar de maneira inconsistente quando se compara amostras diferentes. Por isso, os picos de carbono podem ser desconsiderados da análise.<sup>21</sup>

Apesar de a maioria dos estudos realizarem regimes contínuos de imersão, na cavidade oral isso não ocorre, uma vez que as restaurações são expostas a tais soluções

intercaladas por exposição em saliva.<sup>15,28-32</sup> Assim, o nosso estudo possui a vantagem de realizar regimes de imersão com 4 horas de duração, intercaladas por exposição em saliva. Além disso, diferente dos demais estudos que realizam o acabamento da superfície das amostras após a prensagem, este estudo realizou apenas a padronização da superfície com lixas metalográficas nos discos de resina acrílica antes da prensagem, pois o acabamento após a prensagem poderia deixar partículas de Si e C provenientes das partículas da composição das lixas e pastas diamantadas, o que poderia fornecer falsos resultados na análise de EDS.<sup>19</sup>

O nosso estudo avaliou a degradação das cerâmicas de dissilicato de lítio em função do tempo, das bebidas ácidas de uso comum e das soluções a base de flúor. Contudo, a imersão das amostras foi realizada em um ambiente estático e com pH que variou de ácido a neutro, desconsiderando o pH básico, sendo que a exposição cíclica das amostras em soluções com pH diferentes simularia com maior fidelidade as condições intra-orais do paciente. Além disso, não foi considerado o efeito do biofilme, nem a influência mecânica da escovação.

Diante dos resultados obtidos neste trabalho e supondo que a ação mecânica da escovação e as partículas abrasivas presentes na composição dos dentífrícios aumente o nível de degradação superficial, sugerimos o uso de dentífrícios livres de fluoreto de sódio para os casos de reabilitações com fragmentos cerâmicos a base de dissilicato de lítio em pacientes com baixo risco a doença cárie. Acreditamos que isso irá prevenir o aumento da rugosidade superficial da restauração e, conseqüentemente, o acúmulo de biofilme bacteriano, preservando ao máximo a integridade gengival do periodonto circundante. Aconselha-se também que a aplicação de géis fluoretados como agentes de prevenção deve ser restrita apenas aos profissionais da área, os quais irão prevenir o

contato dos mesmos com a superfície das restaurações por meio de um devido isolamento.

Por fim, estudos clínicos longitudinais são necessários para avaliar o comportamento desse sistema cerâmico frente a essas soluções e demais condições adversas, para a melhor compreensão dessas interações, bem como para o processo de inovação tecnológica e guia para o desenvolvimento de novos materiais.<sup>1-3,33,34</sup>

## **5. Conclusão**

Dentro das limitações deste estudo, pode-se concluir que:

- 1- De modo geral, as bebidas ácidas de uso comum afetaram a topografia de superfície da cerâmica de dissilicato de lítio testada, diminuindo os valores de microdureza e aumentando a rugosidade superficial da mesma.
- 2- A solução de fluoreto de sódio 0,2% e o gel de FFA 1,23% produziram os maiores graus de degradação superficial das amostras.
- 3- As soluções de fluoreto de sódio 0,05%, 0,2% e gel de FFA 1,23% deixaram a superfície da cerâmica mais susceptível ao efeito quelante das bebidas ácidas.

## **6. Referências**

- 1- Della Bona A, Mecholsky JJ Jr, Barrett AA, Griggs JA. Characterization of glass-infiltrated alumina-based ceramics. Dent Mater. 2008;24:1568-74.
- 2- Kukiattrakoon B, Junpoom P, Hengtrakool C. Vicker's microhardness and energy dispersive x-ray analysis of fluoride-leucite and fluorapatite ceramics cyclically immersed in acid agents. J Oral Sci. 2009;51:443-50.

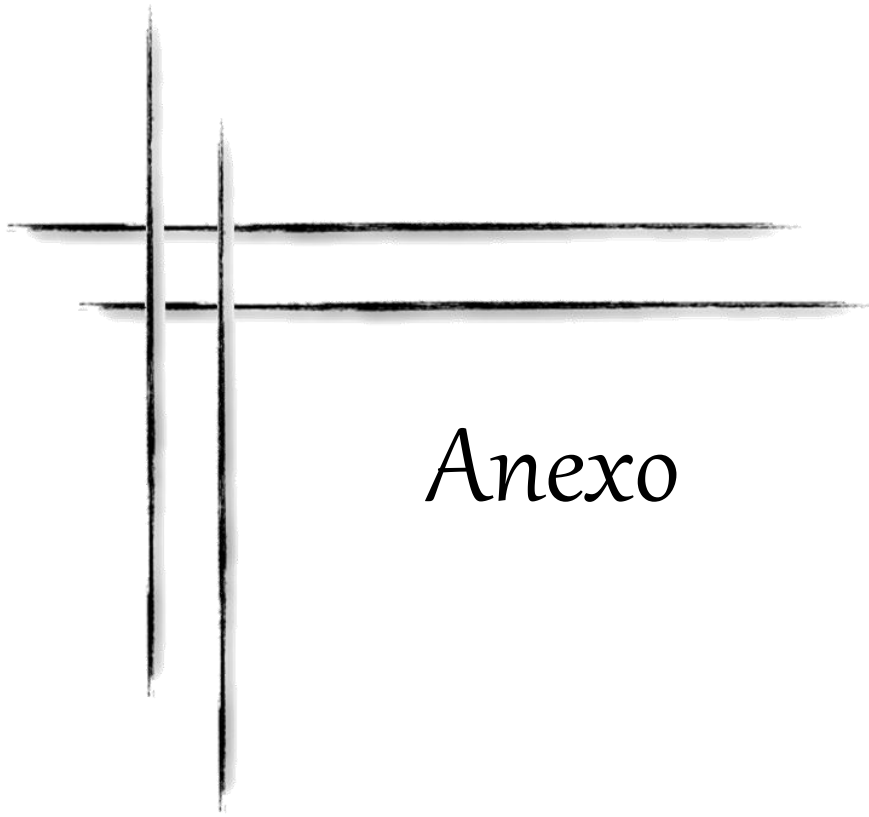


- 3- Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Influence of hot pressing on the microstructure and fracture toughness of two pressable dental glass-ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2004;71:99-107.
- 4- Ccahuana VZ, Ozcan M, Mesquita AM, Nishioka RS, Kimpara ET, Bottino MA. Surface degradation of glass ceramics after exposure to acidulated phosphate fluoride. *J Appl Oral Sci.* 2010;18:155-65.
- 5- Vichi A, Louca C, Corciolani G, Ferrari M. Color related to ceramic and zirconia restorations: a review. *Dent Mater.* 2011;27:97-108.
- 6- Anusavice KJ, Kakar K, Ferree N. Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses? *Clin Oral Implants Res.* 2007;18 Suppl 3:218-31.
- 7- Esquivel-Upshaw JF, Dieng FY, Clark AE, Neal D, Anusavice KJ. Surface degradation of dental ceramics as a function of environmental pH. *J Dent Res.* 2013;92:467-71.
- 8- Kukiattrakoon B, Hengtrakool C, Kedjarune-Leggat U. The effect of acidic agents on surface ion leaching and surface characteristics of dental porcelains. *J Prosthet Dent.* 2010;103:148-62.
- 9- Turssi CP, Hara AT, de Magalhães CS, Serra MC, Rodrigues AL Jr. Influence of storage regime prior to abrasion on surface topography of restorative materials. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2003;65:227-32.
- 10- Swain MV. Impact of oral fluids on dental ceramics: What is the clinical relevance? *Dent Mater.* 2014;30:33-42
- 11- Gelenberg AJ, Wojcik JD, Falk WE, Coggins CH, Brotman AW, Rosenbaum JF, et al. Effects of lithium on the kidney. *Acta Psychiatr Scand* 1987;75:29-34.

- 12- Kalicanin BM, Nikolić RS. Potentiometric stripping analysis of zinc and copper in human teeth and dental materials. *J Trace Elem Med Biol.* 2008;22:93-9.
- 13- Correa CB, Pires JR, Fernandes-Filho RB, Sartori R, Vaz LG. Fatigue and fluoride corrosion on *Streptococcus mutans* adherence to titanium-based implant/component surfaces. *J Prosthodont* 2009;18:382-7.
- 14- Wozniak WT, Naleway CA, Gonzalez E, Schemehorn BR, Stookey GK. Use of an in vitro model to assess the effects of APF gel treatment on the staining potential of dental porcelain. *Dent Mater* 1991;7:263-7.
- 15- International Organization for Standardization. ISO 6872: 2008(E): Dentistry ceramic materials. 3rd ed. Geneva: International Organization for Standardization; 2008.
- 16- Fontes ST, Fernández MR, de Moura CM, Meireles SS. Color stability of a nanofill composite: effect of different immersion media. *J Appl Oral Sci.* 2009;17:388-91.
- 17- ASTM, C1327-99, Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics. Annual book of ASTM standards 15.01, Philadelphia: ASTM; 1999.
- 18- Zinelis S, Thomas A, Syres K, Silikas N, Eliades G. Surface characterization of zirconia dental implants. *Dent Mater.* 2010;26:295-305.
- 19- Milleding P, Karlsson S, Nyborg L. On the surface elemental composition of non-corroded dental ceramic materials in vitro. *J Mater Sci Mater Med.* 2003;14:557-66.
- 20- White WB. Theory of corrosion of glass and ceramics. In: Clarke DE, Zitois BK, editors. *Corrosion of glass ceramics and superconductors.* Park Ridge, NJ: Noyes; 1992. p. 2-28.

- 21- Malkondu Ö, Yurdagüven H, Say EC, Kazazoğlu E, Soyman M. Effect of bleaching on microhardness of esthetic restorative materials. *Oper Dent*. 2011;36:177-86.
- 22- Fais LM, Fernandes-Filho RB, Pereira-da-Silva MA, Vaz LG, Adabo GL. Titanium surface topography after brushing with fluoride and fluoride-free toothpaste simulating 10 years of use. *J Dent*. 2012;40:265-75.
- 23- Della Bona A. *Bonding to Ceramics: scientific evidences for clinical dentistry*. 1st ed. São Paulo: Artes Médicas; 2009. p. 91-132.
- 24- Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater*. 2004;20:441-8.
- 25- Rosentritt M, Behr M, Bürgers R, Feilzer AJ, Hahnel S. In vitro adherence of oral streptococci to zirconia core and veneering glass-ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2009;91:257-63.
- 26- Quirynen M, Marechal M, Busscher HJ, Weerkamp AH, Darius PL, Van Steenberghe D. The influence of surface free energy and surface roughness on early plaque formation. An in vivo study in man. *J Clin Periodontol* 1990;17:138–44.
- 27- Quirynen M, Van der Mei HC, Bollen CM, Schotte A, Marechal M, Doornbusch GI, Naert I, Busscher HJ, Van Steenberghe D. An in vivo study of the influence of the surface roughness of implants on the microbiology of supra- and subgingival plaque. *J Dent Res* 1993;72:1304–1309.
- 28- Okte Z, Villalta P, García-Godoy F, Lu H, Powers JM. Surface hardness of resin composites after staining and bleaching. *Oper Dent*. 2006;31:623-8.

- 29- Fontes ST, Fernández MR, de Moura CM, Meireless SS. Color stability of a nanofill composite: effect of different immersion media. *J Appl Oral Sci.* 2009;17:388-91.
- 30- Turssi CP, Hara AT, de Magalhães CS, Serra MC, Rodrigues AL Jr. Influence of storage regime prior to abrasion on surface topography of restorative materials. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2003;65:227-32.
- 31- Goiato MC, Zuccolotti BC, Moreno A, dos Santos DM, Pesqueira AA, Dekon SF. Colour change of soft denture liners after storage in coffee and coke. *Gerodontology* 2011;28:140-5.
- 32- Mancuso DN, Goiato MC, Zuccolotti BCR, Moreno A, dos Santos DM. Evaluation of hardness and colour change of soft liners after accelerated ageing. *Primary Dental Care* 2009; 16:127-130.
- 33- Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont.* 2002;15:159-67.
- 34- Matsou E, Vouroutzis N, Kontonasaki E, Paraskevopoulos KM, Koidis P. Investigation of the influence of gastric acid on the surface roughness of ceramic materials of metal-ceramic restorations. An in vitro study. *Int J Prosthodont.* 2011;24:26-9.



Anexo

## 1.9 Anexo – Normas para a publicação do periódico *Journal of Biomedical*

### *Materials Research Part B: Applied Biomaterials.*

#### **Author Guidelines**

*Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*

*Information for Contributors*

#### **Aims and Scope**

*Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials* is an official journal of the Society for Biomaterials, the Japanese Society for Biomaterials, the Australasian Society for Biomaterials, and the Korean Society for Biomaterials. It is a peer-reviewed journal serving the needs of biomaterials professionals who devise, promote, apply, regulate produce, and market new biomaterials and medical devices. Papers are published on device development, implant retrieval and analysis, manufacturing, regulation of devices, liability and legal issues, standards, reviews of different device areas, and clinical applications. Published manuscript fit into one of six categories: original research reports, clinical device-related articles, short research and development reports, review, special report, or columns and editorials. Manuscripts from all countries are invited but must be in English. Authors are not required to be members of a Society for Biomaterials.

#### **Types of Articles Considered for Publication**

**Original Research Reports:** Full-length papers consisting of complete and detailed descriptions of a research problem, the experimental approach, the findings, and appropriate discussion. Findings should represent significant new additions to knowledge.

**Clinical Device-Related Articles:** Full-length papers addressing such issues as material processing, device construction, regulatory matters, clinical trials, and device retrieval.

**Reviews:** Scholarly and critical topic-oriented reviews that present a state-of-the-art view. While most reviews are solicited, persons interested in contributing may contact the Editor.

**Special Reports:** Reports of special topic-oriented symposia, device retrieval protocols, or other special reports not described in the above categories, yet of interest to the applied biomaterials research and development community. Potential contributors should contact the Editor before submitting special reports.

**Columns and Editorials:** While columns and guest editorials are preponderantly solicited, persons interested in becoming columnists or contributing editorials are encouraged to contact the Editor.

### **Submission of Manuscripts**

#### **Online Submission:**

*Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials* is now receiving submitted manuscripts online at <http://mc.manuscriptcentral.com/jbmr-b>.

Submit all new manuscripts online. Launch your web browser and go to <http://mc.manuscriptcentral.com/jbmr-b>. Check for an existing user account. If you are submitting for the first time, and you do not find an existing account, create a new account. Follow all instructions.

At the end of a successful submission, a confirmation screen with manuscript number will appear and you will receive an e-mail confirming that the manuscript has been received by the journal. If this does not happen, please check your submission and/or contact tech support using the Get Help Now link in the right corner of any screen.

**Upon Acceptance:** Manuscript files will now automatically be sent to the publisher for production. It is imperative that files be in the correct format to avoid a delay in the production schedule.

*JBMR Part B* has adopted a policy that requires authors to make a statement concerning potential conflict of interest relating to their submitted articles. The Editorial Board asks authors of original reports and reviews to disclose, at the time of submission: (1) any financial or employment arrangements they may have with a company whose product figures prominently in the submitted manuscript or with a company making a competitive product; and (2) any grants or contracts from a government agency, a nonprofit foundation, or a company supporting the preparation of the manuscript or the described research. This information will be available to the reviewers of the manuscript. If the article is accepted for publication, the editor will discuss with the authors the manner in which such information may be communicated to the reader.

At the time of submission, *JBMR Part B* asks authors to certify that all animals utilized in their research were cared for according to the policies and principles established by the Animal Welfare Act and the NIH Guide for Care and Use of Laboratory Animals.

**Review Process:** All original reports and reviews receive critical review by at least two reviewers with expertise in the major subject area of the paper. Reviewers may recommend "Acceptance as is," "Acceptance with modification," or "Rejection." If modification is required, the manuscript is returned to the author(s). The revised manuscript is then re-reviewed by the original reviewers, and even re-revised if



necessary. Differences in opinion are resolved by submission either to a third reviewer or the Editor.

### **Copyright/Licensing**

If your paper is accepted, the author identified as the formal corresponding author for the paper will receive an email prompting them to login into Author Services; where via the Wiley Author Licensing Service (WALS) they will be able to complete the license agreement on behalf of all authors on the paper. **For authors signing the copyright transfer agreement:**

If the Online Open option is not selected the corresponding author will be presented with the copyright transfer agreement (CTA) to sign. The terms and conditions of the CTA can be previewed in the samples associated with the Copyright FAQs below:  
CTA Terms and Conditions [http://authorservices.wiley.com/bauthor/faqs\\_copyright.asp](http://authorservices.wiley.com/bauthor/faqs_copyright.asp)

**For authors choosing Online Open:** If the Online Open option is selected the corresponding author will have a choice of the following Creative Commons License Open Access Agreements (OAA):

Creative Commons Attribution Non-Commercial License OAA

Creative Commons Attribution Non-Commercial -NoDerivs License OAA

To preview the terms and conditions of these open access agreements please visit the Copyright FAQs hosted on Wiley Author

Services [http://authorservices.wiley.com/bauthor/faqs\\_copyright.asp](http://authorservices.wiley.com/bauthor/faqs_copyright.asp) and

visit <http://www.wileyopenaccess.com/details/content/12f25db4c87/Copyright-->

License.html.

If you select the Online Open option and your research is funded by The Wellcome Trust and members of the Research Councils UK (RCUK) you will be given the

opportunity to publish your article under a CC-BY license supporting you in complying with Well come Trust and Research Councils UK requirements.

For more information on this policy and the Journal's compliant self-archiving policy please visit: <http://www.wiley.com/go/funderstatement>.

For RCUK and Well come Trust authors click on the link below to preview the terms and conditions of this license:

Creative Commons Attribution License OAA to preview the terms and conditions of these open access agreements please visit the Copyright FAQs hosted on Wiley Author Services [http://authorservices.wiley.com/bauthor/faqs\\_copyright.asp](http://authorservices.wiley.com/bauthor/faqs_copyright.asp).

### **Organization and File Formats**

**Manuscript:** For optimal production, prepare manuscript text in size 12 font on 8-1/2 x 11 inch page, double-spaced, with at least 1-inch margins on all sides. Text files should be formatted as .doc or .rtf files. The results and discussion sections must be written separately and cannot be combined. Refrain from complex formatting; the Publisher will style your manuscript according to the Journal design specifications. Do not use desktop publishing software such as PageMaker or Quark Xpress or other software such as Latex. If you prepared your manuscript with one of these programs, export the text to a word processing format. Please make sure your word processing programs "fast save" feature is turned off. Please do not deliver files that contain hidden text: for example, do not use your word processor's automated features to create footnotes or reference lists. Manuscripts including references (but not figures or tables) should be no longer than 18 pages.

Please be sure to submit your illustrations and tables as separate files; the system will automatically create a pdf file of your paper for the reviewers.

Original research and short reports should appear in the following order: title page (including authors and affiliations), abstract, keywords, introduction, materials and methods, results, discussion, acknowledgments, references, figure legends.

Number pages consecutively starting with the title page as page 1. Abbreviations must conform to those listed in Council of Biology Editors' CBE Style Manual, 5th Edition.

When mentioning a material, chemical reagent, instrument, or other product, use the generic name only. If further identification (proprietary name, manufacturer's name and address) is absolutely required, list it in parentheses.

**Title Page:** List the full title of the paper and each author's full name (first name, middle initial(s), surname), department, institution, city, and state (and country if other than the United States). Indicate the name and address of the author to whom reprint requests should be sent.

**Abstract and Keywords:** Include an abstract of about 200 words maximum summarizing the aims, findings, and conclusions of the paper. Below the abstract, list five keywords or phrases that best characterize the subject matter of the manuscript.

**Running Heads:** Supply a short title of no more than 65 characters, including spaces and punctuations, to be used for running head copy.

**References:** Number references consecutively as they appear in the text. Material accepted for publication but not yet published may be listed in the References, but unpublished observations, personal communications, and material submitted for publication but not yet accepted should be cited parenthetically within the text (and not included among the numbered references). Style references entries using the Council of Biology Editors Style Manual, 5th Edition formats:

*For journal articles:*

Alexander A, Green WS. Total hip replacements: A second look. *J Soc Biomater* 1989;45:345–366.

*For books/chapters:*

Ricci JL, Guichet J-M. Total hip replacement: A third look. Cindra AB, Franklin DE, editors. *State of the art orthopaedics, vol 3, Hips*. New York: Wiley; 1988:56–59.

*For abstracts:*

Davidson GRH. Total hip replacement: A fifth look. *Trans ABCS* 1987;22-341–345.

*For presentations:*

Goodenough T. Total hip replacement: A sixth look. Presented at the 3rd Annu Mtg Orthop Res Soc, Boston, December 5-7, 1989.

**Figure Legends:** Please supply complete captions for all figures. Captions are to appear on a separate page at the end of the manuscript.

**Tables:** Please save Tables separately and supply numbers and titles for all. All table columns should have an explanatory heading. Tables should be submitted as doc or rtf files (it is preferred that tables are prepared using Word's table edit tool.)

**Illustrations:** When preparing digital art, please consider;

**Resolutions:** The minimum requirements for resolution are: 1200 DPI/PPI for black and white images, such as line drawings of graphs. 300 DPI/PPI for picture-only photographs, 600 DPI/PPI for photographs containing pictures and line elements, i.e., text labels, thin lines, arrows.

These resolutions refer to the output size of the file; if you anticipate that your images will be enlarged or reduced, resolutions should be adjusted accordingly.

**Formats:**

For the editorial review process, GIF and JPEG files are acceptable; upon submission of a revision, TIFF or EPS files will be required. For the editorial review process, color

images may be submitted in RGB color; upon revision, CMYK color will be required. Delivery of production-quality files early in the review process may facilitate smooth and rapid publication once a manuscript has been accepted. Note that these file formats are not acceptable for printing: JPG, GIF, PNG, PCX, XBM, Word, and Excel. We recommend creating your graphics in Photoshop, Illustrator, or Freehand and importing them into your page applications as TIFFs with all fonts included. Do not scan figures as JPEG and convert to TIFFs. For further guidance on preparing digital figure files, authors are encouraged to visit <http://cjs.cadmus.com/da/applications.asp>. To ensure that your digital graphics are suitable for print purposes, please go to Rapid Inspector™ at <http://rapidinspector.cadmus.com/zwi/index.jsp>. This free, stand-alone software application will help you to inspect and verify illustrations right on your computer.

A legend must be provided for each illustration and must define all abbreviations used therein. Legends should be placed at the end of the manuscript text file.

***Color Illustrations:*** Color figures are generally printed in the Journal at the author's expense. The publisher will provide cost estimates prior to printing. A limited number of color figures that are of critical importance and that significantly enhance the presentation will be considered for publication at the publisher's expense subject to editorial recommendation. Final decision on publication of color figures will be at the discretion of the Editor. All color figures will be reproduced in full color in the online edition of the journal at no cost to authors. For best reproduction, bright, clear colors should be used. Dark colors against a dark background do not reproduce well; please place your color images against white background wherever possible.

**Reprints:** Reprints may be ordered at <https://caesar.sheridan.com/reprints/redirect.php?pub=10089&acro=JEMB>.

**Note to NIH Grantees:**

Pursuant to NIH mandate, Wiley-Blackwell will post the accepted version of contributions authored by NIH grant-holders to PubMed Central upon acceptance. This accepted version will be made publicly available 12 months after publication. For further information, see [www.wiley.com/go/nihmandate](http://www.wiley.com/go/nihmandate).