

**Faculdade de Odontologia de Araçatuba**  
**FOA/UNESP, São Paulo, Brasil**  
**Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese**

**BETINA CHIARELO COMMAR**

**CARACTERIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE DE POLÍMEROS UTILIZADOS NA  
CONFECÇÃO DE PRÓTESES PROVISÓRIAS APÓS TRATAMENTO COM  
GLAZE FOTOPOLIMERIZÁVEL**

ARAÇATUBA – SP

2016

**BETINA CHIARELO COMMAR**

**CARACTERIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE DE POLÍMEROS UTILIZADOS NA  
CONFECCÃO DE PRÓTESES PROVISÓRIAS APÓS TRATAMENTO COM  
GLAZE FOTOPOLIMERIZÁVEL**

Trabalho de Conclusão de Curso como parte dos requisitos para a obtenção do título de Bacharel em Odontologia da Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”.

Orientadora: Profa. Ass. Daniela Micheline dos Santos

ARAÇATUBA – SP

2016

# *Dedicatória*

*Aos meus pais, Edvaldo e Márcia,*

por não medirem esforços para que eu realizasse o meu sonho,  
por todo amor, carinho e compreensão ao longo desses anos.

# *Agradecimentos*

Em primeiro lugar agradeço à **Deus**, por todas as bênçãos em minha vida e pelas pessoas maravilhosas que colocou em meu caminho, que contribuíram para o meu crescimento e tornaram a minha trajetória até aqui muito mais fácil.

Aos meus amados pais, **Edvaldo César Commar e Márcia Verônica da Silva Chiarelo Commar**, pela nossa família maravilhosa, por me ajudarem e estarem presentes em todos os momentos da minha vida. Vocês foram meu suporte durante todos esses anos, e são as minhas referências de amor e dedicação, e tenho certeza que assim será para sempre.

Ao meu querido irmão, **Hugo César Chiarelo Commar**, por tornar a minha vida muito mais feliz com a sua chegada e me mostrar que nunca estarei sozinha. Obrigada por todos os momentos que passamos juntos, e saiba que sempre pode contar comigo, independente de qualquer distância.

Aos meus amados avós, **Alcides Bento Commar (in memorian) e Aparecida Zanardi Commar, Valter Chiarelo (in memorian) e Maria Quintino da Silva (in memorian)**, primeiramente por todo amor que dedicaram não só a mim, mas a todos os seus netos. Obrigada pelos cuidados, por serem meus segundos pais, por toda paciência, todo conhecimento transmitido na sua forma mais simples e humilde. Não há agradecimentos suficientes pela sorte que eu tive em ter tido vocês como meus avós.

Ao meu amado namorado, **Ronaldo Prette Junior**, obrigada por ser meu grande amigo e companheiro. Por toda paciência e compreensão que você tem comigo e por sempre estar do meu lado, em todas as situações. Com você do meu lado tudo se torna mais fácil.

À minha querida orientadora, **Profa. Dra. Daniela Michelline dos Santos**, pela excelente orientação e apoio ao longo desses anos de iniciação científica. Obrigada por todo tempo disponibilizado para sanar alguma dúvida, ou resolver alguma dificuldade. A senhora foi

essencial para a execução deste projeto e para o meu crescimento nesses anos, e sem dúvidas, se tornou um referencial de profissionalismo para mim.

Ao **Prof. Dr. Marcelo Coelho Goiato**, por acompanhar de perto toda minha trajetória durante esses anos de iniciação científica, por todos os ensinamentos e por toda ajuda. Tenho total admiração pelo profissional que o senhor é, sempre realizando excelentes trabalhos, e sempre buscando ensinar seus alunos e orientados da melhor forma possível.

À **Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP** na pessoa de **Prof. Dr. Wilson Roberto Poi**, por me proporcionar toda a estrutura necessária para desenvolver meus projetos profissionais, e para me tornar cirurgiã – dentista.

À **Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP)**, pelo auxílio financeiro sob forma de bolsa de Iniciação Científica, para a realização deste projeto.

Aos Pós-Graduandos do Departamento de Prótese e Materiais Odontológicos, **Adhara Smith Nobrega, Agda Marobo Andreotti, Fernanda Pereira, Marcela Borghi, Mariana Vilela, Murilo César, Rodrigo Medeiros e Sandro Bitencourt**, por sempre estarem dispostos a me ajudar e ensinar quando precisei, com certeza tornaram a minha iniciação científica mais fácil. Torço pelo sucesso de cada um.

À **Liliane da Rocha Bonatto**, pois teve um papel essencial na realização deste trabalho. Agradeço muito por ter começado essa trajetória no meio científico com você, sei que muitas vezes não foi fácil, mas tenho certeza que aprendemos muito uma com a outra. Obrigada pela paciência, por todos os ensinamentos e ajuda. Que você continue essa pessoa determinada e que encanta a todos ao seu redor. Tenho certeza do seu sucesso profissional e torço muito por isso.

À **Emily Vivianne Freitas da Silva**, que me ajudou muito no decorrer de todos esses anos. Obrigada por toda atenção direcionada à mim, por sempre disponibilizar uma parte do seu tempo para me ajudar e pela paciência. Aprendi e aprendo muito com você. Com certeza você é um referencial de profissionalismo, dedicação e determinação para mim. Sua escolha pela pós graduação foi certa, e sem dúvidas terá muito sucesso fazendo o que ama. Que você

continue essa pessoa alegre, focada e determinada, e que você possa orientar e ensinar muitos outros alunos, assim como fez comigo. Torço muito por você.

Aos colegas de iniciação científica, **Bruna Egumi, Denis Watanabe, Denise Carneiro, Letícia Mazza**, pela ajuda, troca de informações sempre que precisamos e pela amizade. Contem sempre comigo, para o que precisarem. Desejo muito sucesso à todos.

Aos demais professores, funcionários e técnicos de laboratório do departamento de Materiais odontológicos e prótese, por toda ajuda, aprendizado e convivência durante esses anos de graduação e iniciação científica. Em especial ao **Prof. Dr. Aldierés Alves Pesqueira** por sua alegria contagiante, seu jeito que cativa todos ao seu redor e por sempre estar disposto à me ajudar quando precisei, e à secretária **Magda** por ser sempre tão prestativa e receptiva.

Aos professores da UNESP - Campus de Sorocaba, **Elidiane Cipriano Rangel e Nilson Cristino da Cruz**, por toda ajuda durante a realização dos ensaios de rugosidade e energia de superfície. E aos **técnicos** da UNESP – Campus de Ilha Solteira, por disponibilizarem parte do seu tempo e nos ajudarem na realização do teste de Microscopia de Força Atômica e de Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersiva.

À minha família de Araçatuba, **Bruna Egumi, Isabela Catanoze e Luara Colombo**, pela convivência diária durante toda a graduação. Agradeço muito por ter trilhado essa trajetória com vocês do início ao fim. Cada uma tem um lugar especial no meu coração e podem sempre contar comigo.

Às minhas amigas e companheiras, **Bruna Egumi, Carolina Barros, Isabela catanoze, Lara Cervantes, Letícia Capalbo, Luara Colombo, Mariana Pereira e Thayane Businari**. Obrigada por todos os momentos e por tornarem esses anos os melhores. Vocês são as melhores amigas que a faculdade poderia ter me dado, e tenho certeza que essa amizade vai ser pra sempre. Contem sempre comigo, e saibam que estaremos sempre juntas, independente de distância e tempo.

Às minhas amigas de infância, **Ariane Nakabashi, Beatriz Vicente, Luiza Santos, Neila Savazi, Tatiani Rúbio**, por mesmo com toda distância, sempre se fazerem presentes na minha vida. Contem sempre comigo e obrigada por todos os momentos que passamos juntas.

E à **todos**, que de alguma forma estiveram comigo, e contribuíram para a realização deste sonho, muito obrigada!

# *Epígrafe*

*“Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades, lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram conquistadas do que parecia impossível.”*

Charles Chaplin

COMMAR, B.C. **Caracterização da superfície de polímeros utilizados na confecção de próteses provisórias após tratamento com glaze fotopolimerizável.** 2016. Trabalho de Conclusão de Curso - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2016.

### **Resumo**

O material a ser utilizado para confecção de próteses provisórias precisa apresentar propriedades físicas excelentes, visando maior longevidade diante das intempéries que podem ocorrer na cavidade oral. Dessa forma, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de um glaze nas propriedades físicas de polímeros utilizados para a confecção de provisórios, antes e após a termociclagem e imersão em solução corante. Foram analisadas quatro diferentes marcas comerciais de resinas utilizadas na confecção de provisórios, sendo elas : Dencor (resina acrílica ativada quimicamente, RAAQ) (n=20) e Dencor (resina acrílica ativada termicamente, RAAT) (n=20), Charisma (n=20), Structur (n=20) e Protemp (n=20). As amostras foram distribuídas igualmente entre os 5 grupos de resinas compostas e acrílicas. Em metade delas, realizou-se o polimento mecânico e na outra, o polimento químico. Em seguida, todas as amostras foram submetidas à termociclagem e à imersão em solução corante de café durante 21 dias. Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA), seguida pelo teste de Tukey e teste t Student ( $\alpha=0.05$ ). Verificou-se que o glaze diminuiu os valores de alteração cromática das amostras e aumentou seus valores de microdureza, com exceção da resina Charisma. Foi observado também maior irregularidade nas amostras que não receberam o polimento químico. Conclui-se que o polimento com glaze fotopolimerizável pode ser uma alternativa eficaz para alguns materiais utilizados na confecção de próteses provisórias, favorecendo suas propriedades físicas e mecânicas, contribuindo para o sucesso do tratamento.

**Palavras-chaves:** Resinas acrílicas. Resinas compostas. Prótese dentária provisória.

COMMAR, B.C. **Surface conditions of polymers used to manufacture temporary prosthesis after treatment with a light cured glaze.** 2016. Trabalho de Conclusão de Curso - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2016.

### **Abstract**

The material used for provisional prosthesis confection must present excellent physical properties, aiming a greater longevity against the different conditions that can occur in the oral cavity. Thus, the aim of this study was to evaluate the effect of a glaze on the physical properties of polymers used for provisional prosthesis confection, before and after a thermocycling procedure and an immersion in a staining solution. Four brands of resins used for provisional prosthesis confection were analyzed: Dencor (chemically activated acrylic resin, CAAR) (n = 20), Dencor (heated acrylic resin, HAR) (n = 20), Charisma (n = 20), Structur (n = 20), and Protemp (n = 20). Samples were randomly divided into five groups of composite and acrylic resins. In half of these samples, a mechanical polishing was performed and the other half received chemical polishing, with a light cured glaze. Then, all samples were submitted to thermocycling and immersion in coffee solution for 21 days. Data were submitted to the analysis of variance (ANOVA) followed by Tukey's and Student t tests ( $\alpha = 0.05$ ). The glaze decreased color change values and increased microhardness values, except for Charisma resin. A greater surface irregularity was observed in samples without chemical polishing. It can be concluded that the polishing with a light cured glaze can be an effective alternative for some materials used for provisional prosthesis confection, promoting physical and mechanical properties improvement and contributing to the success of the treatment.

**Keywords:** Acrylic resins. Composite resins. Temporary dental prosthesis.

## Lista de Figuras

- Figura 1 - Organograma esquematizando a distribuição das amostras de acordo com o tipo de polimento realizado. 21
- Figura 2 - Imagens tridimensionais da microscopia de força atômica (MFA), antes (Inicial), após termociclagem (t1) e após imersão em solução corante de café (t2). Protemp sem glaze (A), Protemp com glaze (B), Charisma sem glaze (C), Charisma com glaze (D), RAAQ sem glaze (E), RAAQ com glaze (F), RAAT sem glaze (G), RAAT com glaze (H), Structur sem glaze (I), Structur com glaze (J). 45
- Figura 3 - Imagens da microscopia eletrônica de varredura (MEV) (300x) associada à espectroscopia de energia dispersiva (EED) no período Inicial. Protemp sem glaze (A), Protemp com glaze (B), Charisma sem glaze (C), Charisma com glaze (D), RAAQ sem glaze (E), RAAQ com glaze (F), RAAT sem glaze (G), RAAT com glaze (H), Structur sem glaze (I), Structur com glaze (J). 47
- Figura 4 - Imagens da microscopia eletrônica de varredura (MEV) (300x) associada à espectroscopia de energia dispersiva (EED) no período t1 (após termociclagem). Protemp sem glaze (A), Protemp com glaze (B), Charisma sem glaze (C), Charisma com glaze (D), RAAQ sem glaze (E), RAAQ com glaze (F), RAAT sem glaze (G), RAAT com glaze (H), Structur sem glaze (I), Structur com glaze (J). 48
- Figura 5 - Imagens da microscopia eletrônica de varredura (MEV) (300x) associada à espectroscopia de energia dispersiva (EED) no período t2 (após imersão). Protemp sem glaze (A), Protemp com glaze (B), Charisma sem glaze (C), Charisma com glaze (D), RAAQ sem glaze (E), RAAQ com glaze (F), RAAT sem glaze (G), RAAT com glaze (H), Structur sem glaze (I), Structur com glaze (J). 49

## Lista de Tabelas

Tabela 1 -	Material, marca comercial e fabricante das resinas testadas no estudo.	20
Tabela 2 -	Marca comercial, fabricante e composição química da solução utilizada para imersão das amostras.	24
Tabela 3 -	ANOVA três fatores de alteração de cor dos materiais restauradores utilizados.	29
Tabela 4 -	Valores médios (desvio padrão) de alteração de cor ( $\Delta E$ ) de cada material restaurador utilizado, independente do período e do tratamento (glaze).	29
Tabela 5 -	Valores médios (desvio padrão) de alteração de cor ( $\Delta E$ ) do material nos períodos $t_1$ e $t_2$ , independente do material restaurador e do tratamento.	29
Tabela 6 -	Valores médios (desvio padrão) de alteração de cor ( $\Delta E$ ) do material para cada tratamento (glaze) utilizado, independente do material restaurador e do período.	30
Tabela 7 -	Valores médios (desvio padrão) de alteração de cor ( $\Delta E$ ) de cada material restaurador com ou sem glaze, independente do período.	30
Tabela 8 -	ANOVA três fatores da microdureza (Knoop) dos materiais restauradores utilizados.	32
Tabela 9 -	Valores médios (desvio padrão) de microdureza (Knoop) de cada material restaurador utilizado, independente do período e do tratamento (glaze).	32
Tabela 10-	Valores médios (desvio padrão) de microdureza (Knoop) do material no período inicial, após a termociclagem e após a imersão, independente do material restaurador e do tratamento (glaze).	33
Tabela 11-	Valores médios (desvio padrão) de microdureza (Knoop) do material para cada tratamento (glaze) utilizado, independente do material restaurador e do período.	33
Tabela 12-	Valores médios (desvio padrão) de microdureza (Knoop) de cada material restaurador com ou sem glaze, independente do período.	33
Tabela 13-	Valores médios (desvio padrão) de microdureza (Knoop) dos materiais restauradores com ou sem glaze para cada período	34

mensurado.

Tabela 14-	ANOVA três fatores da rugosidade (Rt) dos materiais restauradores utilizados.	36
Tabela 15-	Valores médios (desvio padrão) de rugosidade (Rt) de cada material restaurador utilizado, independente do período e do tratamento (glaze).	36
Tabela 16-	Valores médios (desvio padrão) de rugosidade (Rt) do material com ou sem glaze no período inicial, após a termociclagem e após a imersão.	37
Tabela 17-	Valores médios (desvio padrão) de rugosidade (Rt) do material para cada tratamento (glaze) utilizado, independente do material restaurador e do período.	37
Tabela 18-	Valores médios (desvio padrão) de rugosidade (Rt) de cada material restaurador com ou sem glaze, independente do período.	37
Tabela 19-	Valores médios (desvio padrão) de rugosidade (Rt) dos materiais restauradores com ou sem glaze para cada período mensurado.	38
Tabela 20-	ANOVA três fatores da energia de superfície dos materiais restauradores utilizados.	40
Tabela 21-	Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície de cada material restaurador utilizado, independente do período e do tratamento (glaze).	40
Tabela 22-	Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície do material no período inicial, após a termociclagem e após a imersão, independente do material restaurador e do tratamento (glaze).	41
Tabela 23-	Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície de cada material restaurador utilizado no período inicial, após a termociclagem e após a imersão, independente do tratamento (glaze).	41
Tabela 24-	Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície do material com ou sem glaze no período inicial, após a termociclagem e após a imersão.	42
Tabela 25-	Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície do material para cada tratamento (glaze) utilizado, independente do material	42

restaurador e do período.

Tabela 26- Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície de cada material restaurador com ou sem glaze, independente do período. 42

## Lista de Abreviaturas

PMMA =	Polimetilmetacrilato
Bis-GMA=	Bis - glicidil - metacrilato
RAAQ =	Resina acrílica ativada quimicamente
RAAT =	Resina acrílica de ativação térmica
g =	Gramma
ml =	Mililitro
Rpm =	Rotação por minuto
mm =	milímetro
°C =	Grau Célsius
MFA =	Microscopia de força atômica
MEV/EED =	Microscopia eletrônica de varredura e Espectroscopia de energia dispersiva
Litro =	Litro
$\Delta E$ =	Alteração cromática
CIE =	Comissim Internacionale de l'Eclairage (Comissão Internacional sobre Iluminação)
$\mu\text{m}$ =	Micrômetro
Rt =	Altura total do perfil de rugosidade
Å =	Angström
nm =	Nanômetro
$\mu\text{m}^3$ =	Micrômetro cúbico
ANOVA =	Análise de variância
t <sub>1</sub> =	Após a termociclagem
t <sub>2</sub> =	Após a imersão em solução corante de café
C =	Carbono
O =	Oxigênio
Pd =	Paládio
H =	Hidrogênio

# *Sumário*

<b>1. Introdução</b>	15
<b>2. Objetivo</b>	18
<b>3. Hipótese</b>	19
<b>4. Materiais e métodos</b>	20
<b>5. Análise estatística</b>	27
<b>6. Resultados</b>	28
<b>7. Discussão</b>	49
<b>8. Conclusão</b>	56
<b>9. Referências</b>	57

# 1. Introdução

Restaurações provisórias adequadas devem suprir as necessidades estéticas, funcionais e biológicas do paciente.<sup>1-4</sup> Em alguns casos, como em cirurgias periodontais, reabilitações envolvendo instalações de implantes e reabilitações maxilo-faciais,<sup>3</sup> seu uso pode ser indicado por um período maior.<sup>3,5</sup> Sendo assim, o material utilizado precisa apresentar propriedades físicas e mecânicas excelentes para alcançar maior longevidade diante das intempéries que podem ser expostos na cavidade oral.<sup>6,7</sup>

Diversos materiais podem ser utilizados na confecção das próteses provisórias, dentre estes destacam-se as resinas acrílicas de polimetilmetacrilato (PMMA) e as resinas compostas de Bis-ACRIL e Bis-GMA.<sup>3-7</sup> As resinas acrílicas PMMA são as mais utilizadas, principalmente as auto ou termopolimerizáveis. Embora possuem alta capacidade de polimento, cores semelhantes aos dentes, e serem relativamente baratas, suas propriedades físicas são baixas e quando usadas por um longo período podem sofrer abrasão, e ficarem mais susceptíveis à fratura e à instabilidade de cor. As resinas compostas de Bis-ACRIL e Bis-GMA surgiram para suprir algumas deficiências das resinas acrílicas. São de fácil manipulação, possuem melhores propriedades físicas, excelente estabilidade de cor, baixa contração de polimerização e necessitam de mínimo polimento. Elas podem ser auto, fotopolimerizáveis ou duais.<sup>7</sup>

No entanto, as propriedades físicas e mecânicas destes materiais podem sofrer alterações ao longo do tempo, principalmente devido à ação do meio no qual eles estão expostos, no caso, a cavidade oral, ocorrendo por exemplo, a sorção de água e outros líquidos, diminuindo a longevidade da restauração.<sup>8</sup> Isso pode permitir a formação de microporos na interface da matriz polimérica, influenciando diretamente em sua dureza e lisura superficial. Com isso, pode ocorrer perda do brilho do material com alteração de sua cor.<sup>9,10</sup>

Sabe-se que a estabilidade cromática é a propriedade que um material tem de reter a cor por um período de tempo em determinado ambiente, sendo uma importante propriedade física dos materiais odontológicos.<sup>11</sup> A alteração de cor dos materiais poliméricos pode ser causada por fatores intrínsecos e extrínsecos.<sup>12-15</sup> Os fatores intrínsecos envolvem a própria descoloração do material de resina, com a alteração da sua matriz.<sup>15</sup> Fatores extrínsecos, como radiação solar, mudanças térmicas, umidade, absorção e adsorção (adesão de moléculas de um fluido, o adsorvido, a uma superfície sólida) de substâncias, também podem causar

descoloração.<sup>12-15</sup> Associado a isso, deve-se considerar a superfície e luminosidade do objeto como fatores influentes na determinação da cor.<sup>6</sup>

Outra característica que pode ser influenciada pelo meio oral é a microdureza superficial, caracterizada pela resistência do material a uma penetração permanente, podendo antever seu desempenho quanto a outras propriedades como à resistência ao desgaste.<sup>7,16,17</sup> Com o tempo, as restaurações acabam sofrendo alterações físicas e mecânicas, ocasionando degradação superficial, a qual irá permitir a formação de microfraturas, interferindo na manutenção do tratamento.<sup>7,17,18</sup>

Adicionalmente, a rugosidade na superfície da prótese pode ser um fator predominante na adesão de microorganismos. Por esse motivo, é importante ter uma superfície lisa e polida, pois quando ela se apresenta rugosa, servirá como um abrigo e um reservatório para as bactérias, as quais ficarão protegidas.<sup>19</sup> A adesão bacteriana a polímeros e a produção de biofilme depende de propriedades físico-químicas da superfície do material e da superfície bacteriana. A adesão e retenção bacteriana inicial são possíveis, pois as bactérias e a superfície se interagem a certa distância, através da combinação de forças atrativas e forças repulsivas eletrostáticas. Preferencialmente, a retenção ocorre em superfícies rugosas, uma vez que, as bactérias, em tais superfícies, são mais protegidas e podem, dessa forma, ter tempo necessário para alcançar um contato direto e diminuir essa distância.<sup>20</sup> Com isso, a rugosidade de superfície do material é de grande importância clínica no processo de retenção bacteriana, estando envolvida também com o sucesso do tratamento.

No entanto, a modificação química da superfície do material, por reação ou adsorção, pode influenciar na característica de molhabilidade do material que está diretamente relacionada ao ângulo de contato e a energia de superfície. O ângulo de contato inicial de um material também pode ser alterado com o tempo. Por exemplo, um material hidrofóbico que ficou muito tempo em contato com a água tem seu ângulo de contato modificado, pois o mesmo “acostumou-se” com a água. Isto ocorre porque, mesmo uma adsorção física pequena de água na superfície do sólido altera o ângulo de contato do material, tornando-o menos hidrofóbico. Para analisar a energia de superfície dos materiais, a técnica da gota séssil pode ser utilizada. Ela calcula o ângulo de contato e a energia de superfície por meio de um goniômetro. As medidas da energia de superfície podem indicar, neste caso, a tendência de um material em acumular biofilme.<sup>23</sup>

Com o objetivo de reduzir a rugosidade de superfície e por conseguinte diminuir a adesão bacteriana, uma grande variedade disponível de materiais e técnicas adequadas podem ser usadas para o polimento de polímeros, tais como, pontas abrasivas de diferentes granulações

e substâncias químicas sobre o material.<sup>21</sup> Recentemente, o polimento líquido com selantes fotopolimerizáveis está sendo utilizado com o intuito de reduzir ou eliminar as etapas de polimento, proporcionando uma superfície lisa e polida, evitando assim o acúmulo de biofilme.<sup>22</sup>

## *2. Objetivo*

Este estudo teve como objetivo, avaliar a influência da aplicação do glaze fotopolimerizável sobre propriedades físicas e mecânicas de polímeros utilizados na confecção de próteses provisórias, antes e após termociclagem e imersão em solução corante de café.

## *3. Hipótese*

A hipótese nula deste estudo é que, a aplicação do glaze fotopolimerizável, e os processos de termociclagem e imersão das amostras em solução corante de café, não influenciam nas propriedades físicas e mecânicas dos polímeros utilizados na confecção de próteses provisórias intra-orais.

# 4. Materiais e Métodos

## 4.1. Materiais:

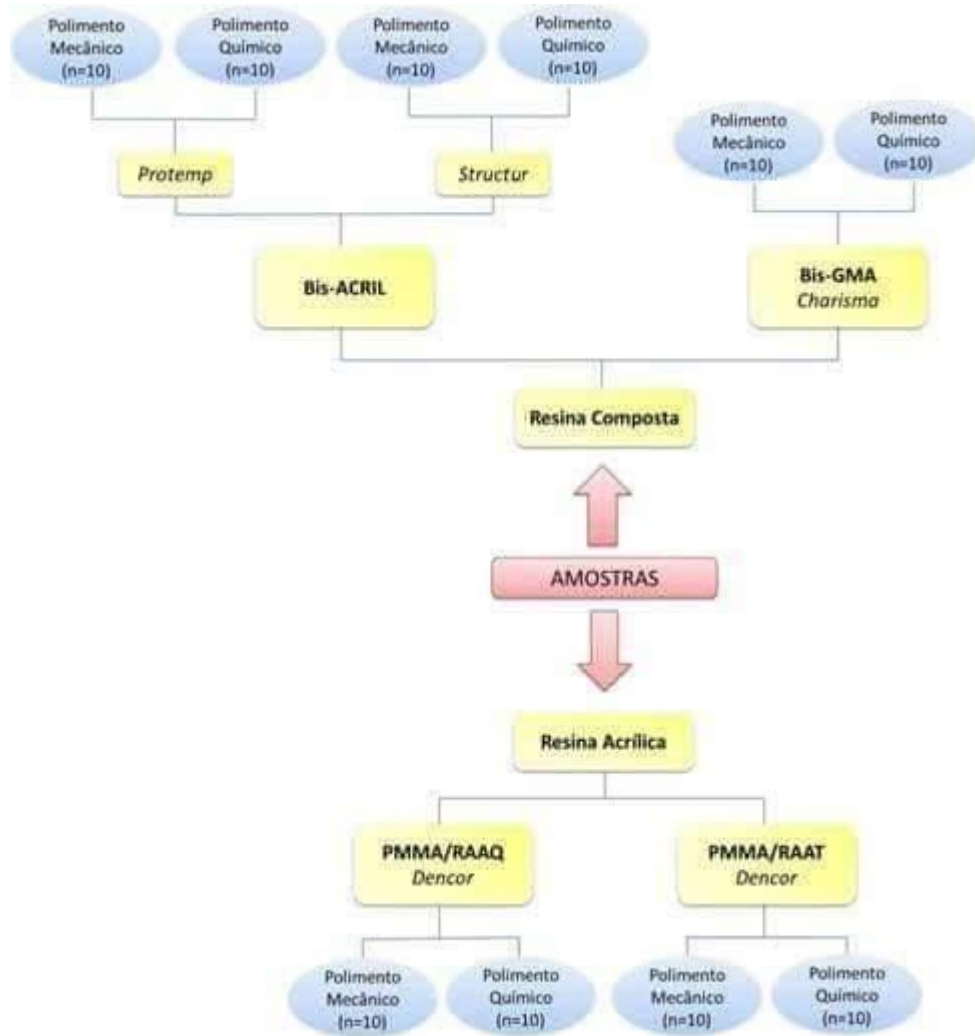
Os materiais utilizados para a confecção das amostras estão listados na Tabela 1.

**Tabela 1:** Material, marca comercial e fabricante das resinas testadas no estudo.

Material	Marca comercial	Fabricante
<b>Resina Acrílica PMMA/RAAQ</b>	Dencor	Clássico Ind. E Com., São Paulo, São Paulo Brasil
<b>Resina Acrílica PMMA/RAAT</b>	Dencor	Clássico Ind. E Com., São Paulo, São Paulo, Brasil
<b>Resina Composta Bis-ACRIL</b>	Protemp	3M/ESPE, Cuxhaven, Baixa Saxônia, Alemanha
<b>Resina Composta Bis-ACRIL</b>	Structur Premium	Voco, Cuxhaven, Baixa Saxônia, Alemanha
<b>Resina Composta Bis-GMA</b>	Charisma	Heraeus Kulze South America Ltda. São Paulo, São Paulo, Brasil

#### 4.2. Métodos:

Para realização deste trabalho, foram confeccionadas 20 amostras para as diferentes resinas estudadas (Tabela 1), distribuídas de acordo com a Figura 1.



**Figura 1:** Organograma esquematizando a distribuição das amostras de acordo com o tipo de polimento realizado.

### Obtenção das amostras

Para a padronização das amostras, foi utilizada uma matriz metálica vazada na espessura de 3mm, contendo em seu interior 10 compartimentos circulares, com 10mm de diâmetro cada.<sup>24</sup>

Durante a confecção das amostras, a parte inferior da matriz foi apoiada sobre uma lâmina de vidro e, em seguida, aplicada uma fina película de vaselina sólida e preenchida toda a cavidade com a resina RAAQ ou resinas compostas (Charisma, Structur e Protemp). Sobre esta camada de resina, foi posicionada outra lâmina de vidro com intuito de escoar o excesso de material, mantendo a superfície lisa e homogênea. Em seguida, as amostras foram polimerizadas de acordo com as recomendações dos fabricante<sup>25,26</sup> e foram submetidas ao acabamento com brocas maxicut (Vicking, São Paulo, São Paulo, Brasil),<sup>13</sup> para a remoção dos excessos.

Para a confecção das amostras de resina acrílica RAAT, o conjunto matriz metálica e lâmina de vidro foi incluído em mufla específica para forno micro-ondas (Artigos Odontológicos Clássico Ltda, São Paulo, São Paulo, Brasil) com a utilização de gesso especial tipo IV (Durone, Dentsply Ind e Com Ltda, Petrópolis, Rio de Janeiro, Brasil), seguindo a proporção de 100g de pó para 30mL de água, espatulado por 1 minuto e vertido sobre vibração constante. Após a cristalização do gesso, uma segunda lâmina de vidro foi posicionada sobre a matriz já incluída em gesso. A contra mufla foi posicionada e sobre a superfície desta última lâmina de vidro foi vertido gesso especial tipo IV. Em seguida a mufla foi levada à prensa hidráulica de bancada (VH Midas Dental Produtos Ltda., Araraquara, São Paulo, Brasil) sobre pressão constante de 1,25 toneladas durante 3 minutos. Após a cristalização do gesso, a mufla foi aberta e a superfície do vidro foi limpa com acetona (Labsynth Produtos para Laboratórios Ltda, Diadema, São Paulo, Brasil). A resina acrílica RAAT foi proporcionada de acordo com as instruções do fabricante. Ao atingir a fase plástica, o material foi inserido na matriz incluída na mufla. Em seguida a contra mufla foi posicionada e levada a uma prensa hidráulica, com força de 1,25 toneladas durante 2 minutos, e realizada a polimerização de bancada por 30 minutos. A resina foi polimerizada por energia de microondas (Brastemp, São Paulo, São Paulo, Brasil), de acordo com o fabricante, por 3 minutos com potência de 30%, 4 minutos com potência de 0%, 3 minutos com potência de 60%.<sup>27,28</sup> Após a polimerização da resina, a mufla foi aberta, e as amostras foram removidas e submetidas ao acabamento com brocas maxicut (Vicking, São Paulo, São Paulo, Brasil),<sup>13</sup> para remoção dos excessos.

Em seguida foi realizado o polimento de todas as amostras em politriz semiautomática (Ecomet 300PRO, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) com lixas metalográficas de granulação 400, 800 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), sob irrigação constante em água, na velocidade de 300rpm.<sup>4</sup> Nos grupos que não receberam a camada de glaze fotopolimerizável, foram utilizadas adicionalmente a lixa com granulação de 1000 e 1200 e a finalização do polimento com solução diamantada em disco de feltro (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA). Cada disco teve sua espessura aferida com o auxílio de um paquímetro digital (500-171-20B, Mitutoyo, Tóquio, Japão), de forma a obter as dimensões de 10mm de diâmetro e 2,5mm de espessura.<sup>29</sup>

#### **Aplicação do Glaze Fotopolimerizável na superfície das amostras**

As amostras que receberam o polimento químico foram submetidas ao recobrimento com o glaze fotopolimerizável (Megadenta, Radeberg, Alemanha), sendo aplicado uma camada fina e uniforme na superfície das amostras com a utilização de um pincel macio em sentido único, para evitar a incorporação de bolhas. Após um período de 20 segundos, foi realizada a fotopolimerização por 180 segundos (Strobolux, EDG Equipamentos, São Carlos, São Paulo, Brasil).

#### **Ensaio realizados**

Antes do início dos ensaios as amostras foram armazenadas em solução de saliva artificial em estufa bacteriológica digital (CIENLAB Equipamentos Científicos Ltda, Campinas, São Paulo, Brasil) a  $37\pm 1^\circ\text{C}$  durante 24 horas.<sup>30</sup>

Após este período ensaios de alteração de cor, microdureza, rugosidade, energia de superfície, microscopia de força atômica (AFM), Microscopia eletrônica de varredura/espectroscopia de energia dispersiva (MEV/EED) foram realizados. Estes mesmos ensaios foram novamente realizados após 2000 ciclos de termociclagem e após 21 dias de imersão das amostras em solução corante de café.

#### **Termociclagem**

Todas as amostras foram submetidas à termociclagem em uma termocicladora (Convel, São Paulo, Brasil). Para isso, as amostras foram imersas em água destilada e banhos alternados de 30 segundos à temperatura de  $5\pm 1^\circ\text{C}$  e  $55\pm 1^\circ\text{C}$ , totalizando 2000 ciclos.<sup>31</sup> Esse período representa dois anos de uso clínico.

Processo de imersão das amostras em solução corante

Cada amostra foi colocada em um recipiente com tampa; em seguida, o mesmo foi preenchido com 1mL da solução de café, previamente preparada, e o recipiente foi fechado para prevenir a evaporação da solução.

A solução padrão de café foi preparada com 80g de pó em 1L de água fervente destilada, de acordo com a recomendação do fabricante (Tabela 2). O tempo de 24 horas de armazenamento *in vitro* simula o consumo de café por 1 mês.<sup>32</sup> As amostras permaneceram armazenadas em estufa a  $37\pm 1^\circ\text{C}$  por 4 horas/dia durante 21 dias, sendo que, enquanto não estavam imersas na solução de café estavam armazenadas em saliva artificial.<sup>33</sup> A solução de café foi substituída diariamente durante todo o período de armazenagem. Após o período de imersão, todas as amostras foram lavadas em água corrente durante um minuto, sendo o excesso de líquido de sua superfície removido com papel absorvente.<sup>34</sup> E após esse período, foram realizadas novas leituras da mesma forma que as anteriores.

**Tabela 2:** Marca comercial, fabricante e composição química da solução utilizada para imersão das amostras.

Marca Comercial	Fabricante	Composição Química Básica
Café Pilão	Sara Lee Cafés do Brasil Ltda, Jundiaí, São Paulo, Brasil.	Café torrado e moído, não contém Glúten.

Ensaio de alteração de cor ( $\Delta E$ )

As leituras de estabilidade de cor das amostras foram realizadas por meio do espectrofotômetro de reflexão (Shimadzu Corp, Quioto, Japão) antes e após a termociclagem e processo de imersão das mesmas em café. As alterações de cor foram calculadas por meio do sistema CIE  $L^*a^*b^*$  conforme estabelecido pela CIE.<sup>35</sup> O CIELab permite a especificação de percepção de cores em termos de espaço tridimensional, comparando-se a cor da superfície das amostras com a cor do grupo controle correspondente, através do comprimento de onda versus reflexão. A axial “L” é conhecida pela luminosidade e se estende de 0 (preto) a 100 (branco perfeito). A coordenada “a” representa a quantidade de vermelho (valores positivos) e de verde (valores negativos), enquanto a coordenada “b” representa a quantidade de amarelo (valores positivos) e de azul (valores negativos). As coordenadas “a” e “b” coexistem no mesmo plano

dentro deste espaço tridimensional.<sup>36</sup> O sistema CIELab calcula a variação de cor entre dois pontos por meio da fórmula:

$$\Delta E = [(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2]^{1/2}$$

O espectrofotômetro possui uma emissão cerâmica, no qual os feixes de luz vão em direção à amostra. Quando o feixe de luz atinge a superfície da amostra, parte deste feixe é absorvida e parte é refletida. A quantidade de luz refletida é captada por uma fotocélula, que traduz o seu comprimento de onda em sinais elétricos captados por sistema computacional.

#### Ensaio de Microdureza

A microdureza (Knoop) das amostras foi mensurada por meio do microdurômetro HMV-2T (Shimadzu Corp., Quioto, Japão), calibrado com carga de 25 g por 10 segundos. Para isso, a ponta penetradora de diamante do microdurômetro realizou uma compressão na superfície da amostra, gerando uma figura geométrica em forma de losango. Foram realizadas três penetrações observadas em um monitor acoplado ao microdurômetro, respeitando uma distância de 500µm entre uma penetração e outra, entre as penetrações e a extremidade da margem da amostra.<sup>37,38</sup>

#### Ensaio de rugosidade

Os ensaios de rugosidade foram realizados no laboratório de plasmas tecnológicos (LabTec) do Campus Experimental da UNESP Sorocaba, São Paulo, Brasil. A rugosidade foi determinada por um perfilômetro SurfTest SJ-400 (Mitutoyo Corp., Tóquio, Japão). Na superfície da amostra, foi posicionada a ponta medidora do perfilômetro.<sup>6</sup> Os valores de  $R_t$  foram mensurados usando cut off de 500 µm, no tempo constante de 12 segundos.<sup>39</sup> A leitura foi realizada aleatoriamente no centro da amostra, e duas leituras paralelas, à direita e à esquerda desse centro. Os valores originais foram dados em Å, sendo posteriormente transformados para a escala nanométrica (nm).

#### Ensaio de energia de superfície

O ensaio foi realizado no Laboratório de Plasmas Tecnológicos (LaPTec), Campus Experimental da UNESP Sorocaba, São Paulo, Brasil. Foram realizadas em 10 amostras de cada grupo, 10 leituras para avaliar o ângulo de contato formado pela gota de água deionizada (componente polar) e 10 leituras para a gota de diodometano (componente dispersivo). Para a mensuração do ângulo de contato, um goniômetro (Ramé-Hart 100-00, Ramé-Hart Instrument Co., Succasunna, Nova Jersey, EUA) foi utilizado associado a um software (DROPimage Standard, Ramé-Hart Instrument Co., Succasunna, Nova Jersey, EUA). As imagens obtidas

foram gravadas e analisadas por um software que calcula o ângulo de contato obtido por meio da equação de Young:  $\gamma_{sv} = \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \cos \Theta$ ; sendo que  $\Theta$  é o valor do ângulo de contato e  $\gamma$  é a energia de superfície da interface sólido-vapor (sv), sólido-líquido (sl) e líquido vapor (lv).

O cálculo da energia de superfície foi realizado de acordo com o método de Owens-Wendt-Rabel-Kaelble (OWRK).<sup>40</sup>

#### Caracterização das Superfícies por AFM

Uma amostra adicional de cada grupo foi analisada pela MFA (Veeco Metrology Inc., Santa Barbara, Califórnia, EUA). As imagens obtidas foram transportadas do microscópio para um computador. Em seguida estas foram enviadas para o programa Gwyddion 2.33 (Departamento de Nanometrologia, Instituto de Metrologia Checa, Praga, República Checa) para a obtenção de imagens tridimensionais (5 x 5  $\mu\text{m}$ ), e submetidas aos filtros (“lowpass e medium”). Todas as imagens em três dimensões (3D) foram padronizadas em escala de altura mínima de -100nm e máxima de 100nm (eixo z) para posterior comparação qualitativa entre os grupos.<sup>41</sup>

#### Caracterização da superfície por MEV/EED

A análise do MEV (JSM 610LA, JEOL, Tóquio, Japão) foi realizada em uma amostra adicional de cada grupo para cada período testado, sendo as imagens registradas em magnificação de 300x. Simultaneamente ao MEV, a análise de EED foi realizada na ordem de  $1\mu\text{m}^3$ , com o intuito de caracterizar a composição química da superfície das amostras com e sem os tratamentos propostos.<sup>33</sup>

## *5. Análise Estatística*

Os dados quantitativos de análise de cor, microdureza superficial, rugosidade e energia de superfície foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) seguido de um teste apropriado para comparar as médias entre os grupos (Tukey ou Teste T) com significância de 5%. Os dados qualitativos de MFA, MEV e EED foram comparados visualmente.

## 6. Resultados

Em relação à análise de alteração de cor, pode-se verificar diferença estatisticamente significativa para todos os fatores avaliados individualmente, sendo eles, Material ( $P=0,005$ ), Período ( $P=0,020$ ), Tratamento ( $P=0,019$ ), e interação entre os fatores Material X Tratamento ( $P<0,001$ ) (Tabela 3).

Todos os materiais avaliados sofreram alteração de cor, já que apresentaram valores de  $\Delta E$  maiores que zero (Tabela 4). Dentre os materiais utilizados, a resina RAAQ foi a que sofreu maior alteração de cor, sendo diferente estatisticamente das resinas Charisma e Structur, que apresentaram os menores valores de  $\Delta E$  (Tabela 4). A resina Protemp apresentou valores numericamente maiores, em relação às resinas Charisma e Structur (Tabela 4). Não ocorreu diferença estatisticamente significativa entre os valores das resinas acrílicas (RAAT e RAAQ), no entanto a resina RAAQ mostrou valores numericamente maiores (Tabela 4).

Após a termociclagem, a alteração de cor das amostras foi estatisticamente maior que após o período de imersão em solução de café (Tabela 5).

Analisando-se os tipos de tratamento, as amostras que não receberam aplicação de glaze fotopolimerizável apresentaram alteração de cor maior, em relação às que receberam, com diferença estatisticamente significativa (Tabela 6). Pode-se observar que o tratamento com glaze influenciou de modo significativo na alteração de cor das resinas RAAT e RAAQ, diminuindo e aumentando, respectivamente, os valores de  $\Delta E$  das amostras confeccionadas com estas resinas (Tabela 7).

**Tabela 3:** ANOVA três fatores de alteração de cor dos materiais restauradores utilizados.

Fatores de Variação	df	SS	MS	F	P
Material	4	123,546	30,887	3,902	0,005*
Período	1	43,955	43,955	5,554	0,020*
Tratamento	1	43,992	43,992	5,558	0,019*
Material x Período	4	55,650	13,912	1,758	0,139
Material x Tratamento	4	500,881	125,220	15,821	<0,001*
Período x Tratamento	1	2,298	2,298	0,290	0,591
Material x Período x Tratamento	4	48,768	12,192	1,540	0,192
Erro	180	1424,627	7,915		
Total	200	11524,932			

\* $P < 0,05$  denota diferença estatística significativa.

**Tabela 4:** Valores médios (desvio padrão) de alteração de cor ( $\Delta E$ ) de cada material restaurador utilizado, independente do período e do tratamento (glaze).

Material	$\Delta E$
Protemp	7,27 (3,00) AB
Charisma	5,95 (1,95) A
RAAQ	7,80 (2,98) B
RAAT	7,20 (3,70) AB
Structur	5,81 (2,24) A

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 5:** Valores médios (desvio padrão) de alteração de cor ( $\Delta E$ ) do material nos períodos  $t_1$  e  $t_2$ , independente do material restaurador e do tratamento.

Períodos		
	$t_1$	$t_2$
$\Delta E$	7,28 (3,70) a	6,34 (2,91) b

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na linha não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste T Student.

**Tabela 6:** Valores médios (desvio padrão) de alteração de cor ( $\Delta E$ ) do material para cada tratamento (glaze) utilizado, independente do material restaurador e do período.

<b>Tratamento</b>	<b><math>\Delta E</math></b>
Com glaze	6,34 (3,10) A
Sem glaze	7,28 (3,54) B

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste T Student.

**Tabela 7:** Valores médios (desvio padrão) de alteração de cor ( $\Delta E$ ) de cada material restaurador com ou sem glaze, independente do período.

<b><math>\Delta E</math></b>		
<b>Material Restaurador</b>	<b>Tratamento</b>	
	Sem glaze	Com glaze
Protemp	7,44 (2,63) a	7,18 (3,36) a
Charisma	5,92 (2,23) a	5,84 (1,74) a
RAAQ	6,54 (2,14) a	9,16 (3,07) b
RAAT	10,59 (5,29) a	3,77 (2,04) b
Structur	5,90 (2,19) a	5,74 (2,33) a

Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

Ao avaliar a microdureza superficial das amostras, verificou-se diferença estatística significativa para todos os fatores individualmente ( $P < 0,001$ ), e interação entre todos os fatores analisados, Material x Período x Tratamento ( $P < 0,001$ ) (Tabela 8).

Entre todos os materiais avaliados, a resina composta Charisma foi a que apresentou os maiores valores de microdureza estatisticamente significativos (Tabela 9). Os menores valores de microdureza foram verificados para a resina Protemp. As resinas bisacrílicas Protemp e Structur, apresentaram valores de microdureza estatisticamente diferentes (Tabela 9). Ainda pode-se observar que essas resinas apresentaram valores de microdureza diferentes estatisticamente das resinas RAAT e RAAQ (Tabela 9). Não houve diferença estatisticamente significativa entre as resinas RAAT e RAAQ, no entanto a resina RAAT apresentou valores numericamente maiores em relação à resina RAAQ (Tabela 9).

Ao comparar os períodos de avaliação pode-se observar diferença estatística significativa nos valores de microdureza nos períodos  $t_1$  e  $t_2$ , os quais aumentaram e diminuíram respectivamente, em relação ao período inicial (Tabela 10). Em relação ao tratamento de superfície, a aplicação do glaze resultou em aumento estatisticamente significativo nos valores de microdureza das amostras (Tabelas 11), com exceção das confeccionadas com resina Charisma, onde o grupo com glaze, quando comparado ao sem glaze, apresentou valores menores estatisticamente significativos (Tabelas 12).

Pode-se observar que a resina Charisma apresentou os maiores valores de microdureza estatisticamente significativos nos períodos inicial, após termociclagem e após imersão (Tabela 13). De um modo geral, após a termociclagem houve aumento numérico nos valores de microdureza para os grupos que não receberam aplicação de glaze e, diminuição nos valores para os grupos que receberam (Tabela 13). A imersão em solução corante de café diminuiu os valores de microdureza em todas as amostras, com exceção das confeccionadas com resina Protemp com glaze (Tabela 13).

**Tabela 8:** ANOVA três fatores da microdureza (Knoop) dos materiais restauradores utilizados.

<b>Fatores de Variação</b>	<b>df</b>	<b>SS</b>	<b>MS</b>	<b>F</b>	<b>P</b>
Material	4	44325,489	11081,372	1122,877	<0,001*
Período	2	778,517	389,259	39,444	<0,001*
Tratamento	1	3647,053	3647,053	369,557	<0,001*
Material x Período	8	157,488	19,686	1,995	0,047*
Material x Tratamento	4	22730,326	5682,582	575,817	<0,001*
Período x Tratamento	2	738,813	369,406	37,432	<0,001*
Material x Período x Tratamento	8	301,362	37,670	3,817	<0,001*
Erro	270	2664,557	9,869		
Total	300	398594,358			

\* $P < 0,05$  denota diferença estatística significante.

**Tabela 9:** Valores médios (desvio padrão) de microdureza (Knoop) de cada material restaurador utilizado, independente do período e do tratamento (glaze).

<b>Material</b>	<b>Microdureza</b>
Protemp	23,99 (10,34) D
Charisma	56,91 (14,78) A
RAAQ	26,62 (9,39) C
RAAT	27,45 (8,42) C
Structur	29,15 (6,42) B

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 10:** Valores médios (desvio padrão) de microdureza (Knoop) do material no período

inicial, após a termociclagem e após a imersão, independente do material restaurador e do tratamento (glaze).

<b>Períodos</b>	<b>Microdureza</b>
<b>Inicial</b>	33,15 (16,19) B
<b>t<sub>1</sub></b>	34,61(15,83) A
<b>t<sub>2</sub></b>	30,71 (15,50) C

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 11:** Valores médios (desvio padrão) de microdureza (Knoop) do material para cada tratamento (glaze) utilizado, independente do material restaurador e do período.

<b>Tratamento</b>	<b>Microdureza</b>
Com glaze	36,31 (5,20) A
Sem glaze	29,34 (21,31) B

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste T Student.

**Tabela 12:** Valores médios (desvio padrão) de microdureza (Knoop) de cada material restaurador com ou sem glaze, independente do período.

<b>Material Restaurador</b>	<b>Microdureza</b>	
	<b>Sem glaze</b>	<b>Com glaze</b>
Protemp	14,51 (3,61) a	33,47 (4,30) b
Charisma	70,53 (6,32) a	43,28 (4,50) b
RAAQ	17,72 (1,43) a	35,53 (3,66) b
RAAT	19,63 (3,42) a	35,28 (2,41) b
Structur	24,30 (4,50) a	34,00 (3,88) b

Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 13:** Valores médios (desvio padrão) de microdureza (Knoop) dos materiais

restauradores com ou sem glaze para cada período mensurado.

		<b>Microdureza</b>									
<b>Períodos</b>	<b>Material restaurador</b>										
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	
Inicial	12,45	35,74	68,21	46,82	16,69	36,94	18,38	36,59	22,24	37,43	
	(3,42)	(2,77)	(7,21)	(3,24)	(0,75)	(1,70)	(1,17)	(1,52)	(1,75)	(3,10)	
	Aa	Ad	Af	Be	Aab	ABd	Abc	Ad	Ac	Bd	
t <sub>1</sub>	16,59	31,95	74,60	43,75	19,03	37,67	24,04	35,80	30,02	32,65	
	(3,14)	(4,04)	(3,99)	(2,49)	(1,58)	(3,80)	(1,16)	(2,64)	(2,36)	(2,33)	
	Aa	Acd	Bg	ABf	Aab	Be	Bb	Ade	Bc	ABcde	
t <sub>2</sub>	14,49	32,72	68,78	39,25	17,42	31,96	16,45	33,44	20,63	31,91	
	(3,30)	(5,16)	(5,73)	(4,03)	(0,56)	(2,08)	(0,66)	(1,86)	(0,76)	(3,65)	
	Aa	Ac	Ae	Ad	Aab	Ac	Aab	Ac	Ab	Ac	

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna e letra minúscula na linha não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). Protemp sem glaze (A), Protemp com glaze (B), Charisma sem glaze (C), Charisma com glaze (D), RAAQ sem glaze (E), RAAQ com glaze (F), RAAT sem glaze (G), RAAT com glaze (H), Structur sem glaze (I), Structur com glaze (J). Após a termociclagem (t<sub>1</sub>) e após a imersão (t<sub>2</sub>).

Em relação à rugosidade superficial, pode-se verificar diferença estatisticamente significativa para todos os fatores avaliados individualmente ( $P < 0,001$ ) e interação entre os fatores Material x Período x Tratamento ( $P = 0,004$ ) (Tabela 14).

Ao comparar os materiais utilizados observou-se que a resina RAAQ foi a que apresentou maiores valores de rugosidade superficial (Tabela 15). Os menores valores de rugosidade foram verificados para a resina Charisma (Tabela 15).

O processo de termociclagem provocou aumento estatístico nos valores de rugosidade das amostras com e sem glaze (Tabela 16). A imersão em solução de café diminuiu os valores de rugosidade, sendo esta redução estatisticamente significativa para as amostras tratadas com glaze (Tabelas 16).

Menores valores de rugosidade foram verificados para as amostras tratadas com glaze fotopolimerizável (Tabelas 16, 17 e 18), exceto para a resina Protemp (Tabela 18). Ainda foi observado os maiores valores de rugosidade para a resina RAAQ sem glaze nos diferentes períodos analisados (inicial, após termociclagem e imersão; Tabela 19).

**Tabela 14:** ANOVA três fatores da rugosidade (Rt) dos materiais restauradores utilizados.

<b>Fatores de Variação</b>	<b>df</b>	<b>SS</b>	<b>MS</b>	<b>F</b>	<b>P</b>
Material	4	0,123	0,031	11,800	<0,001*
Período	2	0,301	0,151	57,855	<0,001*
Tratamento	1	0,487	0,487	186,914	<0,001*
Material x Período	8	0,062	0,008	2,954	0,003*
Material x Tratamento	4	0,394	0,099	37,866	<0,001*
Período x Tratamento	2	0,023	0,012	4,479	0,012*
Material x Período x Tratamento	8	0,061	0,008	2,920	0,004*
Erro	270	703	0,003		
Total	300	10,357			

\* $P < 0,05$  denota diferença estatística significante.

**Tabela 15:** Valores médios (desvio padrão) de rugosidade (Rt) de cada material restaurador utilizado, independente do período e do tratamento (glaze).

<b>Material</b>	<b>Rugosidade (Rt)</b>
Protemp	0,153 (0,056) B
Charisma	0,150 (0,065) B
RAAQ	0,205 (0,132) A
RAAT	0,155 (0,081) B
Structur	0,165 (0,055) AB

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 16:** Valores médios (desvio padrão) de rugosidade (Rt) do material com ou sem glaze no período inicial, após a termociclagem e após a imersão.

Períodos	Rugosidade (Rt)	
	Sem glaze	Com glaze
Inicial	0,158 (0,067) Ba	0,098 (0,038) Bb
t <sub>1</sub>	0,245 (0,098) Aa	0,166 (0,068) Ab
t <sub>2</sub>	0,214 (0,068) Aa	0,111 (0,051) Bb

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna e letra minúscula na linha não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 17:** Valores médios (desvio padrão) de rugosidade (Rt) do material para cada tratamento (glaze) utilizado, independente do material restaurador e do período.

Tratamento	Rugosidade (Rt)
Com glaze	0,125 (0,061) B
Sem glaze	0,206 (0,087) A

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste T Student.

**Tabela 18:** Valores médios (desvio padrão) de rugosidade (Rt) de cada material restaurador com ou sem glaze, independente do período.

Material Restaurador	Rugosidade (Rt)	
	Sem glaze	Com glaze
Protemp	0,148 (0,049) a	0,158 (0,063) b
Charisma	0,196 (0,051) a	0,104 (0,041) b
RAAQ	0,305 (0,108) a	0,104 (0,053) b
RAAT	0,202 (0,068) a	0,108 (0,063) a
Structur	0,176 (0,049) a	0,153 (0,058) a

Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 19:** Valores médios (desvio padrão) de rugosidade (Rt) dos materiais restauradores com ou sem glaze para cada período mensurado.

Períodos	Rugosidade (Rt)									
	Material restaurador									
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
Inicial	0,145	0,120	0,145	0,084	0,242	0,088	0,129	0,077	0,125	0,121
	(0,064)	(0,048)	(0,028)	(0,022)	(0,087)	(0,029)	(0,029)	(0,017)	(0,022)	(0,042)
	Aa	Aa	Aa	Aa	Ab	Aa	Aa	Aa	Aa	Aa
t <sub>1</sub>	0,156	0,185	0,220	0,137	0,402	0,147	0,238	0,163	0,209	0,195
	(0,051)	(0,056)	(0,039)	(0,048)	(0,082)	(0,067)	(0,053)	(0,081)	(0,026)	(0,074)
	Aab	Aab	Aab	Aa	Bc	Aa	Bb	Aab	Aab	Aab
t <sub>2</sub>	0,142	0,166	0,222	0,089	0,271	0,075	0,238	0,081	0,194	0,142
	(0,026)	(0,068)	(0,043)	(0,025)	(0,085)	(0,016)	(0,048)	(0,023)	(0,047)	(0,020)
	Aabc	Abcd	Acde	Aab	Ae	Aa	Bde	Aab	Acde	Aabc

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna e letra minúscula na linha não diferem ao nível de 5% de Significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey. Protemp sem glaze (A), Protemp com glaze (B), Charisma glaze (C), Charisma com glaze (D), RAAQ sem glaze (E), RAAQ com glaze (F), RAAT sem glaze (G), RAAT com Glaze (H), Structur sem glaze (I), Structur com glaze (J). Após a termociclagem (t<sub>1</sub>) e após a imersão (t<sub>2</sub>).

Na análise de energia de superfície, pode-se verificar diferença estatisticamente significativa para todos os fatores avaliados individualmente, sendo eles, Material ( $P=0,003$ ), Período ( $P<0,001$ ), Tratamento ( $P<0,001$ ) e interação entre os fatores Material x Período ( $P<0,001$ ), Material x Tratamento ( $P<0,001$ ), Período x Tratamento ( $P<0,001$ ) (Tabela 20).

Em relação aos materiais utilizados, as amostras confeccionadas com resina Protemp foram as que apresentaram maior energia de superfície, com diferença estatisticamente significativa para as demais resinas, com exceção da resina RAAT (Tabela 21).

Com relação ao período, observou-se aumento estatístico significativo para os valores de energia de superfície nos períodos  $t_1$  e  $t_2$  (Tabelas 22 à 24), independente do tratamento (Tabelas 22 e 23).

Quanto ao tipo de tratamento, notou-se que os grupos que receberam glaze fotopolimerizável na superfície de suas amostras, apresentaram maiores valores de energia de superfície, com diferença estatisticamente significativa, em relação aos grupos que não receberam aplicação de glaze (Tabelas 25 e 26).

**Tabela 20:** ANOVA três fatores da energia de superfície dos materiais restauradores utilizados.

<b>Fatores de Variação</b>	<b>df</b>	<b>SS</b>	<b>MS</b>	<b>F</b>	<b>P</b>
Material	4	346,088	86,552	4,090	0,003*
Período	2	21565,612	10782,806	509,742	<0,001*
Tratamento	1	1651,256	1651,256	78,061	<0,001*
Material x Período	8	1361,805	170,226	8,047	<0,001*
Material x Tratamento	4	631,389	157,847	7,462	<0,001*
Período x Tratamento	2	391,635	195,818	9,257	<0,001*
Material x Período x Tratamento	8	333,760	41,720	1,972	0,050
Erro	270	5711,433	21,153		
Total	300	771971,679			

\* $P < 0,05$  denota diferença estatística significante.

**Tabela 21:** Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície de cada material restaurador utilizado, independente do período e do tratamento (glaze).

<b>Material</b>	<b>Energia de superfície</b>
Protemp	51,44 (10,08) B
Charisma	48,91 (12,74) A
RAAQ	48,62 (9,98) A
RAAT	50,36 (9,72) AB
Structur	48,98 (8,82) A

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 22:** Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície do material no período inicial, após a termociclagem e após a imersão, independente do material restaurador e do tratamento (glaze).

Períodos	Energia de superfície
<b>Inicial</b>	39,00 (6,50) A
<b>t<sub>1</sub></b>	50,22 (6,43) B
<b>t<sub>2</sub></b>	59,75 (4,64) C

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 23:** Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície de cada material restaurador utilizado no período inicial, após a termociclagem e após a imersão, independente do tratamento (glaze).

Material restaurador					
Períodos	Energia de superfície				
	Protemp	Charisma	RAAQ	RAAT	Structur
<b>Inicial</b>	41,57	35,70	40,18	39,45	38,12
	(9,34)	(6,98)	(4,59)	(4,24)	(4,94)
	Aa	Aa	Aa	Aa	Aa
<b>t<sub>1</sub></b>	51,65	49,08	45,38	51,55	53,47
	(3,76)	(8,54)	(5,33)	(6,33)	(4,34)
	Bb	Bab	Aa	Bb	Bb
<b>t<sub>2</sub></b>	61,10	61,94	60,30	60,08	55,34
	(3,71)	(4,49)	(5,52)	(3,06)	(3,26)
	Ca	Cb	Ba	Ca	Ba

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 24.** Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície do material com ou sem glaze no período inicial, após a termociclagem e após a imersão.

Período	Energia de superfície	
	Sem glaze	Com glaze
Inicial	35,47 (7,01) Aa	42,54 (3,26) Ab
t1	47,53 (6,53) Ba	52,92 (5,12) Bb
t2	58,94 (4,55) Ca	60,56 (4,63) Ca

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Tabela 25:** Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície do material para cada tratamento (glaze) utilizado, independente do material restaurador e do período.

Tratamento	Energia de superfície
Com glaze	52,01 (8,60) B
Sem glaze	47,31 (11,38) A

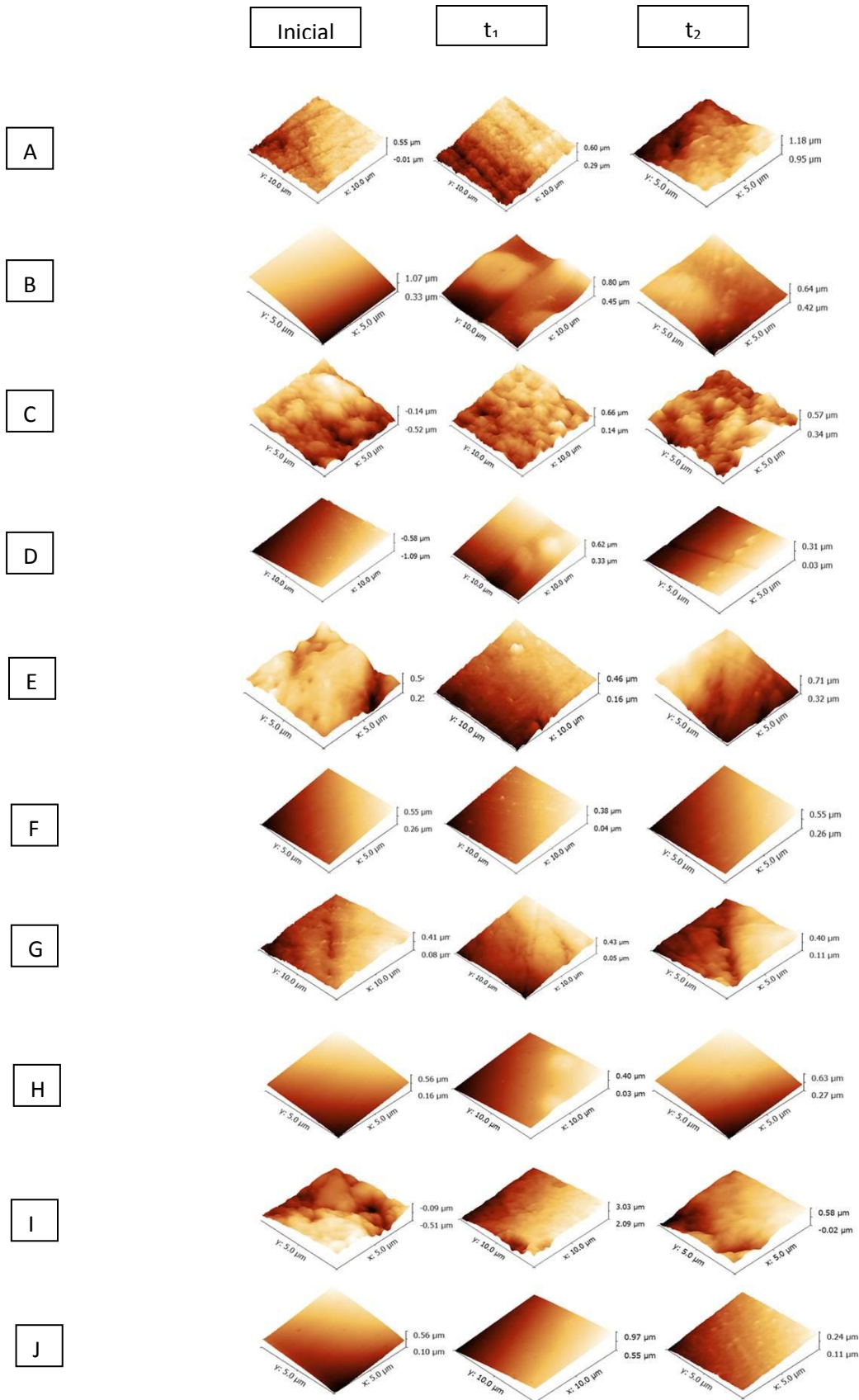
Médias seguidas de mesma letra maiúscula na coluna não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste T Student.

**Tabela 26:** Valores médios (desvio padrão) de energia de superfície de cada material restaurador com ou sem glaze, independente do período.

Material	Tratamento	
	Sem glaze	Com glaze
Protemp	49,68 (11,38) a	53,19 (8,43) b
Charisma	43,81 (12,99) a	54,01 (10,37) b
RAAQ	47,54 (11,42) a	49,70 (8,37) b
RAAT	47,92 (10,69) a	52,80 (8,10) b
Structur	47,62 (10,16) a	48,98 (8,82) b

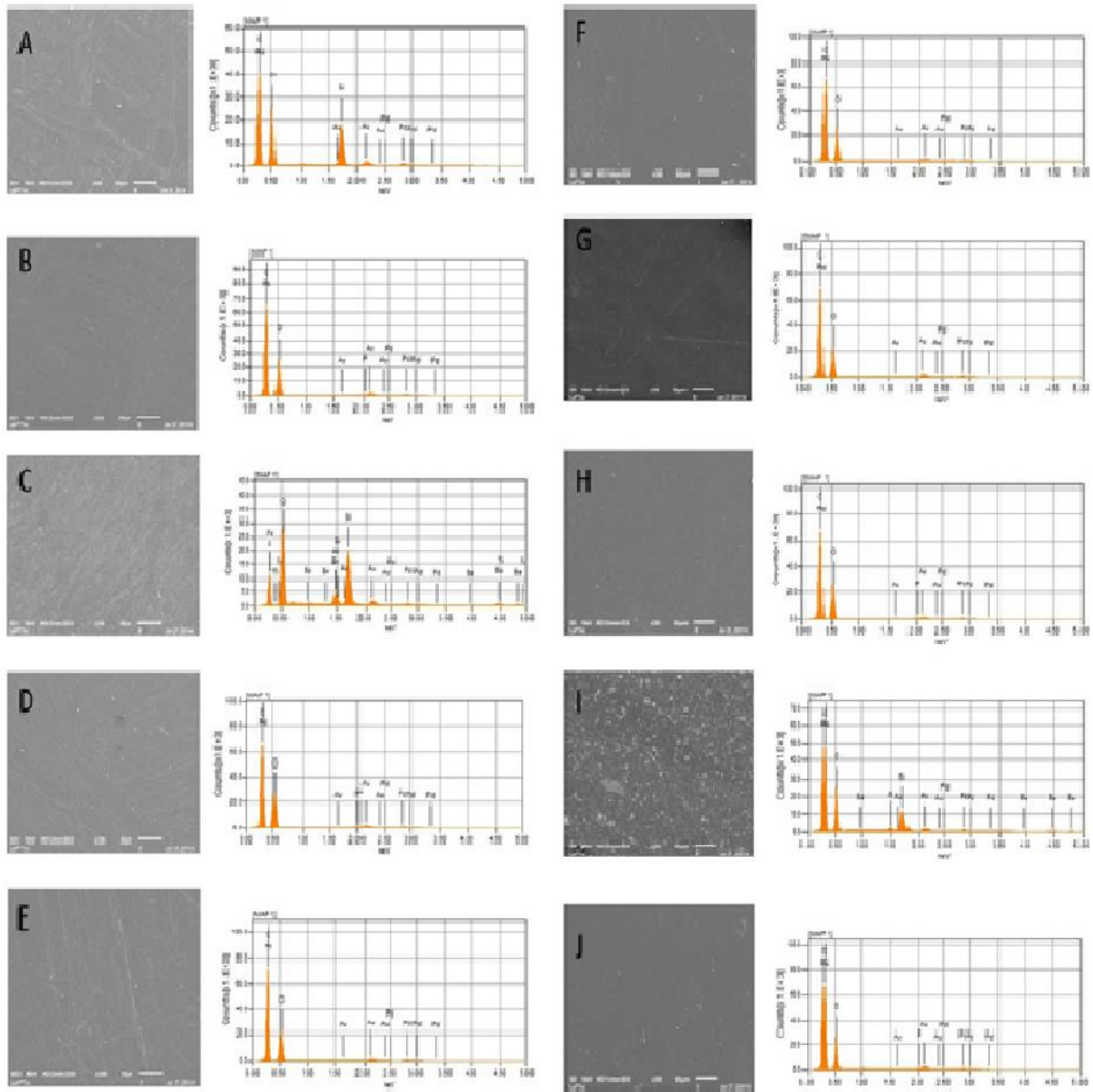
Médias seguidas de mesma letra minúscula na linha não diferem ao nível de 5% de significância ( $P < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

As imagens de MFA ilustram a superfície das amostras em três dimensões, sendo que a análise visual revelou a formação de maiores irregularidades, como vales e picos, nos grupos sem aplicação de glaze, enquanto nos grupos com glaze foram observadas regiões sem irregularidades no período inicial, e pequenas irregularidades foram formadas após termociclagem e imersão em café (Figura 2).

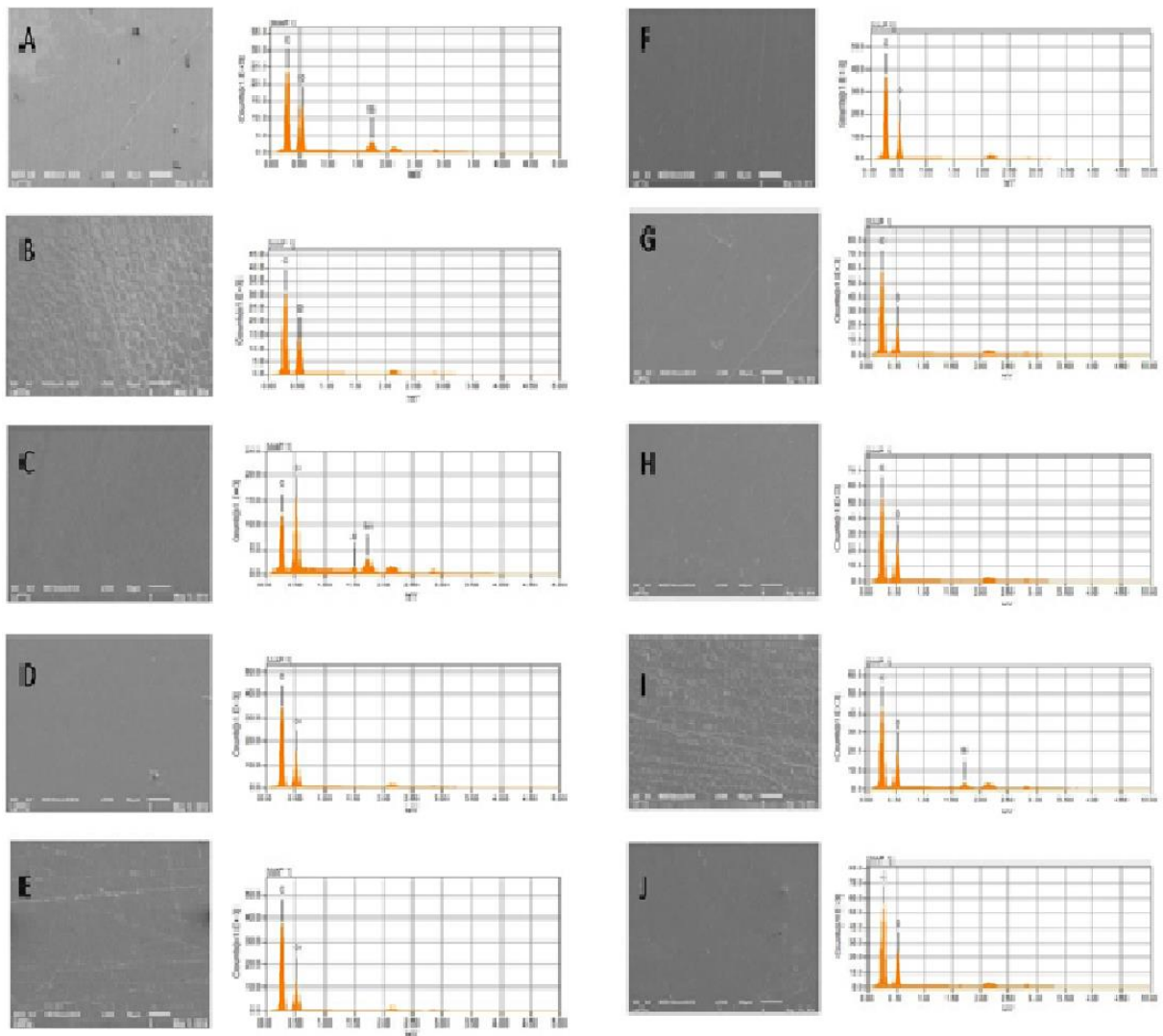


**Figura 2.** Imagens tridimensionais da microscopia de força atômica (MFA), antes (Inicial), após termociclagem ( $t_1$ ) e após imersão em solução corante de café ( $t_2$ ). Protep sem glaze (A), Protep com glaze (B), Charisma sem glaze (C), Charisma com glaze (D), RAAQ sem glaze (E), RAAQ com glaze (F), RAAT sem glaze (G), RAAT com glaze (H), Structur sem glaze (I), Structur com glaze (J).

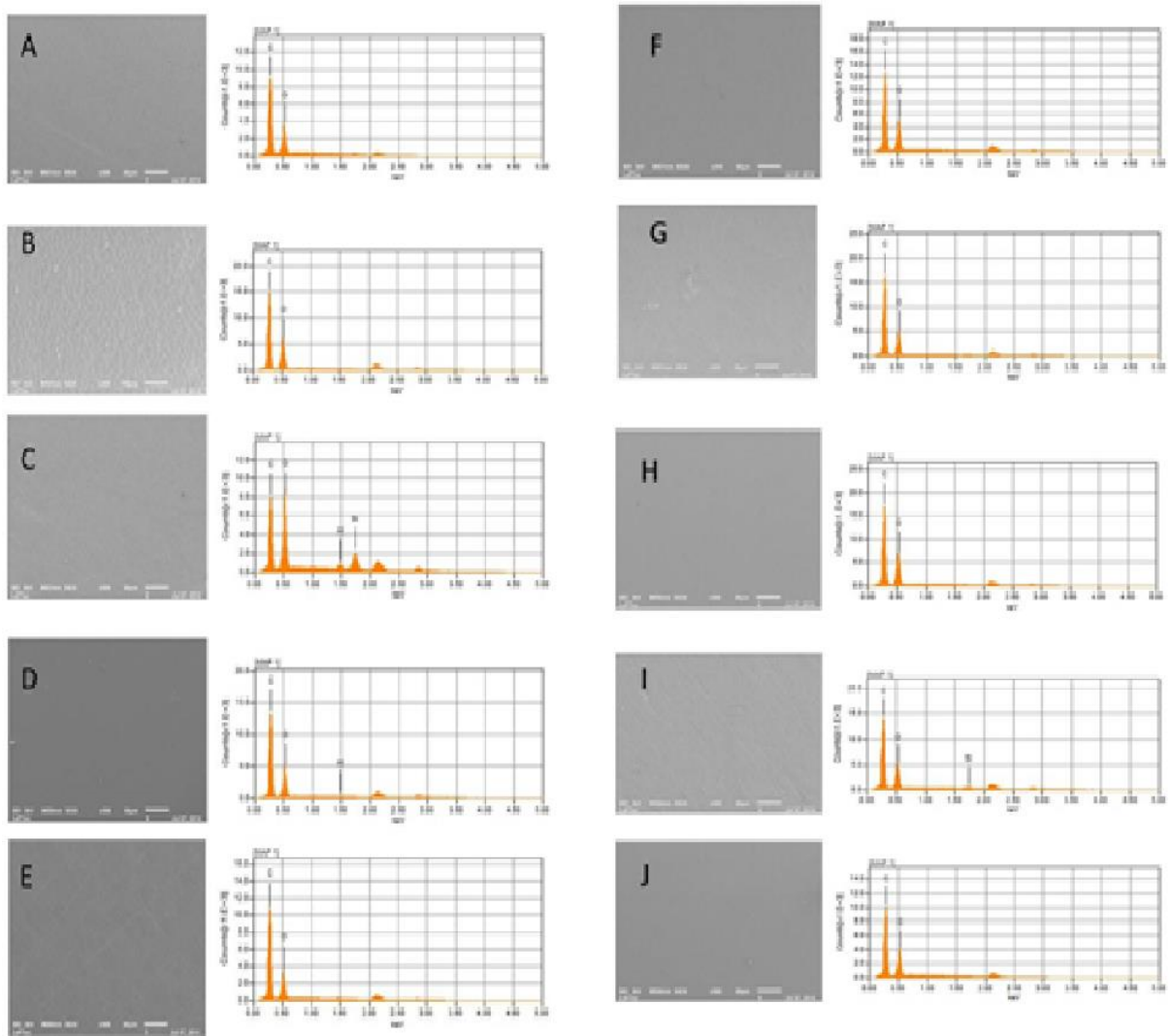
Por meio das imagens de MEV com aumento de 300x, pode-se visualizar maior porosidade e degradação do glaze fotopolimerizável da superfície das amostras de resina Protemp após a termociclagem (Figura 4) e imersão em café (Figuras 5). Nas amostras de resina Structur sem glaze, independente do período analisado, foi observado porosidades em sua superfície (Figuras 3 à 5). No entanto, quanto aos demais grupos não foram verificadas mudanças significativas na superfície das amostras em relação ao período inicial (Figuras 3 à 5). Com relação à composição química das superfícies por meio dos espectros de EED foram detectadas nos grupos submetidos ao polimento mecânico no período inicial, principalmente a presença de C, O e Pd, após a termociclagem e imersão em café somente os dois primeiros componentes foram detectados. Já nos grupos com polimento químico, foi encontrado maior quantidade de C e O em todos os períodos (Figuras 3 à 5).



**Figura 3:** Imagens da microscopia eletrônica de varredura (MEV) (300x) associada à espectroscopia de energia dispersiva (EED) no período Inicial. Protemp sem glaze (A), Protemp com glaze (B), Charisma sem glaze (C), Charisma com glaze (D), RAAQ sem glaze (E), RAAQ com glaze (F), RAAT sem glaze (G), RAAT com glaze (H), Structur sem glaze (I), Structur com glaze (J).



**Figura 4:** Imagens da microscopia eletrônica de varredura (MEV) (300x) associada à espectroscopia de energia dispersiva (EED) no período  $t_1$  (após termociclegem). Protimp sem glaze (A), Protimp com glaze (B), Charisma sem glaze (C), Charisma com glaze (D), RAAQ sem glaze (E), RAAQ com glaze (F), RAAT sem glaze (G), RAAT com glaze (H), Structur sem glaze (I), Structur com glaze (J).



**Figura 5:** Imagens da microscopia eletrônica de varredura (MEV) (300x) associada à espectroscopia de energia dispersiva (EED) no período  $t_2$  (após imersão). Protemp sem glaze (A), Protemp com glaze (B), Charisma sem glaze (C), Charisma com glaze (D), RAAQ sem glaze (E), RAAQ com glaze (F), RAAT sem glaze (G), RAAT com glaze (H), Structur sem glaze (I), Structur com glaze (J).

## 7. Discussão

A hipótese nula testada não foi aceita, visto que, o glaze fotopolimerizável aplicado sobre a superfície das amostras, o envelhecimento das mesmas (processo de termociclagem) e a imersão em solução corante de café, influenciaram as propriedades físicas e mecânicas dos materiais analisados.

No presente estudo, pode-se verificar que todos os materiais testados apresentaram alteração de cor ( $\Delta E > 0$ ; Tabela 4), sendo os valores encontrados clinicamente inaceitáveis ( $\Delta E > 3,3$ ).<sup>17</sup> Essa alteração pode ser causada por fatores intrínsecos e extrínsecos. Os fatores intrínsecos envolvem a própria descoloração do material, com alteração da sua matriz, já os fatores extrínsecos estão relacionados com mudanças térmicas, umidade, absorção e adsorção de pigmentos.<sup>14</sup>

As amostras confeccionadas com resina RAAQ apresentaram os maiores valores de alteração de cor, sendo estatisticamente significativo em relação às resinas Charisma e Structur (Tabela 4). Isso pode ter ocorrido devido à presença do monômero iniciador, peróxido de benzoíla, e do agente ativador, dimetil-p-toluidina, presentes, respectivamente, no polímero e no monômero das resinas. Esses compostos acabam promovendo, após a polimerização, amarelamento na superfície da resina RAAQ, podendo ao longo do tempo, levar a uma maior alteração de cor.<sup>35</sup>

As resinas compostas (Bis-GMA e Bis-ACRIL) possuem uma composição química heterogênea,<sup>42</sup> visto que, são constituídas por matriz orgânica, inorgânica e um agente de união. A quantidade de partículas de carga influencia o processo de absorção de água, o qual está relacionado com a alteração cromática dos polímeros,<sup>36</sup> o que pode ter contribuído para os baixos valores de alteração de cor das resinas Charisma e Structur (tabela 4). Além disso, de acordo com o fabricante, a resina Charisma é composta por partículas de vidro de bário que apresentam tamanho médio de 0,7  $\mu\text{m}$  e tamanho máximo inferior a 2  $\mu\text{m}$ , formando uma estrutura compacta e amorfa que confere à esse material excelentes propriedades ópticas.

No entanto, apesar de não ter sido verificada diferença estatisticamente significativa, a resina Protemp apresentou valores de alteração de cor, numericamente maiores do que as resinas Charisma e Structur (Tabela 4), fato interessante, visto que as resinas Structur e Protemp, são resinas bisacrílicas e deveriam apresentar comportamentos semelhantes. No entanto, alguns autores relatam que a quantidade de partícula de carga, para as resinas

bisacrílicas, pode variar de acordo com cada fabricante,<sup>43</sup> podendo isso influenciar nas propriedades mecânicas do material como mencionado anteriormente.

A alteração cromática da resina RAAQ mostrou-se numericamente maior do que os valores da resina RAAT (Tabela 4). Isso ocorreu visto que, as resinas autopolimerizáveis apresentam alta quantidade de reagentes adicionais, como o peróxido de benzoíla,<sup>16</sup> o qual se mantém após a polimerização da resina, podendo alterar a cor destes materiais. Deve-se considerar também que as resinas autopolimerizáveis apresentam baixas taxas de conversão durante a polimerização, obtendo como produto final grande quantidade de monômero residual, que poderia interagir com os pigmentos presentes no polímero, deteriorando ainda mais a cor, o que está de acordo com o estudo de Bonatti et al.<sup>15</sup> o qual diz que o grau de conversão e a presença de monômero residual são fatores que podem contribuir para que haja alteração cromática. Vale ressaltar que mudanças na composição química das resinas acrílicas, na distribuição e tamanho das partículas, eficiência do sistema iniciador, e grau de polaridade dos monômeros, influenciam na polimerização, sorção de água e assim, na estabilidade cromática.<sup>20</sup>

Quando as amostras foram submetidas à termociclagem, houve maior alteração de cor (Tabela 5), isso pode ser explicado pelo fato de que mesmo posteriormente ao ciclo de polimerização do material, as resinas continuam a polimerizar, e somente após 14 dias ocorre a polimerização final completa do material.<sup>8,32</sup> Portanto quando foram realizadas as leituras após a termociclagem, o material já estava polimerizado por completo. Quando imerso na solução de café, as moléculas do corante não conseguiram penetrar entre a matriz resinosa do material,<sup>36</sup> pois o mesmo já se apresentava quimicamente estável e conseqüentemente ocorreu a diminuição nos valores de  $\Delta E$ .

O uso do glaze fotopolimerizável diminuiu os valores de alteração de cor (Tabela 6). Segundo Rutkunas et al.<sup>36</sup> o tratamento com glaze possui a finalidade de aumentar a resistência à coloração. Acreditamos que esse fato pode ter ocorrido devido à formação de uma camada superficial produzida pelo glaze, a qual protegeu os pigmentos corantes da resina, sendo que nas amostras sem glaze os pigmentos ficaram expostos causando aumento nos valores de  $\Delta E$ .

Ainda pode-se observar que os grupos que foram submetidos ao glaze apresentaram os menores valores de cor, com exceção da resina RAAQ (Tabela 7), a qual mostrou diferença estatisticamente significativa entre seus valores sem e com glaze. Acredita-se que isso ocorreu pois o glaze pode ter interagido com seus monômeros residuais, levando a sua degradação e conseqüente alteração de cor da resina. Com relação às resinas compostas (Bis-GMA e Bis-ACRIL) não verificou-se uma diminuição dos valores de alteração de cor entre os tratamentos com e sem glaze (Tabela 7).

Em relação ao ensaio de microdureza pode-se observar que, a resina composta Charisma apresentou os maiores valores com diferença estatística significativa das demais resinas (Tabela 9). Isso pode ter ocorrido devido as diferentes composições químicas de cada material. Como já foi mencionado anteriormente, a resina Charisma é composta por um maior número de partículas inorgânicas quando comparada com as demais resinas avaliadas, o que aumenta a sua microdureza.<sup>39</sup> Além disso, alguns estudos sugerem que, materiais fotopolimerizáveis apresentam maior grau de conversão polimérica do que os autopolimerizáveis, o que pode refletir diretamente nas propriedades físicas do material, como por exemplo, a microdureza.<sup>38,44</sup>

As resinas bisacrílicas Protemp e Structur apresentaram diferença estatística significativa entre os valores de microdureza (Tabela 9), podendo este fato estar relacionado com as diferentes composições químicas entre elas, principalmente em relação à quantidade de partículas inorgânicas; ou mesmo pela quantidade de monômeros bifuncionais capazes de realizar um maior número de ligações cruzadas.<sup>43</sup>

Os valores de microdureza das resinas RAAT e RAAQ não foram diferentes estatisticamente, porém numericamente pode-se verificar que a resina RAAQ apresentou menores valores (Tabelas 9). Isso pode ter ocorrido devido à presença de monômero residual presente em maior quantidade na resina RAAQ. Esse monômero possui ação plastificante, aumentando a sorção de água e conseqüentemente a solubilidade da resina, o que reduz os valores de microdureza.<sup>23</sup>

A resina Protemp apresentou os menores valores de microdureza, estatisticamente diferentes quando comparados com os valores das demais resinas (Tabela 9). Esse fato foi interessante, pois era esperado resultados similares à resina Structur. Além do fato dos materiais apresentarem diferentes composições químicas este resultado pode ser explicado devido às resinas bisacrílicas serem mais frágeis por apresentarem alto grau de reticulação, refletindo diretamente em menores valores de microdureza.<sup>32</sup>

O processo de termociclagem aumentou estatisticamente os valores de microdureza das amostras (Tabela 10), para os grupos sem glaze (Tabela 13). Alguns autores sugerem que, a temperatura de 55°C da água durante o processo de termociclagem estimulou a polimerização adicional do material, aumentando seus valores de microdureza.<sup>33</sup> Os valores de microdureza das amostras com glaze após termociclagem foram menores, o que pode ser resultado da degradação da superfície do glaze.

A imersão das amostras em solução de café diminuiu os valores de microdureza (Tabelas 10 e 13). Isso pode ser atribuído ao grau de absorção de água e hidroflicidade da matriz resinosa de cada material avaliado, o que pode levar a degradação hidrolítica entre as

partículas e a matriz orgânica, acarretando em alterações nas propriedades físicas dos materiais.<sup>34</sup> Essa hidrólise parece ter provocado também o desprendimento da camada do glaze, o qual pode apresentar um benefício temporário.<sup>36</sup> As imagens de AFM (Figuras 2B, 2D, 2F, 2H, 2J) e MEV (Figuras 4B, 4D, 4F, 4H, 4J e 5B, 5D, 5F, 5H, 5J), ilustram bem esse fato, no qual pode ser observado leve degradação e porosidades na superfície das amostras.

Com exceção das amostras confeccionadas com a resina composta Charisma, o tratamento de superfície com glaze fotopolimerizável aumentou os valores de microdureza de todas as amostras (Tabelas 11 à 13). Sabe-se que o glaze aplicado sobre a superfície de polímeros pode ser capaz de diminuir a lixiviação do monômero residual ou mesmo impedir a absorção de água,<sup>23</sup> o que pode ter interferido nos valores de microdureza. Além disso, acredita-se que a camada superficial do glaze fotopolimerizável apresenta um valor de microdureza maior em relação aos valores das resinas RAAT, RAAQ, Protemp e Structur; e como a ponta medidora (Knoop) do microdurômetro lê somente a superfície das amostras, é provável que a leitura seja realizada somente sob a superfície do glaze e não das resinas. Isso também ocorreu nas amostras de resina Charisma, no entanto, os valores de microdureza diminuíram com a aplicação do glaze, evidenciando que a resina Charisma apresenta valor de microdureza maior do que a camada do glaze sob a qual foi realizada a leitura.

Contudo, para alcançar uma condição estética favorável e maior longevidade da restauração, é necessário que o material possua uma superfície lisa e polida.<sup>45</sup> Desse modo, este estudo também avaliou o parâmetro de rugosidade  $R_t$ . O valor de  $R_t$ , representa a soma da altura máxima dos picos e a profundidade máxima dos vales, informando sobre a máxima deterioração do material, e também fornece informações adicionais ao parâmetro de  $R_a$ , que descarta vales e picos.

Diante disso, pode-se verificar que as amostras de resina RAAQ apresentaram os maiores valores de rugosidade superficial (Tabela 15). Ao comparar a rugosidade das resinas RAAQ e RAAT, acredita-se que pode ter ocorrido maior liberação de monômero residual para a resina RAAQ, com volatilização dos metacrilatos das resinas acrílicas ao serem submetidas a altas temperaturas no processo de polimerização, o que pode levar ao aumento da porosidade superficial e conseqüentemente da rugosidade.<sup>46,47</sup> Acredita-se também que o processo de polimerização da resina RAAT por energia de micro-ondas realizado nesse trabalho, promova maior homogeneidade dos componentes, o que acarreta em menor volatilização dos metacrilatos, contribuindo assim, para uma superfície menos porosa e rugosa.<sup>48</sup>

A resina Charisma apresentou os menores valores de rugosidade superficial, sendo diferente estatisticamente da resina RAAQ. Sabe-se que a composição da matriz, as partículas

de carga e sua morfologia atuam de modo importante em relação à rugosidade superficial das resinas compostas.<sup>49</sup> A resina composta Charisma é classificada como micro-híbrida, apresentando alta quantidade de partículas inorgânicas, com pequeno tamanho (0,4 µm),<sup>50</sup> o que pode ter contribuído para a sua maior lisura superficial. No entanto, tais resultados, não estão de acordo com o estudo de Sen et al.,<sup>51</sup> o qual afirma que a resina composta apresenta uma matriz mais heterogênea em relação à resina acrílica, o que dificulta sua lisura superficial.

A rugosidade superficial das resinas bisacrílicas, Protemp e Sruclur, foi menor, estatística e numericamente, respectivamente, em relação à resina RAAQ (Tabela 15), e isso pode estar diretamente relacionado com o método no qual foram confeccionadas. Sabe-se que as resinas bisacrílicas estão cada vez mais ganhando popularidade, em parte por causa do modo no qual é apresentada comercialmente, pelo sistema de cartuchos. Esse método é conveniente principalmente pelo fato de permitir uma mistura consistente e precisa entre base e catalisador, realizada por meio de um dispensador, o que diminui o aprisionamento de ar, e consequentemente a porosidade<sup>52</sup> e rugosidade superficial.

Os valores de rugosidade também aumentaram após a termociclagem e diminuíram após a imersão em solução de café (Tabelas 16 e 19), exceto para Charisma sem glaze e RAAT sem glaze (Tabela 19).

Durante o ensaio de termociclagem as variações térmicas podem ter causado microfissuras na matriz polimérica, com desprendimento das partículas de carga<sup>48,49</sup> resultando em maiores valores de rugosidade.<sup>53-55</sup> No entanto, podemos observar que essa lixiviação pode ter sido menor para as amostras tratadas com glaze submetidas ao ensaio de termociclagem (Tabela 19). Verifica-se esse fato ao se comparar as imagens de MFA (Figuras 2A, 2B, 2C, 2D, 2E, 2F, 2G, 2H, 2I, 2J) e MEV (3A, 4A, 5A; 3B, 4B, 5B; 3C, 4C, 5C; 3D, 4D, 5D; 3E, 4E, 5E; 3F, 4F, 5F; 3G, 4G, 5G; 3H, 4H, 5H; 3I, 4I, 5I; 3J, 4J, 5J) nos períodos inicial, após termociclagem e após imersão em café. De acordo com Rutkunas et al.,<sup>36</sup> ao revestir toda superfície do material, o glaze promove uma superfície lisa, com menor porosidade e rugosidade, o que é de grande importância clínica, pois quando a superfície se apresenta rugosa, pode servir como abrigo e reservatório para microorganismos,<sup>56</sup> fato este que também explica os resultados encontrados nas tabelas 17 e 18.

Após a imersão em solução corante de café, ocorreu diminuição nos valores de rugosidade superficial, principalmente para as amostras tratadas com glaze, com exceção das amostras de Charisma sem glaze e RAAT sem glaze (Tabelas 16 e 19). Nesse caso, os componentes presentes na solução de café podem ter sido depositados nas irregularidades da superfície das amostras, camuflando os valores reais de rugosidade. Em relação às amostras

tratadas com glaze, acredita-se que a rugosidade foi ainda menor após imersão em solução corante de café, devido à degradação da camada de glaze que ocorreu durante o processo de termociclagem, de modo que, durante o processo de imersão, as amostras possivelmente já não estavam mais recobertas com o glaze, assim as leituras após esse processo foram realizadas sob a superfície da amostra que havia sido polida. Essa suposição está de acordo com estudo de Rutkunas et al.,<sup>36</sup> o qual afirma que a aplicação de glaze na superfície de materiais restauradores, proporciona benefícios temporários, visto que, o glaze irá se perder com o tempo, por meio de poros superficiais que atuam como cavidades de retenção. Esse fato pode ser observado nas imagens de MFA (Figuras 2B, 2D, 2F, 2H, 2J) e MEV (Figuras 5B, 5D, 5F, 5H, 5J).

Com relação à energia de superfície dos materiais utilizados, a resina Protemp foi a que apresentou os maiores valores (Tabela 21). Sabe-se que quanto maior a energia de superfície do material, menor é o ângulo de contato dessa superfície com a água, tornando o material mais hidrofílico, com potencial maior de absorver água.<sup>57</sup> A incorporação excessiva de água na matriz polimérica pode afetar de modo significativo a estrutura e a função das resinas ao longo do tempo, por meio do comprometimento das suas propriedades físico-químicas.<sup>58-60</sup> No nosso estudo, pode-se observar que a resina Protemp apresentou alteração nos valores de estabilidade de cor e microdureza, principalmente após os períodos de termociclagem e imersão, o que sugere que a alta hidrofiliabilidade desse material possa ter influenciado de modo negativo em suas propriedades físicas. Esse fato pode ser verificado nas imagens da resina Protemp de MFA (Figuras 2A e 2B) e nas imagens de MEV (Figuras 4A, 4B, 5A e 5B).

Os períodos de termociclagem e imersão em solução de café aumentaram os valores de energia de superfície (Tabelas 22 à 24). Isso pode estar relacionado ao fato de todos os materiais avaliados no nosso estudo serem polímeros que apresentam diferentes graus de hidrofiliabilidade, mas que absorvem água em meio aquoso.<sup>57</sup>

À princípio esperávamos que o glaze fotopolimerizável teria por função blindar completamente o efeito das moléculas de água sobre a superfície das amostras, diminuindo a força de coesão entre as moléculas de água e a superfície das amostras, interrompendo o processo de absorção de água e, conseqüentemente, reduzindo os valores de energia de superfície.<sup>57</sup> No entanto, isso não ocorreu, pois as amostras tratadas com glaze apresentaram maiores valores de energia de superfície (Tabela 25 e 26), tanto para o período inicial como, para os períodos após termociclagem e imersão em café (Tabela 24). Os achados do nosso estudo estão de acordo os de Davidi et al.,<sup>61</sup> o qual afirma que o glaze não influencia na

hidrofobicidade do material, mas atua prevenindo a adsorção de proteínas salivares,<sup>60</sup> por promover diminuição da rugosidade superficial.<sup>36</sup>

No presente estudo o glaze fotopolimerizável provavelmente não alterou a composição química das resinas analisadas, visto que o mesmo também é um polímero composto por C e H. No período inicial, verificou-se nas amostras que receberam polimento mecânico, além do C e H, a presença do elemento químico Pd, o qual provavelmente surgiu como resultado do polimento das lixas metalográficas, e que foi removido durante o processo de termociclagem.

Uma das limitações do presente estudo foi ter realizado o processo de imersão das amostras de forma estática, visto que na cavidade oral isto acontece de forma dinâmica, e sem considerar alguns aspectos como a presença de enzimas salivares e mucinas, as quais fazem parte de um dos principais mecanismos causadores da degradação das resinas odontológicas.<sup>58</sup>

Fica evidente a necessidade de estudos futuros para avaliar outros tratamentos de superfície que otimizem as propriedades dessas resinas, analisando a durabilidade, estabilidade química, resistência em condições adversas como, por exemplo, processos de higienização com métodos mecânicos associados ou não a agentes químicos (ex., a escovação com pastas de dente e colutórios bucais ou pastilhas efervescentes).

## *8. Conclusão*

Diante dos resultados obtidos e considerando as limitações do estudo, pode-se concluir que o polimento com glaze fotopolimerizável pode ser uma alternativa eficaz para alguns materiais utilizados na confecção de próteses provisórias, porém o efeito do mesmo é temporário, podendo ser degradado dependendo das condições nas quais é exposto.

## 9. Referências

1. Marra, J. et al. Evaluation of the bond strength of denture base resins to acrylic resin teeth: effect of thermocycling. **J Prosthodont**, v. 18, n. 5, p. 438-43, Jul 2009.
2. Guler, A.U. et al. Effects of different drinks on stainability of resin composite provisional restorative materials. **J Prosthet Dent**, v. 94, n. 2, p. 118-24, Aug 2005.
3. Bayindir, F.; Kürklü, D.; Yanikoğlu, N.D. The effect of staining solutions on the color stability of provisional prosthodontics materials. **J Dent**, v. 40, n. 2, p. 41-6, Jul 2012.
4. Goiato, M.C. et al. Colour change of soft denture liners after storage in coffee and coke. **Gerodontology**, v. 2, n. 28, p. 140-5, Jun 2011.
5. Givens, E.J. J.R. et al. Marginal adaptation and color stability of four provisional materials. **J Prosthodont**, v. 2, n. 17, p. 97-101, Feb 2008.
6. Fernandes, A.U.; Goiato, M.C.; dos Santos, D.M. Effect of weathering and thickness on the opacity of acrylic resin and ocular button for artificial eyes. **J Craniofac Surg**, v. 1, n. 21, p. 64-7, Jan 2010.
7. Goiato, M.C. et al. Influence of investment, disinfection, and storage on the microhardness of ocular resins. **J Prosthodont**, v. 18, n. 1, p. 32-5, Jan 2009.
8. Rahim, T.N. et al. Water sorption characteristics of restorative dental composites immersed in acidic drinks. **Dent Mater**, v. 28, n. 6, p. 63-70, Jun 2012.
9. Tjan, A.H.; Chan, C.A. The polishability of posterior composites. **J Prosthet Dent**, v. 61, n. 2, p. 138-146, Feb 1989.

10. **Council On Dental Materials, Instruments and Equipament.** Dental terminology: ANSI/ADA Specification n° 33. Chicago: American Dental Association, 1984.
11. Ferracane, J.L. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. **Dent Mater**, v.3, n. 22, p. 211-222, Mar 2006.
12. Migliau, G. et al. Endo-restorative treatment of a severely discolored upper incisor: resolution of the "aesthetic" problem through Componeer veneering System. **Ann Stomatol (Roma)**, v. 6, n. 3-4, p. 113-8, Jul-Dec 2015.
13. Turgut, S.; Bagis, B. Colour stability of laminate veneers: an in vitro study. **J Dent**, v. 39, n. 3, p. 57-64, Dec 2011.
14. Abu-Bakr, N. et al. Color stability of compomer after immersion in various media. **J Esthet Dent**, v. 12, n. 5, p. 258-263, Sep 2000.
15. Bonatti, M.R. et al. The effect of polymerization cycles on color stability of microwave-processed denture base resin. **J Prosthodont**, v. 18, n. 5, p. 432-7, Jul 2009.
16. Rosentritt, M. et al. In vivo color stability of resin composite veneers and acrylic resin teeth in removable partial dentures. **Quintessence Int**, v. 29, n. 8, p. 517-522, Aug 1998.
17. McCabe, J.F. **Applied dental materials.** 7. ed. Oxford: Blackwell Scientific Publications, 1990. 78-86 p.
18. Schulze, K.A. et al. Color stability and hardness in dental composites after accelerated aging. **Dent Mater**, v. 19, n. 7, p. 612-9, Nov 2003.
19. Asmussen, E. Factors affecting the color stability of restorative resins. **Acta Odontol Scand**, v. 41, n. 1, p. 11-8, Sep 1983.
20. Haselton, D.R.; Diaz-Arnold, A.M.; Dawson, D.V. Color stability of provisional crown and fixed partial denture resins. **J Prosthet Dent**, v. 93, n. 1, p. 70-5, Jan 2005.

21. May, K.B. et al. Denture base resins: comparison study of color stability. **J Prosthet Dent**, v. 68, n. 1, p. 78-82, Jul 1992.
22. Lin, C.T. et al. Degradation of repaired denture base materials in simulated oral fluid. **J Oral Rehabil**, v. 27, n. 3, p. 190-8, Mar 2000.
23. Thompson, G.A.; Luo, Q. Contribution of postpolymerization conditioning and storage environments to the mechanical properties of three interim restorative materials. **J Prosthet Dent**, v. 112, n. 3, p.638-48, Sep 2014.
24. Monteiro, D.R. et al. Silver distribution and release from an antimicrobial denture base resin containing silver colloidal nanoparticles. **J Prosthodont**, v. 21, n. 1, p. 7-15, Feb 2012.
25. Catelan, A. et al. Color stability of sealed composite resin restorative materials after ultraviolet artificial aging and immersion instaining solutions. **J Prosthet Dent**, v. 105, n. 4, p. 236-41, Apr 2011.
26. De Oliveira, J.C. et al. Effect of storage in water and thermocycling on hardness and roughness of resin materials for temporary restorations. **Mat. Res**, v. 12, n. 3, p. 355-9, Sep 2010.
27. Moreno, A. et al. Effect of different disinfectants on the microhardness and roughness of acrylic resins for ocular prosthesis. **Gerodontology**, v. 30, n. 1, p. 32-9, Mar 2013.
28. Goiato, M.C. et al. Effect of disinfection and storage on the flexural strength of ocular prosthetic acrylic resins. **Gerodontology**, v. 29, n. 2, p. 838-44, Jun 2012.
29. Fernandes, A. U.; Goiato, M.C.; dos Santos D.M. Effect of weathering and thickness on the superficial microhardness of acrylic resin and ocular button. **Cont Lens Anterior Eye**, v. 32, n. 6, p. 283-7, Dec 2009.

30. Colucci, V. et al. Influence of NaHCO<sub>3</sub> powder on translucency of microfilled composite resin immersed in different mouthrinses. **J Esthet Restor Dent**, v. 21, n. 2009; p. 242-8, Aug 2009.
31. Reis, A.; Loguercio, A.D. **Materiais Dentários Restauradores Diretos: dos Fundamentos à Aplicação Clínica**. São Paulo: Editora Santos, 2007.
32. Kerby, R.E. et al. Mechanical properties of urethane and bis-acryl interim resin materials. **J Prosthet Dent**, v. 110, n. 1, p. 21-8, jul 2010.
33. Souza, R.O. et al. Conversion degree of indirect resin composites and effect of thermocycling on their physical properties. **J Prosthodont**, v. 19, n. 3, p. 218-25, Apr 2010.
34. Söderholm, K.J. et al. Hydrolytic degradation of dental composites. **J Dent Res**, v. 63, n. 10, p. 1248-54, Oct 1984.
35. Hoshiai, K.; Tanaka, Y.; Hiranuma, K. Comparison of a new autocuring temporary acrylic resin with existing products. **J Prosthet Dent**, v. 79, n. 3, p. 273-7, Mar 1998.
36. Rutkunas, V.; Sabaliauskas, V.; Mizutani, H. Effects of different food colorants and polishing techniques on color stability of provisional prosthetic materials. **Dent Mater J**, v. 29, n. 2, p. 167-76, Mar 2010.
37. Purnaveja, S. et al. Colour stability of two self curing denture base materials. **Biomaterials**, v. 3, n. 4, p. 249-50, Oct 1982.
38. Alves, P.V. et al. Surface roughness of acrylic resins after diferente curing and polishing techniques. **Angle Orthod**, v. 77, n. 3, p. 528-3, May 2007.

39. Johnson, W.W.; Dhuru, V.B.; Brantley, W.A. Composite microfiller content and its effect on fracture toughness and diametral tensile strength. **Dent Mater**, v. 9, n. 2, p. 95-8, Mar 1993.
40. Valverde, G.B. et al. Surface characterization and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. **J Dent**, v. 41, n.1, p. 51-59, Jan 2013.
41. Hoshiai, K.; Tanaka, Y.; Hiranuma, K. Comparison of a new autocuring temporary acrylic resin with existing products. **J Prosthet Dent**, v. 79, n. 3, p. 273-7, Mar 1998.
42. Turgut, S. et al. Discoloration of provisional restorations after oral rinses. **Int J Med Sci**, v. 10, n. 11, p. 1503-9, Aug 2013.
43. Haselton, D.R.; Diaz-Arnold, A.M.; Vargas, M.A. Flexural strength of provisional crown and fixed partial denture resins. **J Prosthet Dent**, v. 87, n. 2, p. 225-8, Feb 2002.
44. Rueggeberg, F.A.; Margeson, D.H. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. **J Dent Res**, v.69, n. 10, p. 1652-8, Oct 1990.
45. Bagis, B. et al. Effects of protective resin coating on the surface roughness and color stability of resin-based restorative materials. **ScientificWorldJournal**, v. 2014, n. 832947, p. 7, Aug 2014.
46. Anusavice, K.J. Acrylic Resins. **Phillp's Science of Dental Materials**. 10. ed.W.B. Saunders Company,1996. 140-60.
47. May, K.B. et al. Color stability: denture base resins processed with the microwave method. **J Prosthet Dent**, v. 76, n. 6, p. 581-9, Dec 1996.
48. Lai, C.P. et al. Morfology and properties of denture acrylic resins cured by microwave energy and conventional water bath. **Dent Mater**, v. 20, n. 2, p.133-41, Feb 2004.

49. Tuncer, D.; Karaman, E.; Firat, E. Does the temperature of beverages affect the surface roughness, hardness, and color stability of a composite resin? **Eur J Dent**, v. 7, n. 2, p. 165-71, Apr 2013.
50. Christensen, G.J. Sorting out the confusing array of resin-based composites in dentistry. **J Am Dent Assoc.** v. 130, n. 2, p. 275-7, Feb 1999.
51. Sen, D.; Göller, G.; Issever, H. The effect of two polishing pastes on the surface roughness of bis-acryl composite and methacrylate-based resins. **J Prosthet Dent**, v. 88, n. 5, p. 527-32, Nov 2002.
52. Gupta, G.; Gupta, T. Evaluation of the effect of various beverages and food material on the color stability of provisional materials - An in vitro study. **J Conserv Dent**, v. 14, n. 3, p. 287-92, Jul 2011.
53. Dos Santos, P.H. et al. Effect of thermocycling on roughness of nanofill, microfill and microhybrid composites. **Acta Odontol Scand**, v. 73, n. 3, p. 176-81, Apr 2015.
54. Stawarczyk, B. et al. The impact of in vitro aging on the mechanical and optical properties of indirect veneering composite resins. **J Prosthet Dent**, v. 106, n. 6, p. 386-98, Dec 2011.
55. Barghi, N.; Alexander, C. A new surface sealant for polishing composite resin restorations. **Compend Contin Educ Dent**, v. 24, n. 8, p. 30-3, Aug 2003.
56. Aykent, F. et al. Effect of different finishing techniques for restorative materials on surface roughness and bacterial adhesion. **J Prosthet Dent**, v. 103, n. 4, p. 221-7, Apr 2010.
57. Craig, R.G.; Powers, J.M. **Materiais Dentários Restauradores**. 11. ed. São Paulo: Livraria Santos Editora Ltda, 2004. 25-28 p.

58. Bettencourt, A.F. et al. Biodegradation of acrylic based resins: A review. **Dent Mater**, v. 26, n. 5, p. 171-80, May 2010.
59. Cilli, R.; Pereira, J.C.; Prakki, A. Properties of dental resins submitted to pH catalysed hydrolysis. **J Dent**, v. 40, n. 12, p. 1144-50, Dec 2012.
60. de Paula, A.B. et al. Influence of chemical degradation on the surface properties of nano restorative materials. **Oper Dent**, v. 39, n. 3, p. 109-17, May-Jun 2014.
61. Davidi, M.P. et al. Effect of liquid-polish coating on in vitro biofilm accumulation on provisional restorations: Part 2. **Quintessence Int**, v. 39, n. 1, p. 459, Jan 2008.