

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

CINTIA CHUMBINHO PASSOS

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE PARTÍCULAS DE ZIRCÔNIA NAS
PROPRIEDADES DO CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO**

**Rio de Janeiro
2013**

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

CINTIA CHUMBINHO PASSOS

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE PARTÍCULAS DE ZIRCÔNIA NAS
PROPRIEDADES DO CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Carlos Nelson Elias – DC-IME.

**Rio de Janeiro
2013**

c2013

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro - RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmear ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

620.11 P289i	Passos, Cintia Chumbinho. Influência da adição de partículas de zircônia nas propriedades do cimento de ionômero de vidro/ Cintia Chumbinho Passos; orientado por Carlos Nelson Elias – Rio de Janeiro: Instituto Militar e Engenharia, 2013.
	59f.: il.
	Dissertação (mestrado) - Instituto Militar de Engenharia. – Rio de Janeiro, 2013.
	1. Ciência dos Materiais. 2. Cimento – ionômero de vidro. 3. Zircônia. 4. Propriedades. I. Elias, Carlos Nelson. II. Título. III. Instituto Militar de Engenharia.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

CINTIA CHUMBINHO PASSOS

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE PARTÍCULAS DE ZIRCÔNIA NAS
PROPRIEDADES DO CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Carlos Nelson Elias – D.C.

Aprovada em 16 de janeiro de 2013 pela seguinte Banca Examinadora:

Prof. Carlos Nelson Elias, D.C. do IME – Presidente

Prof^a. Amal Elzubair Eltom – Ph.D. da COPPE

Prof. João Carlos Miguez Suarez – D. C. do IME

Rio de Janeiro

2013

Primeiramente a Deus, pela força, todas as bênçãos concedidas.

Aos meus familiares, Alvacir e Shirley, pelo apoio
Alex, Alexandre e Yasmin, Leonardo e
Letícia, pelo amor, apoio e compreensão
nos momentos em que tive de me fazer ausente.

Ao meu orientador, Prof. Carlos Nelson Elias, que
soube ponderar com sabedoria o momento do
elogio e da repreensão. Que soube ser companheiro
e presente, por acreditar no meu potencial quando
outros não o fizeram. Meu muito obrigada.

AGRADECIMENTOS

Ao professor Elias, que se fez indispensável à conclusão deste trabalho.

À doutora Tais Munhoz, da DFL, cuja preocupação e apoio para a elaboração do trabalho me farão eternamente grata.

Aos professores Eduardo Moreira e Cristiane Mariote, da UFF, pelo apoio e orientação nos ensaios de rugosidade e escovação simulada.

Aos técnicos Leonardo e Joel, pelo constante esforço em ajudar e pelas orientações que foram de importância indescritível em todos os momentos.

Ao técnico Fábio Henrique e ao secretário Edmilson, ambos do INT, pelo apoio, paciência e orientação no ensaio de distribuição granulométrica.

Ao secretário Hector, pela constante ajuda e pelos bons momentos de descontração proporcionados durante o mestrado.

Às secretárias da SE/4 Heloísa e Sandra, que nunca mediram esforços para disponibilizar todas as formas possíveis de apoio.

Aos meus companheiros de curso Heraldo, Viviane e Ângela, cujas observações, ajuda e companheirismo fizeram com que esta jornada se tornasse mais agradável.

À DFL, pela disposição dos materiais utilizados como matéria prima.

À CAPES, pela bolsa de estudos.

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....	09
LISTA DE TABELA.....	10
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS.....	11
1 INTRODUÇÃO.....	14
1.1 Objetivo.....	14
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	15
2.1 O cimento de ionômero de vidro.....	15
2.2 Composição do pó do Ionômero de Vidro.....	15
2.3 Composição do líquido.....	16
2.4 Reação de cura do material.....	17
2.5 Classificação dos Cimentos Ionômeros de vidro.....	18
2.5.1 Cimento de ionômero de vidro convencional.....	19
2.5.2 Cimento ionômero de vidro reforçado por metal.....	19
2.5.3 Cimento ionômero de vidro modificado por resina.....	21
2.6 Propriedades dos cimentos.....	21
2.6.1 Porosidade.....	21
2.6.2 Resistência ao desgaste.....	21
2.6.3 Cristalinidade.....	22
2.6.4 Tamanho da partícula.....	22
2.6.5 Rugosidade e escovação simulada dos CIVs.....	22
2.7 Zircônia como biomaterial.....	23
2.8 A zircônia e o cimento de ionômero de vidro.....	24
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	26
3.1 Matéria-prima.....	26

3.1.1	Caracterização do tamanho das partículas.....	27
3.2	Materiais compósitos.....	27
3.2.1	Preparo dos compósitos.....	27
3.2.2	Moagem do pó do cimento de ionômero de vidro.....	28
3.2.3	Caracterização das partículas após a moagem.....	29
3.2.4	Preparação dos grupos de compósitos.....	29
3.2.5	Avaliação do tempo de cura dos compósitos.....	30
3.2.5.1	Preparo dos corpos de prova dos compósitos.....	30
3.2.5.2	Tempo de cura.....	31
3.3	Caracterização dos compósitos.....	32
3.3.1	Difração de raios-x.....	32
3.3.2	Microscopia eletrônica de varredura.....	33
3.3.3	Microscopia óptica.....	33
3.3.4	Microdureza Vickers.....	33
3.3.5	Ensaio de compressão.....	34
3.3.6	Avaliação da resistência ao desgaste	34
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	40
4.1	Difração de raios-x.....	40
4.2	Microscopia eletrônica de varredura.....	43
4.3	Microscopia óptica.....	46
4.4	Tempo de cura.....	47
4.5	Distribuição granulométrica.....	48
4.6	Microdureza Vickers.....	49
4.7	Perda de massa e rugosidade.....	51
4.7.1	Perda de massa após a escovação simulada.....	51
4.7.2	Rugosidade após a escovação simulada.....	52
4.8	Resistência à compressão.....	53
5.	CONCLUSÃO.....	55

6.	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS.....	56
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	57

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 1 Ilustração do moinho planetário Restch PM 100.....	29
FIG. 2 Ilustração do equipamento Vicat usado para determinar o tempo de cura do cimento.....	32
FIG. 3 Ilustração do rugosímetro Mitutoyo.....	37
FIG. 4 Ilustração da máquina usada para simular a escovação.....	38
FIG. 5 Espectro de difração obtido do cimento de ionômero de vidro como recebido.....	40
FIG. 6 Análise do espectro do cimento de ionômero de vidro como recebido.....	41
FIG. 7 Difração de raios-X da zircônia nanoparticulada com análise de Rietveld, apontando as porcentagens das fases presentes.....	41
FIG. 8 Difração de raios-X do cimento ionômero de vidro moído com adição de 2% de zircônia (grupo 3).....	42
FIG. 9 Difração de raios-X do cimento ionômero de vidro moído com adição de 4% de zircônia (grupo 4).....	42
FIG. 10 Difração de raios-X do cimento ionômero de vidro moído com adição de 10% de zircônia (grupo 5).....	43
FIG. 11 Ilustração de esquema mostrando os difratômetro dos grupos 3(vermelho),4(azul) e 5(verde) sobrepostos	43
FIG. 12 MEV do cimento de ionômero de vidro como recebido (Grupo 1).....	44
FIG. 13 MEV do cimento de ionômero de vidro moído e com adição de 10% de zircônia (Grupo 5).....	44
FIG. 14 MEV da zircônia Tosoh em um aumento de 1000 vezes.....	45
FIG. 15 MEV da zircônia Tosoh em um aumento de 130.000 vezes.....	45
FIG. 16 Microscopia óptica doS GRUPO 1, 2, 3, 4 e 5 do material estudado.....	46

LISTA DE TABELAS

TAB. 1 Composição química do pó de ionômero de vidro.....	19
TAB. 2 Composição do pó do cimento de ionômero de vidro utilizado.....	26
TAB. 3 Composição da zircônia utilizada.....	27
TAB. 4 Tempo de cura dos grupos estudados.....	47
TAB. 5 Tamanhos das partículas dos pós (micrômetros) dos Grupos estudados e do pó da zircônia nanoparticulada obtidos na distribuição granulométrica.....	48
TAB. 6 Média dos valores de microdureza Vickers.....	49
TAB. 7 Peso dos corpos de prova (grama) antes da escovação simulada.....	50
TAB. 8 Peso dos corpos de prova(grama) após a escovação simulada.....	50
TAB. 9 Média das rugosidades inicial e final dos Grupos estudados.....	51
TAB. 10 Resistência a compressão (MPa) e desvio padrão.....	52

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ANOVA	–	Análise de variância
CIV	–	Cimento Ionômero de Vidro
CP	–	Corpo de prova
ISO	–	International Organization of Standardization
MEV	–	Microscópio eletrônico de Varredura
MPa	–	Megapascal
RPM	–	Rotações por minuto
p	–	nível de significância

RESUMO

O cimento de ionômero de vidro é utilizado em larga escala para a confecção de restaurações em odontologia devido à sua excelente biocompatibilidade e boas propriedades como adesividade à estrutura dental e liberação de flúor. Todavia, o cimento de ionômero de vidro pode apresentar propriedades mecânicas indesejáveis ao ser empregado como material definitivo devido ao seu baixo desempenho quando submetido às tensões criadas pelas forças mastigatórias. A zircônia usada em estruturas das próteses dentárias pode desempenhar um papel de importância para o incremento das propriedades mecânicas do ionômero de vidro. O objetivo deste trabalho é avaliar a influência da adição de partículas de zircônia como reforço da estrutura do cimento de ionômero de vidro. Os resultados mostraram que a moagem do ionômero reduz o tempo de cura do cimento e que a adição da zircônia aumenta o tempo de cura e eleva a resistência a compressão do compósito, sem alterar a resistência ao desgaste e a dureza.

ABSTRACT

The glass ionomer cement is used extensively in dentistry due to its excellent biocompatibility and properties such as adhesion to the tooth structure and fluoride release. However, the glass ionomer cement can have undesirable mechanical properties to be used as a definitive material due to its low performance, when subjected to the stresses of masticatory loading. The zirconia is used in dentistry as reinforcement of structures and can play an important role in improving the mechanical properties of glass ionomer. The objective of this study is to evaluate the influence of zirconia as reinforcement in the structure of the glass ionomer cement.

1. INTRODUÇÃO

O cimento de ionômero de vidro (CIV) foi desenvolvido por WILSON & KENT em 1972 a partir da evolução do cimento de silicato em uma época em que os materiais para restaurações odontológicas disponíveis não preenchiam as necessidades estéticas e apresentavam dificuldade na manipulação. O CIV apresenta boa adesão química ao esmalte e à dentina, libera flúor para o meio oral, possui biocompatibilidade aos tecidos dentais, coeficientes de expansão térmica linear similar a estrutura do dente e baixa condutibilidade térmica. Todas estas vantagens fizeram com que os cimentos ionômeros de vidro se tornassem amplamente utilizados na odontologia. Entretanto, os CIVs apresentam baixa resistência ao desgaste e são susceptíveis à fratura, limitando sua utilização em cavidades submetidas a forças oclusais intensas (MOUNT, 1999).

O desgaste do CIV está relacionado à sua baixa resistência mecânica e à estabilidade química. MITSUHASHI *et al* (2003) relatam que compósitos que possuem partícula de cimentos de pequeno tamanho modificados por resina possuem melhores propriedades físicas e mecânicas.

A principal limitação do cimento de ionômero de vidro é a sua baixa resistência mecânica. Para minimizar este problema alguns procedimentos são propostos, entre eles a adição de partículas de reforço.

1.1.OBJETIVO

O presente trabalho tem como objetivo analisar a influencia da adição de partículas de zircônia no tempo de cura e nas propriedades mecânicas (dureza, desgaste e compressão) do cimento de ionômero de vidro usado na restauração odontológica.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 O CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO

O cimento de ionômero de vidro (CIV) foi desenvolvido por Wilson e Kent em 1972, a partir da evolução do cimento de silicato em uma época em que os materiais para restaurações odontológicas disponíveis não preenchiam as necessidades estéticas e de manipulação (Mount, 1996; Wilson e Kent, 1988).

O termo ionômero pode ser definido como um polímero formado por grupos iônicos e/ou ionizáveis (IUPAC, 2006). O termo ionômero de vidro é usado para designar um grupo genérico de materiais formado pela reação de um pó de vidro de silicato e um ionômero que contém ácidos carboxílicos.

A maioria dos cimentos odontológicos, entre eles o cimento de ionômero de vidro, é comercializada na forma de pó e líquido. A mistura destes dois componentes resulta em materiais de consistência que variam de pastosa a de baixa viscosidade, de acordo com os componentes e percentuais do pó e do líquido do cimento utilizado. Uma vez que ocorre o endurecimento da mistura, o cimento alcança a rigidez necessária à sua aplicação. No caso do cimento ionômero de vidro, a mistura resultante dos componentes apresenta baixa viscosidade e, através de uma reação de reticulação (cura) do tipo ácido-base, o cimento alcança a rigidez.

2.2 COMPOSIÇÃO DO PÓ DO IONÔMERO DE VIDRO

O pó do cimento de ionômero de vidro é formado basicamente por um vidro de fluorossilicato de cálcio contendo fluoretos. A composição básica contém Na_2O , Na_3AlF_6 , AlPO_4 , AlF_3 ou P_2O_5 . Os percentuais dos componentes variam com a marca comercial. Para a obtenção do pó, os componentes no estado bruto são fundidos em temperaturas que variam de 1100 a 1500° C, formando um vidro uniforme (Anusavice,

2005). Após a fusão o vidro é submetido ao resfriamento brusco em água. Este processo, gera um vidro que é submetido a moagem a seco. Após a moagem o pó é peneirado e separado por faixas de granulometria para as diferentes aplicações (Tay & Braden, 1988).

Na prática odontológica, é de extrema importância que um material como o cimento de ionômero de vidro, amplamente utilizado como agente cimentante, forro para cavidades e material de preenchimento, apresente características de opacidade que permita sua observação em exame radiográfico. Para atender esta exigência clínica, foi acrescentado à composição do pó do cimento, agentes químicos que promovem o aumento da radiopacidade do material, dentre tais componentes pode-se citar lantânio, estrôncio, bário ou óxido de zinco (Anusavice, 2005).

2.3 COMPOSIÇÃO DO LÍQUIDO

O líquido adicionado ao ionômero é uma solução formada pela mistura de poliácidos. Para os cimentos comercializados atualmente, o ácido poliacrílico forma um copolímero com os ácidos itacônico, maléico e tricarboxílico, que auxiliam na diminuição da viscosidade e na tendência de geleificação do líquido com altas concentrações de ácido poliacrílico ao longo do tempo. Com o objetivo de melhorar as características de manipulação e aumentar o tempo de trabalho do cimento, foi adicionado ao líquido do ionômero ácido tartárico. Apesar das melhorias conferidas por este último componente, uma desvantagem da sua adição é a redução do tempo de cura do material (Nicholson, 1998).

Há ainda uma formulação do cimento de ionômero de vidro na qual o ácido poliacrílico pode ser congelado, seco e adicionado ao pó do cimento. Neste caso, o preparo do cimento consiste na mistura do pó com água destilada ou solução aquosa de ácido tartárico, gerando uma mistura de baixa viscosidade (McLean, 1985). A vantagem desta formulação se deve ao seu bom escoamento, tornando-a vantajosa para aplicação em cimentações, sem alterar as demais propriedades do cimento.

2.4 REAÇÃO DE RETICULAÇÃO DO MATERIAL

Segundo Anusavice (1998), a mistura do pó e líquido para formar uma pasta, desencadeia uma reação de reticulação em que o ácido ataca as partículas de vidro, fazendo com que haja para um meio aquoso a liberação de íons cálcio, sódio, alumínio e fluoretos. A seguir, ligações cruzadas são formadas entre as cadeias do ácido poliacrílico e os íons cálcio, que são substituídos pelos íons alumínio dentro de 24h. Os íons sódio, assim como os íons fluoreto, não participam desta reação e não estão presentes nas ligações cruzadas. Os íons sódio podem ter duas funções: substituir os íons hidrogênio dos grupos carboxílicos ou ser dispersos uniformemente como íons remanescentes no cimento após a cura. Os fluoretos também ficam dispersos no cimento. A maturação ocorre quando as ligações cruzadas se tornam hidratadas ao longo do tempo, a partir da água usada na mistura. As partículas de vidro que não reagem são revestidas pelo gel de sílica formado quando os cátions são removidos da superfície das partículas. No final do processo, o cimento que sofreu a cura será composto por um aglomerado de partículas não reagidas de pó envolvidas por um gel de sílica em uma matriz de polissais de cálcio e alumínio hidratados.

A mesma reação que ocorre entre o líquido e o pó ocorre entre o líquido e a superfície do dente. Os íons cálcio e fosfato são deslocados da superfície dental pelo ataque ácido. Estes íons reagem com os grupos carboxílicos, promovendo a adesão química à estrutura dentária. A inserção do material na cavidade dental deve ser feita na etapa inicial dessa fase enquanto o cimento apresenta brilho, indicando a presença de grupos carboxílicos livres para reagirem com o dente (Mount, 1996).

A água tem grande importância na etapa inicial da reação de cura do cimento. A hidratação da matriz cria ligações cruzadas e forma um gel estável mais resistente e menos susceptível à umidade. Caso o cimento ainda não curado seja exposto ao meio ambiente sem nenhuma camada de proteção, a superfície do cimento sofre desidratação e forma fendas e trincas. Além disso, se o cimento vier a sofrer qualquer contaminação com água na etapa de inserção na cavidade até sua cura, pode causar a dissolução da matriz. Tendo em vista a importância da água, dois cuidados fundamentais devem ser tomados durante a utilização deste cimento na cavidade oral não pode ocorrer a perda

ou ganho de água. Não deve haver contaminação de saliva ou deve haver a aplicação de camada de proteção da superfície do cimento para evitar sua desidratação. Uma vez que haja perda de água para o meio, o material apresentará trincas e, se houver ganho de água, a superfície se tornará excessivamente opaca, frágil e com estética diferente (Navarro *et al*, 1998).

2.5 CLASSIFICAÇÃO DOS CIMENTOS DE IONÔMERO DE VIDRO

Didaticamente, os cimentos de ionômero de vidro podem ser classificados de duas maneiras. A primeira é baseada na aplicação clínica á qual se destina o cimento e a segunda, se baseia na sua composição química.

De acordo com a aplicação clínica, o cimento de ionômero de vidro pode ser classificado em três tipos (Casalino, 2006):

Tipo I – indicado para cimentação ou fixação de peças rígidas;

Tipo II – indicado para restaurações diretas;

Tipo III – indicado para forramento de cavidades.

Desde sua criação, à formulação inicial proposta para o ionômero foram adicionados outros componentes, com o objetivo de melhorar as propriedades necessárias para determinadas aplicações. Tendo isso em vista, as diversas modificações propostas, foram desenvolvidos ionômeros de vidro diferentes tanto para aplicação quanto à composição química.

Assim, uma diferente classificação se fez necessária, desta vez tendo por base a composição do material. De acordo com a composição, os cimentos de ionômero podem ser classificados em (Corrêa & Ogasawara, 2006; Coimbra, 2006):

- convencional;
- reforçado por metal;
- modificado por resina;

2.5.1 CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO CONVENCIONAL

Os cimentos convencionais são aqueles que resultam da mistura do pó de vidro fluoralumíniossilicato com uma solução aquosa de poliácidos (Anusavice, 2005). Este tipo possui somente ionômero de vidro original, ao qual posteriormente foram acrescentadas substâncias químicas para melhorar suas propriedades.

A composição química básica do pó de um cimento ionômero de vidro convencional comercializado em ampla escala no mercado nacional se encontra na Tabela 1.

TAB. 1 – Composição química básica do pó de ionômero de vidro

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

2.5.2 CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO REFORÇADO POR METAL

São classificados como reforçados por metais os cimentos convencionais que sofreram a adição de partículas de metal. A adição pode ser feita através da adição de partículas de liga ao pó do cimento ou durante a fusão do vidro na fase de processamento do material.

Dentre as modificações com adição de metal que são conhecidas do cimento ionômero de vidro, duas merecem destaque devido à grande repercussão que tiveram: a chamada “mistura milagrosa” e o “cermet”. A primeira surgiu em 1983, com adição de limalhas de amálgama ao ionômero de vidro convencional. Apesar do nome, a mistura não apresentou propriedades adequadas uma vez que a adição de amálgama causou escurecimento das margens da restauração e as propriedades mecânicas não sofreram grande alteração com a adição (Martins, 2005). O cermet, por sua vez, consiste na adição de prata ao cimento convencional, a que modifica a radiopacidade do material (Vieira, 2006).

2.5.3 CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO MODIFICADO POR RESINA

O cimento ionômero modificado por resina resulta da substituição do ácido poliacrílico por monômeros hidrófilos e grupos metacrílicos (Anusavice, 2005). Ao pó, foram adicionados fotoativadores que são ativados pela luz visível. Dessa forma, a cura do material não mais se dá apenas por reação ácido-base, mas também por fotoativação dos monômeros resinosos, caracterizando a cura dual do material.

Os ionômeros modificados por resina são mais resistentes ao ataque de água durante o ajuste da restauração, menos solúveis e têm resistência à compressão e tração diametral maior do que os cimentos de ionômero de vidro convencionais. Os padrões de liberação de fluoreto são semelhantes em ambos os cimentos. A desvantagem deste reforço esta associada a sua citotoxicidade e susceptibilidade à desidratação (Diaz-Arnold *et al*, 1999).

2.6 PROPRIEDADES DOS CIMENTOS

2.6.1 POROSIDADE

Os principais parâmetros que determinam a resistência dos cimentos são porosidade total, a distribuição de tamanho de poros, a presença de defeitos no sistema e a homogeneidade ou heterogeneidade do sistema (Munhoz, 2005). É esperado que a existência de poros induza efeitos negativos nas propriedades mecânicas dos materiais, como resistência à flexão e resistência à compressão. O cimento de ionômero de vidro quando apresenta maior presença de porosidades tem sua resistência à compressão diminuída (Nomoto, 2004).

A presença de cristais afeta diretamente a porosidade dos compósitos. Frações volumétricas de cristais inferiores a 10%, reduzem significativamente a porosidade em relação aos materiais sem adições de cristais. Valores superiores a 10% aumentam a função volumétrica de poros em matrizes compósitas, já foi relatada a ocorrência de porosidade crescente da matriz com o aumento da adição de cristais (Dias *et al*, 2000).

2.6.2 RESISTÊNCIA AO DESGASTE

A resistência ao desgaste dos vidros cerâmicos pode ser alterada com a fração volumétrica de cristal adicionada à matriz. As propriedades de perda volumétrica do

material varia com o percentual de cristal adicionado, bem como com o tipo deste cristal. Quando a estes materiais é adicionada zircônia, uma contribuição positiva em relação a resistência ao desgaste é observada em adições superiores a 5% de zircônia. A perda volumétrica de material diminui com aumento da concentração de zircônia até 10%, onde se estabiliza (Dias *et al*, 2000). Assim sendo, pode-se esperar que em matrizes compósitas que apresentem vidros, tais como os vidros cerâmicos e cimentos de ionômero de vidro com adição de zircônia como reforço, ocorra aumento da resistência ao desgaste em concentrações acima de 5%.

2.6.3 CRISTALINIDADE

Já foi relatada na literatura a presença de cristalinidade em cimentos de ionômero de vidro disponíveis no mercado (Hurrell-Gillingham *et al*, 2003; Corrêa E Ogasawara, 2006). Entretanto, não há relatos de possíveis correlações entre esta presença e sua influência nas propriedades dos cimentos ionômeros de vidro. Este comportamento pode ser associado ao fato que as cristalinidades encontradas apresentam grande variação entre as marcas comerciais disponíveis, impossibilitando que se estabeleça uma correlação confiável (Corrêa e Ogasawara, 2006).

2.6.4 TAMANHO DA PARTÍCULA

A diminuição do tamanho de partícula possui dois principais efeitos nos cimentos de ionômero de vidro: modifica sua tenacidade à fratura, bem como o seu tempo de cura. A adição de 20 a 30% de partículas de menor tamanho ao cimento de ionômero de vidro já é suficiente para que o cimento apresente uma diminuição significativa nos tempos de trabalho e de cura do material (Prentice *et al*, 2005).

Por outro lado, à medida que o tamanho de partícula do pó se torna menor, pode-se observar uma gradativa diminuição da tenacidade à fratura do material (Mitsuhashi *et al*, 2003).

A dureza é modificada com a variação do tamanho de partícula dos pós do material. Cimentos de ionômero de vidro com adição de partículas resinosas nanométricas apresentam valores de microdureza comparáveis às resinas compostas e superiores aos cimentos de ionômero de vidro convencionais (Palma-Dibb *et al*, 2006). Entretanto, para que a dureza seja aumentada com a diminuição do tamanho de partícula, o material deve apresentar baixa porosidade (Xie *et al*, 2000).

Há ainda uma correlação entre tamanho de partícula com a resistência à compressão. Esta influência é mais acentuada com adição de partículas de vidro com menores dimensões (Xie *et al*, 2000).

Na literatura disponível que analisa o efeito do tamanho das partículas do CIV existem informações contraditórias e sobre alguns parâmetros. Existem dados que mostram a influência da redução do tamanho das partículas adicionadas aos monômeros resinosos. No entanto, não há informação sobre a variação do tamanho das partículas com o método de moagem.

2.6.5 RUGOSIDADE E ESCOVAÇÃO SIMULADA DOS CIVs

O conjunto das irregularidades microgeométricas que resultam em uma superfície decorrente da interação com processos de desgaste é definido como rugosidade superficial. Estas rugosidades são formadas por numerosos sulcos e ranhuras variáveis em forma, direção e profundidade (Novaski, 1994). O critério utilizado para prever e avaliar a deterioração das restaurações de diferentes materiais é a rugosidade de superfície (Momesso *et al*, 2010).

Uma das principais causas da perda de material utilizado para restauração de elementos dentários é a escovação (Frazier *et al*, 1998). O teste de escovação *in vitro* apresenta efetividade na obtenção de dados comparativos de confiança para avaliar a resistência dos materiais restauradores ao desgaste sob condições específicas determinadas pela norma ISO 4287/2002 (Especificações geométricas do produto (GPS) - Rugosidade: Método do perfil - Termos, definições e parâmetros da rugosidade) (Rios *et al*, 2002).

2.7 ZIRCÔNIA COMO BIOMATERIAL

A zircônia é um cerâmico que apresenta três formas cristalinas: tetragonal, monoclínica e cúbica, dependendo da adição de componentes estabilizantes. A adição de cálcio (CaO), magnésio (MgO), ítria (Y₂O₃) ou céria (CeO₂) permite obter a fase tetragonal metaestável a temperatura ambiente (Sadan *et al*, 2005).

Garvie *et al* (1975), com base no mecanismo de transformação de fase explicou o endurecimento da zircônia e aumento da resistência à propagação de trincas. Desde então, a zircônia tem sido utilizada em diversas aplicações no ramo da engenharia, sendo mais recentemente, aplicada como biomaterial. Uma das maiores aplicações da zircônia na odontologia é em restaurações dentárias protéticas. Nestas aplicações a zircônia é adequada porque apresenta resistência mecânica elevada, propriedades estéticas superiores a outros biomateriais e biocompatibilidade (Kaway *et al*, 2011).

O excelente desempenho da zircônia se deve à transformação da fase tetragonal em monoclínica. Durante a transformação martensítica da zircônia, há aumento de volume de 3 a 5%. Esta transformação pode ser induzida por fatores termomecânicos. O aumento de volume dificulta a propagação de trincas, pois são geradas tensões compressivas, que podem ocorrer tanto na superfície do material como na ponta de uma trinca. Assim sendo, para que a trinca se propague, ela terá de superar a tensão de compressão gerada ao seu redor (Piconi *et al*, 1999).

A resistência do material sob fadiga é determinada pela concentração de agente estabilizador, de forma que uma grande quantidade do agente, de 8 a 12% em peso, pode produzir uma fase cúbica completamente estabilizada, inviabilizando a transformação de fase de tetragonal para monoclínica, e, conseqüentemente, resultando em um pior desempenho do material. Entretanto, adicionando-se uma pequena quantidade de dopante é possível estabilizar parcialmente a zircônia tetragonal na temperatura ambiente. Com a aplicação de tensão a fase tetragonal pode sofrer alteração para monoclínica, que é maior em volume (cerca de 4 a 5%). Esse processo é conhecido como “tenacificação por transformação” e é o responsável pelas propriedades superiores da zircônia em relação a outros cerâmicos (Andriuolo, 2011).

2.8 A ZIRCÔNIA E O CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO

Apesar de o cimento ionômero de vidro ser amplamente estudado, quando se trata de abordagens de partículas de reforço para o cimento, em especial a zircônia, a literatura disponível se torna escassa.

A maior parte da literatura disponível trata da adição de zircônia em presença de outras substâncias, como por exemplo a hidroxiapatita (Gu *et al*, 2005). Entretanto, pode-se extrair da escassa literatura disponível, informações a respeito do efeito da zircônia como partícula de reforço do cimento ionômero de vidro. Gu *et al* (2005) relata aumento da resistência à tensão diametral quando se adiciona 7% de zircônia estabilizada por ítria com tamanho de partícula variando entre 1 e 10 micrômetros. No mesmo trabalho, o autor conclui que as propriedades de microdureza e resistência à compressão foram iguais comparativamente às aquelas apresentadas pelo cimento ionômero de vidro convencional.

É relatado ainda na literatura que, apesar de o reforço de zircônia conceder ao material melhorias das propriedades mecânicas, a forma de armazenamento dos corpos de prova a longo prazo em meio úmido pode causar um decréscimo das melhorias obtidas com a adição da zircônia ao cimento de ionômero de vidro (Wang e Darvell, 2009).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATÉRIA-PRIMA

No presente trabalho foram utilizados cimento de ionômero de vidro (Nova DFL Ind. de produtos odontológicos, Rio de Janeiro, Brasil) e zircônia estabilizada com 3% em mol de ítria (Tosoh Corp, Japão).

Fez-se a caracterização da matéria determinando-se a composição química e a distribuição granulométrica do tamanho das partículas. Mostra-se nas tabelas 2 e 3 as composições químicas do CIV e da zircônia, respectivamente.

TAB. 2– Composição do pó do cimento de ionômero de vidro utilizado no presente estudo e fornecido pela empresa Nova DFL.

Componentes do cimento	Composição(%)
SiO ₂	40
Al ₂ O ₃	25
CaO	10
BaO	15
CaF ₂	10

TAB. 3 – Composição da zircônia utilizada no presente estudo e fornecida pela TOSOH Corp, Japão.

Componentes	Composição(% peso em g)
Y ₂ O ₃	5,21
Al ₂ O ₃	0,247
SiO ₂	0,005
Fe ₂ O ₃	0,003
Na ₂ O	0,023
Ligante orgânico	3,61
ZrO ₂	Balanço

3.1.1 CARACTERIZAÇÃO DO TAMANHO DAS PARTÍCULAS

Considerando que uma das propostas do presente trabalho foi analisar a influência do tamanho das partículas do cimento de ionômero de vidro nas propriedades do compósito, fez-se a determinação do tamanho das partículas do material como recebido para posterior comparação com o material após a moagem.

A análise do tamanho das partículas dos pós utilizados como matéria prima (cimento de ionômero de vidro como recebido e zircônia Tosoh) foi realizada utilizando o aparelho CILAS modelo 1064 (CILAS, Orleans- França), cujo princípio de funcionamento se baseia na utilização de um feixe de luz colimado incidindo sobre as partículas dispersas no meio líquido. O princípio de funcionamento do equipamento para determinar o tamanho das partículas é baseado em teorias de difração e modelos matemáticos, realizados pelo próprio aparelho. O equipamento é composto, basicamente, de um reservatório acoplado a um ultrassom, feixes de laser e lentes receptoras de imagem.

Para determinar o tamanho médio das partículas o meio líquido dispersante utilizado foi a água destilada. Em cada análise fez-se a adição no reservatório do aparelho de aproximadamente 1g do pó e uma gota de detergente comercial doméstico. Antes de qualquer análise foi realizado um teste branco para limpeza de impurezas provenientes do ensaio anterior. O método de distribuição granulométrica utilizado foi o de Fraunhofer.

3.2 MATERIAIS COMPÓSITOS

3.2.1 PREPARO DOS COMPÓSITOS

Para o preparo do compósito de cimento de ionômero de vidro com adição de zircônia, primeiramente procedeu-se à moagem do pó do cimento. Posteriormente, realizou-se a adição de zircônia ao pó do cimento moído. As técnicas utilizadas para preparo dos compósitos estão descritas a seguir.

3.2.2 MOAGEM DO PÓ DO CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO

Antes da adição de zircônia, o cimento de ionômero de vidro foi submetido à moagem para reduzir o tamanho das partículas. Para tal, foi utilizado um moinho planetário Retsch PM 100 (FIG. 1). As condições de moagem empregadas foram determinadas de acordo com a capacidade do moinho, de forma que fosse possível realizar o maior número de rotações por minuto em um longo período de tempo sem que houvesse dano ao aparelho utilizado. Assim sendo, as condições utilizadas foram de 400 rpm durante 4 horas. A moagem neste aparelho é feita inserindo-se o material em um frasco e adicionando-se bolas de alumina, as quais fraturam as partículas por impacto e reduzem seu tamanho com a rotação do moinho.



FIG. 1 - Moinho planetário Restch PM 100

Foram realizadas tentativas para se determinar o melhor meio líquido para favorecer a diminuição das partículas durante a moagem. Foram testados água destilada, acetona P.A. e álcool etílico P.A. Ao ser adicionado aos meios líquidos, o ionômero apresentou um comportamento inesperado, curando em todos os meios citados. A cura

foi mais rápida em água, seguida da acetona e, por último, o álcool. Em virtude deste comportamento, a moagem teve de ser realizada a seco, culminando numa menor eficácia na diminuição do tamanho das partículas.

3.2.3 CARACTERIZAÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULA APÓS A MOAGEM

O tamanho das partículas do pó do cimento de ionômero de vidro após a moagem foi determinado para determinar a eficácia da moagem. A análise foi realizada no aparelho CILAS, modelo 1064, usado para determinar o tamanho das partículas de cimento e zircônia. As condições impostas foram idênticas àquelas empregadas na análise dos pós utilizados como matéria prima.

3.2.4 PREPARAÇÃO DOS GRUPOS DE COMPÓSITOS

Antes e após as moagens foram preparados compósitos de zircônia e cimento de ionômero de vidro. Inexiste na literatura trabalhos que analisaram a influência da adição de zircônia nas propriedades do cimento de ionômero de vidro. Os percentuais de adição de zircônia utilizadas foram selecionados com base em dados da literatura (Gu *et al*, 2005; Sadan *et al*, 2005) em que se fez-se a adição de outras partículas de reforço ao cimento de ionômero de vidro. Os percentuais de adição de partículas utilizados e que tiveram incremento das propriedades mecânicas dos compósitos foram em concentrações inferiores a 12%. Desta maneira, foram adotadas para o presente trabalho as adições de 2%, 4% e 10% em peso de zircônia.

A adição de zircônia foi realizada com a pesagem do pó do cimento de ionômero de vidro moído em balança de alta precisão. Foram usados 5 grupos de compósitos de pós de cimento de ionômero e zircônia:

GRUPO 1: Cimento de ionômero de vidro como recebido

GRUPO 2: Cimento de ionômero de vidro moído

GRUPO 3: Cimento de ionômero de vidro moído com adição 2% em peso de zircônia

GRUPO 4: Cimento de ionômero de vidro moído com adição 4% em peso de zircônia

GRUPO 5: Cimento de ionômero de vidro moído com adição 10% de zircônia.

Após as adições da zircônia aos dos pós de cimento, as misturas foram homogeneizadas no mesmo moinho planetário onde foi realizada a moagem do cimento de ionômero de vidro como recebido. A homogeneização foi realizada a 300 rpm por 30 segundos para que houvesse a mistura dos pós de cada grupo.

3.2.5 AVALIAÇÃO DO TEMPO DE CURA DOS COMPÓSITOS

No preparo dos corpos de prova dos compósitos e determinação do tempo mínimo para ocorrer a reação de reticulação dos compósitos, tomou-se por base as recomendações da norma ISO 9917-1/2007 (Water based cements – Part 1).

3.2.5.1 PREPARO DOS CORPOS DE PROVA DOS COMPÓSITOS

Foram confeccionados discos de diâmetro de 10mm e espessura de 2mm. Para a preparação destes corpos de prova foi utilizada uma matriz metálica com espessura de 2mm contendo um furo com diâmetro de 10 mm. O cimento de ionômero de vidro foi manipulado e 30 segundos após o início da manipulação, de acordo com as instruções do fabricante, foi inserido na matriz metálica. A superfície da amostra foi aplainada com a utilização da pressão de uma lamínula de vidro vaselinada. Foram confeccionados 5 corpos de prova para cada grupo estudado.

Imediatamente após a manipulação do compósito foi iniciada a cronometragem para determinação do tempo de cura.

3.2.5.2 TEMPO DE CURA

O tempo de cura foi determinado com o emprego do aparelho de Vicat (FIG. 2), o qual consiste de uma haste móvel com uma agulha na extremidade de sondagem (agulha de Vicat)

Foram realizados ensaios de vários grupos de compósitos. O primeiro grupo foi manipulado e 90 segundos após a mistura dos componentes do compósito foram realizadas identações nos corpos com o equipamento de Vicat. Verificou-se que a agulha do equipamento foi incapaz de deixar marcas visíveis no corpo de prova. Novos corpos de prova foram preparados e as identações foram realizadas após 10, 20, 30, 40 e 50 segundos.

O tempo de cura foi registrado como o tempo entre o fim da mistura e o tempo em que a agulha do aparelho Vicat foi incapaz de deixar uma indentação na superfície do corpo de prova.



FIG. 2 - Equipamento Vicat usado para determinar o tempo de cura do cimento.

3.3 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS

Para a caracterização dos compósitos e avaliação de suas propriedades, foram realizados os seguintes ensaios:

- a) Difração de Raios-X
- b) Microscopia eletrônica de varredura
- c) Microscopia ótica
- d) Ensaio de microdureza
- e) Ensaio de compressão
- f) Escovação simulada para avaliação de desgaste superficial

3.3.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A difração de raios-X do CIV e dos grupos de compósitos foi realizada para determinar a cristalinidade e as possíveis fases presentes.

O pó da zircônia Tosoh, adicionado ao pó do cimento de ionômero de vidro moído foi analisado com o intuito de conhecer as fases de zircônia presentes, bem como as proporções das fases existentes.

Uma vez que os dois pós utilizados para mistura foram analisados separadamente, os pós de ionômero moídos com adição de zircônia foram analisados para determinar a intensidade dos picos presentes com a variação do percentual de zircônia adicionado ao compósito.

A difração de raios-X foi feita utilizando-se o difratômetro de raios-X da marca PANalytical, modelo X'Pert Pro MPD. As análises foram realizadas no intervalo de 10 a 80° (2 θ), em passos de 0,04°, com fonte de cobre Cu K α para o cimento de ionômero de vidro. Para o pó da zircônia, as condições utilizadas foram intervalo de 2 a 50°(2 θ), em passos de 0,01°. Após análise do pó de zircônia, foi realizada uma análise de Rietveld do espectro de difração para determinar as proporções das fases de zircônia presentes na amostra.

3.3.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos pós estudados foi realizada com a finalidade de obter informações sobre a morfologia das partículas do pó. A análise foi realizada utilizando o microscópio eletrônico de varredura (QUANTA FEG 250, FEI, ALEMANHA).

Para a caracterização dos pós e reduzir a aglomeração dos pós foram usados *stubs* para uso em microscopia e uma pera de pipeta. Inicialmente, uma fita dupla face de carbono foi fixada em uma placa de vidro e com o auxílio da pera de pipeta, o pó foi borrifado contra a fita de carbono para se conseguir o espalhamento das partículas sem ocorrer a formação de aglomerados.

3.3.3 MICROSCOPIA ÓPTICA

Após o ensaio para determinar o tempo de cura, os corpos de prova foram lixados com lixa 600 e 1200 (marca 3M) e polidas com alumina 2 e 1 μm . Estas amostras foram usadas na análise no microscópio óptico para verificar o acabamento superficial e possível presença de partículas de zircônia.

3.3.4 MICRODUREZA VICKERS

Os ensaios de microdureza Vickers dos compósitos foram realizados nos mesmos corpos de prova empregados no estudo do tempo de cura do material. Os corpos de prova foram incluídos em resina acrílica autopolimerizável e em seguida, lixados com lixa 600 (3M, ESPE) e polidos com solução de alumina 2 e 1 μm , com a finalidade de obter superfícies planas, paralelas e polidas.

Para que as indentações do durômetro se tornassem nítidas foi necessário aplicar na superfície da amostra uma camada de caneta hidrocor à base de água. Os ensaios foram

realizados com penetrador Vickers, utilizando peso de 50gf durante 30 s. Foram realizadas 6 indentações em cada corpo de prova.

3.3.5 ENSAIO DE COMPRESSÃO

O ensaio de compressão, também denominado ensaio de tração diametral, foi realizado com base nas recomendações da norma ISO 9917-1/2007 (Dentistry – Water based cements – Part 1). O ensaio consiste em aplicar um carregamento de compressão na direção do diâmetro. Segundo esta norma, no mínimo quatro entre cinco amostras ensaiadas devem apresentar resistência mecânica a compressão superior a 100 MPa.

Foram confeccionados corpos de prova na forma de discos com diâmetro de 6 mm \pm 0,1 mm e espessura de 4mm \pm 0,1 mm. O compósito foi manipulado e inserido em uma matriz metálica, a qual se encontrava posicionada sobre uma placa de vidro vaselinada, apoiada em superfície perfeitamente plana. Após a inserção do compósito na matriz, a superfície superior foi pressionada com uma lamínula de vidro também vaselinada. Este procedimento foi adotado com a finalidade obter superfícies planas e paralelas entre si. As amostras foram retiradas 1 hora após a sua inserção e foram mantidas em água destilada a 37°C até o momento do ensaio de compressão.

O ensaio de compressão até a fratura foi realizado na máquina universal de ensaios EMIC DL1000. A velocidade de compressão utilizada para o ensaio foi de 1mm/min e célula usada foi de 10 kN.

3.3.6 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE

A avaliação da resistência ao desgaste do compósito foi determinada através da variação do peso e da rugosidade antes e após a simulação da escovação.

Foram confeccionados discos com 6mm de diâmetro e espessura de 5mm. Os corpos-de-prova dos compósitos foram submetidos à escovação simulada. Foram

confeccionados 3 corpos de prova para cada grupo de compósito, totalizando 15 corpos de prova.

Após a preparação das amostras, elas foram armazenadas durante 7 dias em água destilada em estufa a 37° C, conforme recomendações da norma ADA (Council on Dental materials, Instruments, and Equipment. Specification nº 66 for dental glass ionomer cements).

Após 7 dias de armazenamento, os corpos-de-prova foram secos com papel absorvente por 30 segundos e em seguida pesados em uma balança de precisão. A pesagem foi realizada até alcançar-se estabilidade do peso do corpo-de-prova, com variação aceitável de, no máximo, 0,0002g. Quando eram obtidos valores estáveis, o que ocorreu após quatro pesagens consecutivas, registrava-se a média das 3 últimas pesagens como valor inicial do peso.

Os corpos-de-prova foram manipulados com pinça clínica, evitando-se contato com as mãos, o que poderia contaminar a amostra com oleosidade capaz de interferir nos resultados.

Os corpos-de-prova foram submetidos a 10.000 movimentos de escovação em uma máquina desenvolvida para esse procedimento (Máquina de escovação MEV2, ODEME). Este aparelho atende as recomendações da norma ISO 14569-1 (Dental materials – Guidance on testing of wear – part 1: wear by toothbrushing). Durante a escovação simulada foi aplicada uma força de compressão de 400gf. O número de ciclos durante o ensaio corresponde aos movimentos aplicados durante 1 ano de escovação dos dentes.

O equipamento consiste de um motor que produz movimentos de vai-e-vem em seis braços, nos quais foram fixadas as cabeças das escovas dentais (Colgate Classic – Colgate-Palmolive, Co., Osasco-SP, Brasil), permitindo a escovação simultânea de seis corpos de prova (FIG.4). A base do equipamento possui seis dispositivos independentes para o posicionamento dos corpos-de-prova. As cabeças das escovas dentais foram fixadas de forma a garantir seu alinhamento paralelo à base.



FIG. 4 - Máquina usada para simular a escovação.

Os corpos-de-prova foram escovados com dentifrício diluído (Colgate MFP-Colgate Palmolive, Co.Osasco-SP, Brasil. Composição: 1450 ppm de Flúor, carbonato de Cálcio, Lauril Sulfato de Sódio, Sacarina Sódica, PirofosfatoTetrassódico, Silicato de Sódio, Sorbitol, Carboximetilcelulose, Metilparabeno, Propilparabeno, aroma e água. Monofluorfosfato de sódio–MFP). O dentifrício foi pesado e diluído em água destilada no interior de um Becker de acordo com a especificação da ISO 14569-1 (Dental materials – Guidance on testing of wear – part 1: wear by toothbrushing) na proporção de 1:2 em peso, com o objetivo de simular a diluição que ocorre na boca pela saliva e, conseqüentemente, reduzir a ação de atrito pela sedimentação do abrasivo. A escolha do dentifrício foi baseada em seu consumo em larga escala no mercado nacional.

A rugosidade foi verificada após o período de armazenamento (7 dias) dos corpos-de-prova, utilizando-se um rugosímetro de contato (Mitutoyo modelo SJ-201. Japão)(FIG. 3). O rugosímetro foi calibrado com amostra padrão em 9,5 para Rt (Rugosidade total) e 2,95 para Ra (Rugosidade média).



FIG. 3 - Exemplo do resultado de rugosidade de uma das amostras.

Foram realizadas três leituras da rugosidade em cada corpo-de-prova igualmente espaçadas e passando pelo centro. Esta metodologia teve como objetivo abranger o máximo da extensão da amostra.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Mostra-se na Figura 5 o espectro de difração do pó de cimento ionômero de vidro como recebido (GRUPO 1). Na Figura 6 são identificados os picos do óxido de silício.

A presença de cristalinidade nos cimentos de ionômero de vidro disponíveis no mercado já havia sido relatada em trabalhos anteriores disponíveis na literatura. Apesar de serem usados cimentos de diferentes marcas comerciais não foi detectada uma relação entre a cristalinidade dos cimentos e suas propriedades (Corrêa e Ogasawara, 2006). Wang e Darvell também constataram que a presença ou ausência de cristalinidade não influencia nas propriedades das diferentes marcas comerciais do cimento de ionômero de vidro (Wang e Darvell, 2009).

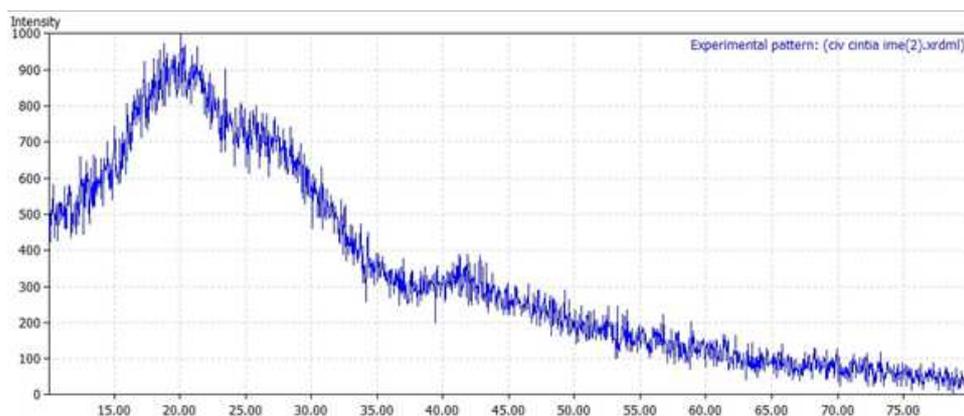


FIG. 5 - Espectro de difração do cimento de ionômero de vidro como recebido, mostrando a variação da intensidade do feixe difratado com o ângulo de incidência.

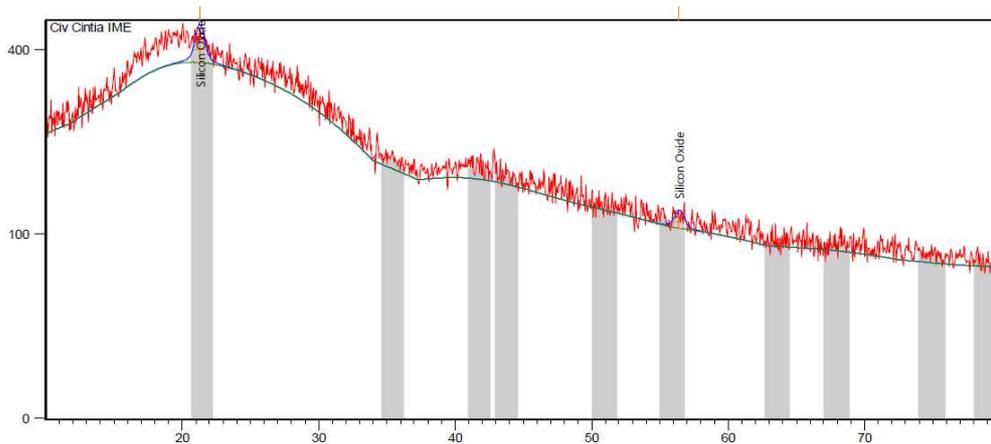


FIG. 6 – Espectro de difração do cimento de ionômero de vidro como recebido. A identificação dos picos cristalinos indica a presença do óxido de silício.

Mostra-se na Figura 7 o espectro de difração das partículas de zircônia após a moagem. Os picos foram devidamente identificados, bem como foi realizada uma análise de Rietveld determinar os percentuais das fases de zircônia tetragonal e monoclinica presentes. De acordo com a análise, o pó é composto de 80,4% de zircônia tetragonal e 19,6% de zircônia monoclinica (FIG. 7).

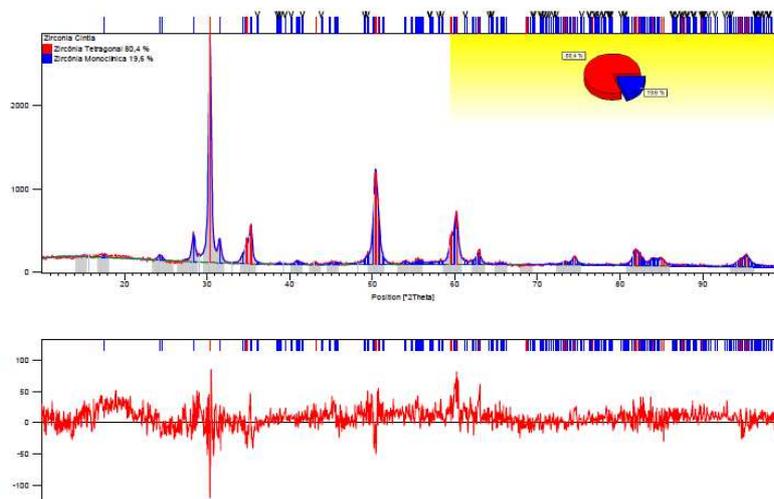


FIG. 7 – Espectro de difração de raios-X da zircônia nanoparticulada com análise de Rietveld, apontando as porcentagens das fases presentes. Abaixo, o difratômetro obtido antes da análise de Rietveld.

No espectro de difração do ionômero de vidro moído com adição de 2% de zircônia em peso (Grupo 3), foi possível identificar o espectro do material amorfo com a presença de alguns picos de zircônia tetragonal e monoclinica (FIG. 8).

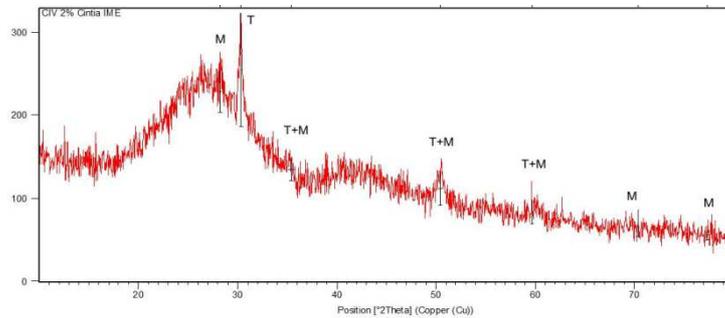


FIG. 8 - Difração de raios-X do cimento ionômero de vidro moído com adição de 2% de zircônia (grupo 3).

O espectro de difração do ionômero de vidro moído com adição de 4% de zircônia em peso (Grupo 4) mostrado na figura que indica alguns picos não observados no grupo 3. Além disso, alguns picos apresentam maior intensidade que os apresentados no grupo 3. (FIG. 9).

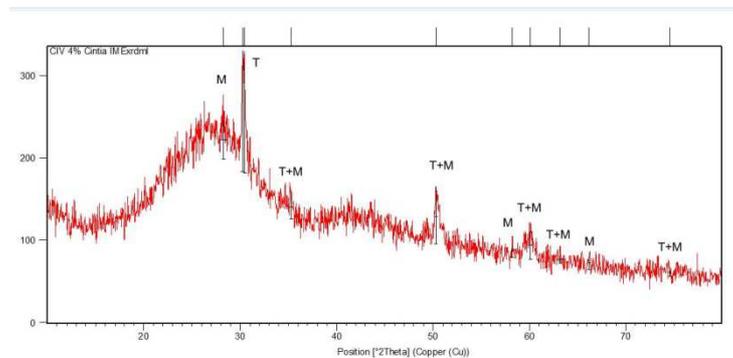


FIG. 9 - Difração de raios-X do cimento ionômero de vidro moído com adição de 4% de zircônia (grupo 4).

O espectro de difração do ionômero de vidro moído com adição de 10% de zircônia em peso (Grupo 5), mostra a presença dos mesmos picos presentes no espectro do Grupo 4, porém estes picos apresentam maior intensidade (FIG. 10).

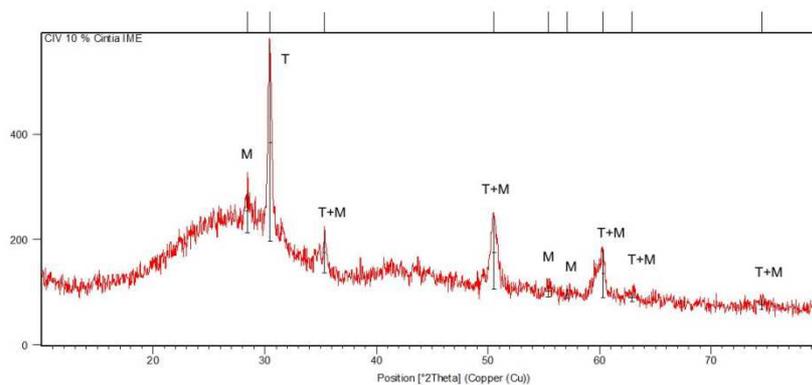


FIG. 10 – Espectro obtido na difração de raios-X do cimento ionômero de vidro moído com adição de 10% de zircônia (grupo 5).

Numa tentativa de estabelecer uma comparação entre a altura dos picos encontrados nos diferentes espectros obtidos, fez-se a superposição dos espectros (FIG. 11). Com a superposição é possível observar ligeiro aumento da intensidade dos picos com o aumento do percentual de zircônia. Comparando-se os espectros de difração da zircônia pura mostrada na figura 7, com os espectros do CIV com diferentes percentuais de zircônia (Figura 11), é possível observar que na Fig. 7 as intensidade dos picos são maiores.

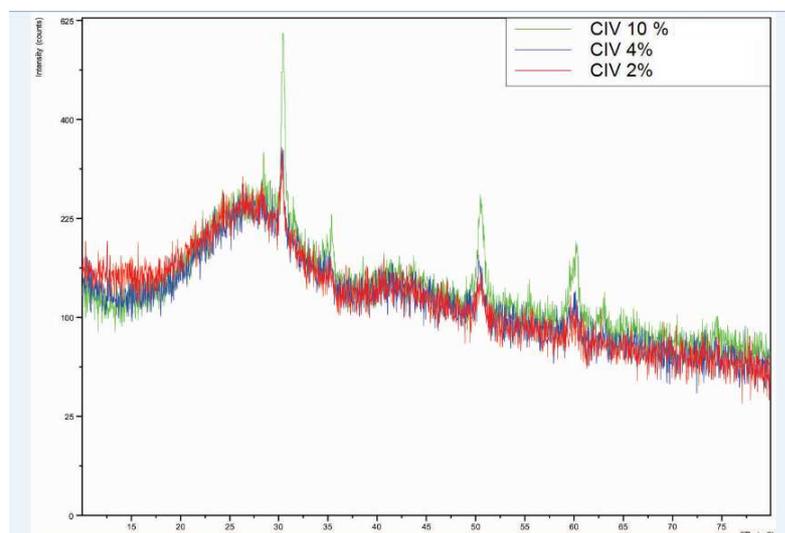


FIG. 11 – Superposição dos espectros obtidos na difração dos compósitos.

4.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Na análise do pó do CIV como recebido (FIG. 12) no MEV pode-se observar que as partículas apresentam formas irregulares e diferentes tamanhos.

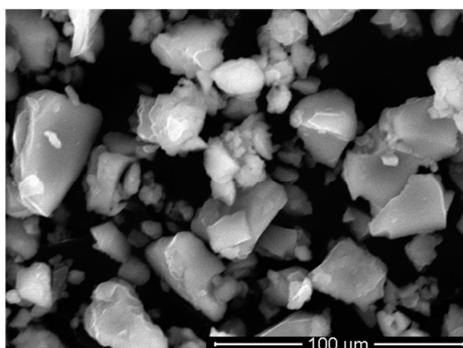


FIG. 12 - Cimento de ionômero de vidro como recebido (Grupo 1).

Mostra-se na figura 13 as partículas de zircônia no estado como recebido. Pode-se observar a formação de aglomerados de partículas. A presença dos aglomerados de partículas de zircônia pode ser associada ao fato de que a zircônia comercializada pela Tosoh possui 3,5% em peso de ligantes. A adição de ligantes é feita para facilitar a compactação do pó na obtenção do corpo a verde usado na sinterização.

Mostra-se na figura 14 as partículas de zircônia após a moagem. Com aumento de 130.000 é possível distinguir a presença de nanopartículas de zircônia.

Mostra-se na figura 15 a mistura do CIV com 10% de zircônia. É possível distinguir as partículas do CIV, as quais possuem formas irregulares, das partículas de zircônia, as quais possuem formas esféricas.

As micrografias da zircônia Tosoh nanoparticulada possibilitou a visualização dos aglomerados de partículas nanométricas do material. Em um aumento de 1000 vezes, observou-se os aglomerados micrométricos das partículas nanométricas (FIG. 14).

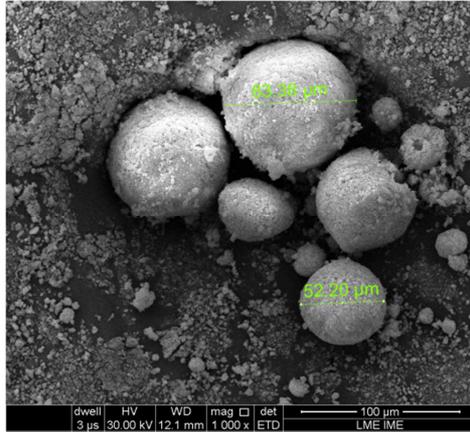


FIG. 13 – Micrografia da zircônia Tosoh com aumento de 1000 vezes. Observa-se a presença de aglomerados de tamanho micrométrico formados por partículas de zircônia nanométricas.

A análise dos aglomerados com aumento de 130.000 vezes permite a visualização das partículas nanométricas (FIG. 15).

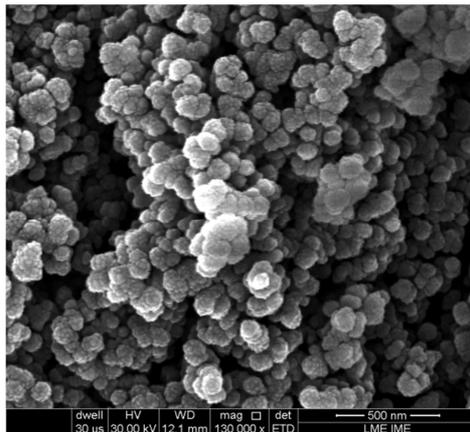


FIG. 14 - Zircônia Tosoh após a moagem. Aumento de 130.000 vezes. Pode-se observar a presença de partículas nanométricas.

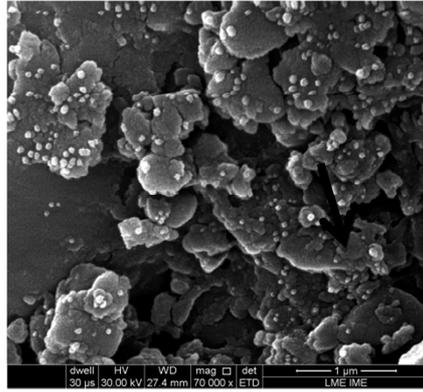


FIG. 15 - Mistura do cimento de ionômero de vidro moído e com adição de 10% de zircônia (Grupo 5). Pode-se observar a presença das partículas do cimento de ionômero de vidro mostradas na figura 12 e a presença de aglomerados de zircônia com coloração clara.

4.3 MICROSCOPIA ÓPTICA

A microscopia ótica da superfície dos corpos de prova apresentou resultados elucidativos que servirão de base para discussão do resultado de outros ensaios. Primeiramente, pode-se observar a presença de pequenas trincas na superfície das amostras do Grupo 1 (como recebido). As trincas não foram observadas nos Grupos 2, 3, 4 e 5 (FIG. 16), cujo pó foi submetido à moagem.

Observou-se também que nos Grupos com adição de zircônia (Grupos 3, 4 e 5), as partículas de zircônia são distinguíveis na superfície dos corpos de prova, onde observa-se uma distribuição uniforme da zircônia na superfície (FIG. 16). Ocorreu aumento do número de partículas nas superfícies das amostras com o aumento do percentual de zircônia adicionada.

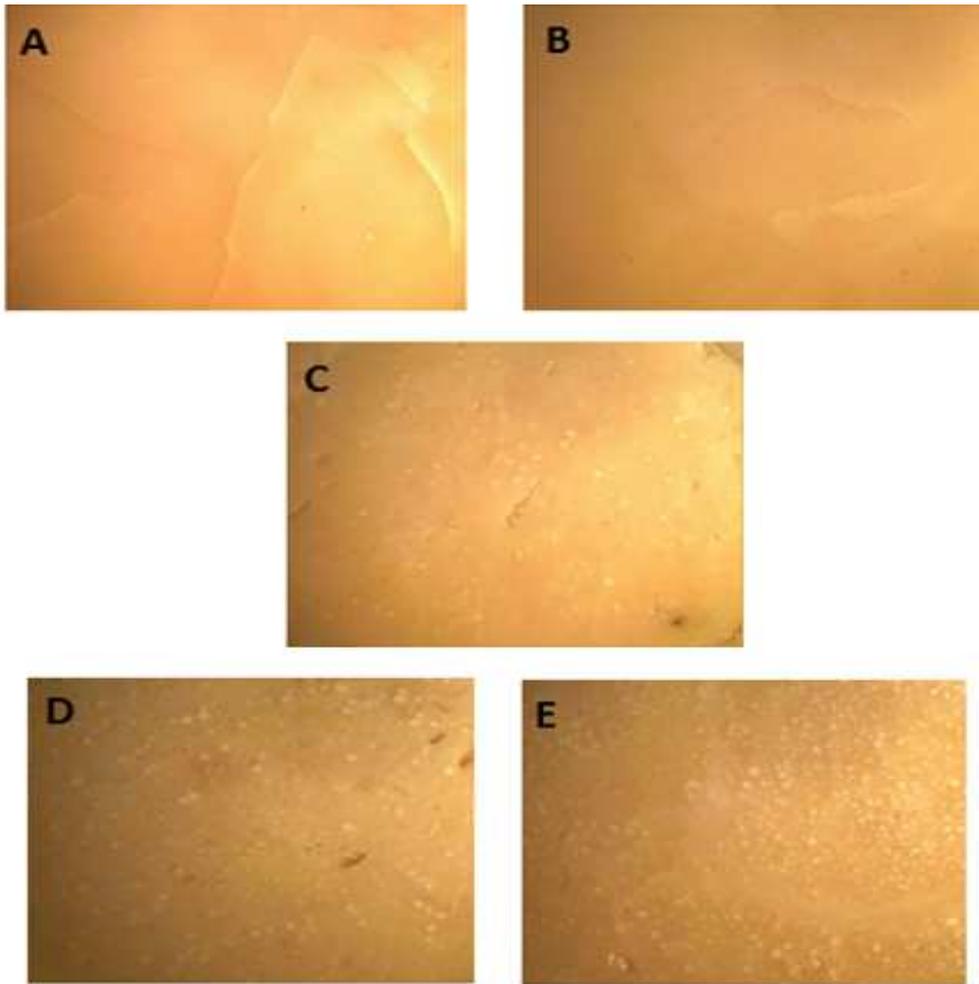


FIG. 16 - Microscopia óptica dos compósitos. Na figura, A, B, C, D e E, representam as micrografias dos grupos 1, 2, 3, 4 e 5, respectivamente.

4.4 TEMPO DE CURA

A média do tempo de cura do material está representada na tabela 4.

TAB. 4 - Tempo de cura dos grupos estudados.

	MÉDIA TEMPO DE CURA
GRUPO 1	3'45''
GRUPO 2	2'30''
GRUPO 3	2'50''
GRUPO 4	2'50''
GRUPO 5	3'10''

Os valores mostrados na Tabela 4 mostram que ocorreu redução do tempo de cura com a moagem do CIV. A redução do tamanho de partículas reduz o tempo de cura do cimento devido ao aumento da superfície a ser atacada pelo ácido poliacrílico. Esperava-se que a adição de carga no cimento ionômero de vidro induzisse o aumento do tempo de cura, uma vez que as partículas de carga retardam as reações de reticulação envolvidas no endurecimento do compósito.

Assim sendo, os resultados obtidos corroboram a teoria que envolve a cura do material e o efeito de aditivos neste processo. Desta forma, o tempo de cura diminuiu com a moagem do material, mas aumentou à medida que se adicionou a zircônia. No Grupo 5 em que houve a adição máxima de zircônia (10%), o tempo de cura foi menor que o do Grupo do material como recebido (Grupo 1). Entretanto, os resultados atendem a exigência da norma ISO 9917 (Dentistry – WaterbasedCements – Part 1), que requer um tempo de cura entre 1,5 e 6 minutos. A diminuição do tempo de cura pode ter aspectos positivos na prática odontológica, como por exemplo, no atendimento em odontopediatria, no qual a cura rápida de um material facilita o atendimento de crianças com a redução do tempo que o paciente deve permanecer com a boca aberta.

4.5. DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

A distribuição granulométrica das partículas dos diferentes grupos de compósitos é apresentada na Tabela 5. Nesta tabela são mostradas as distribuições dos tamanhos médios das partículas. Para o Grupo 1, 10% das partículas apresentaram tamanho médio de 0,88 μm , 50% das partículas apresentaram tamanho médio de 4,04

μm e 90% apresentaram tamanho de 10,87 μm . O Grupo 1 apresentou o maior tamanho médio em todas as distribuições. O Grupo 5, apresentou as menores partículas.

TAB. 5 - Tamanhos das partículas dos pós (micrômetros) dos Grupos estudados e do pó da zircônia nanoparticulada. Valores médios dos percentuais volumétricos acumulados de partículas em 10%, 50% e 90% do volume total.

GRUPO	10%	50%	90%
1	0,88	4,04	10,87
2	0,79	3,01	9,53
3	0,8	3,1	9,85
4	0,84	3,93	9,55
5	0,73	2,87	8,68
ZIRCÔNIA	1,19	2,28	4,09

Comparando-se o tamanho das partículas dos grupos 1 e 2, pode-se observar que com a moagem (grupo 2) o tamanho médio do CIV reduziu.

Não foi possível observar diferença significativa no tamanho médio das partículas dos grupos 3, 4 e 5. Era esperado que a adição da zircônia submetida reduzisse o tamanho médio das partículas da mistura. Este resultado pode ser associado à presença do ligante no pó de zircônia, o qual levou à formação de aglomerados, como mostrado na Figura 14. Além disso, a redução do tamanho das partículas aumenta a energia de superfície e induz a atração de partículas, com a formação dos aglomerados. Possivelmente, o tamanho médio medido pelo equipamento CILAS não é de partículas, mas de aglomerados.

4.6 MICRODUREZA VICKERS

Os valores médios da microdureza Vickers são mostrados na TAB. 6.

TAB. 6 - Média dos valores de microdureza Vickers.

GRUPO	HV	DESVIO PADRÃO
1	44,02	1,276
2	44,96	1,071
3	39,26	0,3982
4	37,42	1,098
5	46,8	1,732

Os dados da microdureza foram submetidos a análise estatística pelo teste de Análise de Variância e teste de Tukey, com nível de significância $p \leq 0,05$. O resultado esperado era que houvesse aumento da dureza com a moagem do CIV e com a adição de zircônia. No entanto, houve diferença estatística somente entre os Grupos:

- 1 e 4;
- 3 e 5;
- 4 e 5.

Com a moagem do CIV houve redução do tamanho médio das partículas (Tabela 5, grupos 1 e 2). No entanto, não houve diferença estatística significativa na dureza entre os grupos 1 e 2. Este resultado pode ser associado à formação de aglomerados de partículas de CIV, reduzindo a homogeneidade volumétrica na distribuição das partículas. A influência da formação de aglomerados de partículas na dureza é mais acentuada com a adição de partículas de zircônia submetidas a moagem.

Os resultados obtidos no ensaio de microdureza mostraram uma diminuição da microdureza do material após a adição de zircônia. A diminuição foi proporcional ao percentual de zircônia adicionada. Isso pode ser explicado com base no fato de que não houve uma dispersão homogênea das partículas do pó de zircônia na matriz do ionômero. O ligante orgânico presente na zircônia causou a formação de aglomerados na matriz, sem que estes se encontrassem dispersos. Uma vez que a matriz do cimento de ionômero de vidro é composta basicamente por alumina e esta, possui maior microdureza que a zircônia, as identações feitas na matriz dos corpos de prova com menor quantidade de grânulos de zircônia tem maior microdureza em relação ao compósito com grande quantidade de grânulos na superfície. Com a adição de 10% de zircônia houve aumento da microdureza.

4.7 PERDA DE MASSA E RUGOSIDADE

4.7.1 PERDA DE MASSA APÓS A ESCOVAÇÃO SIMULADA

Mostra-se na TAB. 7 o peso dos corpos de prova antes da escovação simulada. Na TAB. 8, mostra-se o peso dos corpos de prova após a escovação simulada. Em ambas as tabelas, são mostradas as médias e os desvios padrões dos pesos das amostras dos grupos.

TAB. 7 - Peso dos corpos de prova (grama) antes da escovação simulada.

	GRUPO 1	GRUPO 2	GRUPO 3	GRUPO 4	GRUPO 5
CP1	0,1067	0,1233	0,1330	0,1298	0,1321
CP2	0,1175	0,1224	0,1224	0,1234	0,1240
CP3	0,1119	0,1122	0,1146	0,1271	0,1232
Média	0,1120	0,1190	0,1233	0,1267	0,1264
Desvio Padrão	0,005	0,006	0,005	0,001	0,003

TAB. 8 - Peso dos corpos de prova(grama) após a escovação simulada.

	GRUPO 1	GRUPO 2	GRUPO 3	GRUPO 4	GRUPO 5
CP1	0,1065	0,1227	0,1203	0,1233	0,1317
CP2	0,1153	0,1212	0,1218	0,1225	0,1228
CP3	0,1094	0,1120	0,1139	0,1252	0,1221
Média	0,1104	0,1186	0,1186	0,1243	0,1253
Desvio Padrão	0,004	0,005	0,002	0,008	0,002

A análise estatística dos dados pelo teste t pareado, com nível de significância $p \leq 0,05$ mostrou que não houve diferença estatística significativa em nenhum dos Grupos.

A avaliação da resistência ao desgaste dos materiais, medida através da variação da massa dos corpos de prova após o ensaio de escovação simulada, mostrou que a perda de massa não foi influenciada pela microdureza. Os resultados obtidos na análise estatística, utilizando o teste t pareado, mostraram que não há diferenças estatísticas de perda de massa entre os Grupos estudados. Vale ressaltar que na maioria dos Grupos a perda de massa foi pequena, inclusive para o Grupo 1 (como recebido). Com base nos resultados obtidos, pode-se observar que tanto a moagem quanto a adição de zircônia não alteraram a resistência ao desgaste dos compósitos. Possivelmente, porque o pequeno tamanho das partículas não exercia influência no contato da escova com o compósito.

4.7.2 RUGOSIDADE APÓS A ESCOVAÇÃO SIMULADA

As rugosidades inicial (antes da escovação simulada dos corpos de prova) e final (após a escovação simulada dos corpos de prova) são mostradas na TAB. 9.

TAB. 9 - Média das rugosidades inicial e final dos Grupos estudados.

Grupo	Antes da escovação		Após a escovação	
	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão
1	0,80	0,15	1,23	0,18
2	0,62	0,08	0,86	0,11
3	1,13	0,16	1,41	0,17
4	1,16	0,15	1,49	0,07
5	1,36	0,13	2,18	0,35

Os dados foram submetidos a análise estatística pelo teste de Análise de Variância e teste de Tukey, com nível de significância $p \leq 0,05$. Pode-se observar que houve diferença estatística da rugosidade inicial entre os Grupos:

- 1 e 5;
- 2 e 5;

- 2 e 3;
- 2 e 4.

Para avaliar a diferença da rugosidade inicial e final entre as amostras de cada Grupo, os dados foram submetidos a teste t pareado, com nível de significância $p \leq 0,05$. Houve diferença estatística nos Grupos 1 e 4.

Ao se estabelecer uma ordenação dos valores de rugosidade inicial obtidos nos Grupo estudados numa ordem crescente, tem-se:

$$\text{GRUPO 1} \leq \text{GRUPO 2} < \text{GRUPO 3} \leq \text{GRUPO 4} < \text{GRUPO 5}$$

A ordem acima é baseada em números absolutos de valores médio de rugosidade, porém os Grupos 1 e 2 não apresentaram diferença estatística da rugosidade, bem como os Grupos 3 e 4, que apresentaram rugosidade média com pequena diferença. Observou-se um aumento na rugosidade do material com o aumento do percentual de zircônia do compósito. Uma vez que nos grupos 3, 4 e 5 as rugosidades antes da escovação eram próximas, é provável que a escovação tenha retirado as partículas de zircônia na superfície dos compósitos, produzindo “buracos” e, conseqüentemente, aumentando a rugosidade conforme a quantidade de zircônia na superfície é maior.

4.8 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Os valores obtidos nos ensaios de compressão são mostrados na TAB. 10.

TAB. 10 - Resistência a compressão (MPa) e desvio padrão.

GRUPO	MÉDIA	DESVIO PADRÃO
1	49,03	3,46
2	44,06	2,07
3	95,15	1,38
4	102,53	6,52
5	160,72	5,25

A análise estatística pelos testes de ANOVA e Tukey mostra que existe diferença estatisticamente significativa entre os Grupos:

- 1 e 5;
- 2 e 5;
- 3 e 1;
- 3 e 2;
- 5 e 3;
- 5 e 4.

De acordo com os resultados obtidos, pode-se inferir que a moagem não apresentou influência na resistência à compressão do material como recebido. Entretanto, vale lembrar que a redução do tamanho de partícula com o método de moagem empregado foi muito pequena. Contudo, uma vez que não houve uma diminuição significativa no tamanho das partículas com a moagem, não é possível concluir sobre a influência do tamanho das partículas na resistência mecânica.

Pode-se observar nos resultados que o incremento na resistência à compressão foi proporcional ao aumento do percentual de zircônia nos grupos 3, 4 e 5. Este fato pode ser atribuído a presença do aglomerado de partículas.

Dentre todas as propriedades do cimento de ionômero de vidro analisadas que poderiam sofrer influência da adição de zircônia e que fariam diferença numa aplicação prática do cimento modificado (rugosidade, resistência ao desgaste e resistência à compressão) apenas a resistência da compressão foi influenciada pela adição de zircônia.

Quanto aos ensaios de microdureza, apesar de encontradas pequenas diferenças estatísticas nos resultados, os resultados de resistência ao desgaste mostraram que na prática esta diferença não trouxe benefícios, uma vez que os diferentes grupos sofreram desgastes igualmente desprezíveis quando submetidos aos testes de resistência ao desgaste (escovação simulada).

5 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos nos ensaios pode-se concluir que:

1. A moagem do ionômero de vidro diminui o tempo de cura do cimento.
2. A adição de partículas de zircônia aumenta o tempo de cura do compósito.
3. A adição de 2 e 4% de zircônia diminui a microdureza do compósito.
4. A rugosidade do compósito aumenta com o percentual de partículas de zirconia adicionado.
5. O desgaste do compósito, avaliado pela escovação de amostras, não é influenciado pela adição de zircônia.
6. A resistência à compressão do cimento de ionômero de vidro aumenta proporcionalmente à concentração de zircônia adicionada ao compósito.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- 1 – Novos trabalhos a respeito do assunto devem ser realizados para determinar as propriedades do cimento de ionômero de vidro reforçado por zircônia que melhoram o desempenho do compósito.
- 2 – Analisar a influencia da calcinação do pó de zircônia Tosoh para eliminar os ligantes e determinar a influencia nas propriedades do cimento reforçado
- 3 – Analisar a influencia da adição de zircônia na liberação de flúor pelo cimento de ionômero de vidro.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANDREIUOLO, R. A. **Zircônia na Odontologia restauradora**. Rev. bras. odontol., Rio de Janeiro, v. 68, n. 1, p. 49-53, jan./jun, 2011.

ANUSAVICE, K. J. **Phillips Materiais Dentários**. Editora Elsevier, 10th, 1998.

CASALINO, D. P.; PINEDO, M. L. **Los cementos ionómeros de vidrio y el mineral trióxido agregado como materiales biocompatibles usados en la proximidad del periodonto**. [Rev. estomatol. hered](#), v.16, n.1, p. 59-63, Jan 2006.

COIMBRA, L. R.; GIRO, E.M.A.; ARANHA, A.M.F.; COSTA, C.A.S. **Citotoxicidade de cimentos de ionômero de vidro restauradores sobrecélulas de linhagem odontoblástica**. Revista Eletrônica Odonto Ciência – Fac. Odonto/PUCRS, v. 21, n. 54, p. Out 2006.

CORRÊA, L.G.P.; OGASAWARA, T. **Estudos comparativos de alguns cimentos ionoméricos convencionais**. *Revista Matéria*, v. 11, n. 3, pp. 297 – 305, 2006.

DIAS, L. L., QUINTEIRO, E., BOSCHI, A. O. **Efeitos da Adição de Alumina, Mulita, Titânia e Zircônia sobre a Resistência ao Desgaste de Vidrados Cerâmicos**. *Cerâmica Industrial*, v. 5, n. 3, p. 19-24, Mai 2000.

DIAZ-ARNOLD A. M., HOLMES D. C., WISTROM D. W., SWIFT E. J. **Short-term fluoride release/uptake of glass ionomer restoratives**. *Dent Mater*, v.11, p. 96–101, 1995.

FRAZIER, K. B.; RUEGGERBERG, F. A.; METTENBURG, D. J. **Comparasion of wear resistance of class V restorative materials**. *Journal of Esthetic Dentistry*, v. 10, n.6, p. 309-314, 1998.

GARVIE, R. C., HANNINK, R. H., PACOE, R. T. **Ceramic Steel?** *Nature*, v. 258, p. 703-704, 1975.

GU, Y. W., YAP, A. U. J., CHEANG, P. **Effects of incorporation of HA/ZrO₂ into glass ionomer cement**. *Biomaterials*, v. 26, n. 7, p. 713-720, Mar 2005.

- GU, Y. W., YAP, A. U. J., CHEANG, P., KHOR, K. A. **Zirconia–glass ionomer cement–a potential substitute for Miracle Mix**. *Scripta Materialia*, v. 52, p. 113–116, 2005.
- HESS M., JONES R. G., KAHOVEC J., KITAYAMA T., KRATOCHVÍL P., KUBISA P., MORMANN W., STEPTO R. F. T., TABAK D., VOHLÍDAL J.; WILKS E. S. **Terminology of polymers containing ionizable or ionic groups and of polymers containing ions (IUPAC recommendations)**. *Pure Appl. Chem.*, v. 78, n. 11, p. 2067–2074, 2006.
- KAWAI, Y.; UO, M.; WANG, Y.; KONO, S.; OHNUKI, S; WATARI, F. **Phase transformation of zirconia ceramics by hydrothermal degradation**. *Dental Materials Journal*, v. 30, n. 3, p. 286–292, 2011.
- MARTINS, L. R. M.; SILVA, A. L. F. ; CURY, J. A.; FRANCISCHONE, C. E. **Liberação de flúor de restaurações de ionômero de vidro e a sua incorporação ao esmalte dental após ciclos de desmineralização/remineralização**. *Revista Eletrônica Odonto Ciência - Faculdade de Odonto/PUCRS*, v.21, n. 51, jan 2006.
- MCLEAN, J. W.; GASSER, V. **Glass Cermet Cements**. *Quintessence*, p. 333-343, 1985.
- MITSUHASHI, A., HANAOKA, K., TERANAKA, T. **Fracture toughness of resin modified glass ionomer restorative materials: effect of powder/liquid ratio and powder particle size reduction on fracture toughness**. *Dental Materials*, v. 19, n. 8, p. 747-757, Dec 2003.
- MOMESSO, M. G. C., DA SILVA, R. C., IMPARATO, J. C. P. **“In vitro” surface roughness of different glass ionomer cements indicated for ART restorations**. *Braz J Oral Sci*, v. 9, n. 2, p. 77-88, Apr-Jun 2010.
- MOUNT, G. J. *Atlas de Cimentos de Ionômero de Vidro*. Livraria Santos Editora, 1996.
- MUNHOZ, T. M. G. O. **Efeito das Variáveis Microestruturais nas Propriedades Mecânicas de Cimento Ionômero de Vidro Convencional**. Dissertação de mestrado, Rio de Janeiro, 2005.
- NAVARRO, M. F. L., PASCOTTO, R. C. *Cimentos de Ionômero de Vidro – Aplicações Clínicas em Odontologia*. Artes Médicas. SãoPaulo,1998.
- NICHOLSON, J. W. **Chemistry of glass-ionomer cements: a review**. *Biomaterials*, v. 19, n.6, p. 485-494, Apr 1998.

- NOMOTO, R., KOMORIYAMA, M., MCCABE, J. F. **Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement.** Dental Materials, v.20, p.972-978, 2004.
- NOVASKI O. **Introdução à engenharia de fabricação mecânica.** Edgard Blücher, p. 128. São Paulo, 1994.
- PALMA-DIBB, R. G., PALMA, A. E., MATSON, E., CHINELATTI, M. A., RAMOS, R. P. **Microhardness of esthetic restorative materials at different depths.** Mat Res, v. 6, n.1, p. 85-90, 2002.
- PICONI, C., MACCAURO, G. **Zirconia as a ceramic biomaterial.** Biomaterials, v. 20, p. 1-25, Dec 1997.
- PRENTICE, L. H., TYAS, M. J., BURROW, M. F. **The effect of particle size distribution on an experimental glass-ionomer cement.** Dental Materials, v. 21, n. 6, p 505-510, Jun 2005.
- RIOS D., HONÓRIO H. M., ARAÚJO P. A., MACHADO M. A. A. M. **Wear and superficial roughness of glass ionomer cements used as sealants, after simulated tooth brushing.** Pesq Odontol Bras, v. 16, n. 4, p. 343-348, Dec 2002.
- SADAN, A.; BLATZ, M.; LANG, B. **Clinical Considerations for Densely Sintered Alumina and Zirconia Restorations: Part 1.** Int. J. Periodontics Restorative Dent., v. 25, n. 3, p. 213-219, Jun 2005.
- TAY W.M. ; BRADEN M. **Fluoride ion diffusion from polyalkenoate (glass-ionomer) cements.** Biomaterials, v.9, p. 509-19, 1988.
- VIEIRA, I.M.; LOURO, R.L.; ATTA, M.T.; NAVARRO, M.F.L.; FRANCISCONI, P.A.S. **O cimento de ionômero de vidro na odontologia.** Rev.Saúde.Com, v. 2, n. 1, p. 75-84. 2006.
- WANG, Y., DARVELL, B.W. **Hertzian load-bearing capacity of a ceramic-reinforced glass ionomer cement stored wet and dry.** Dental Materials, v. 25, p. 952-955, 2009.
- WILSON, A. D., MC LEAN, J.W. **Glass Ionomer Cement.** Quintessence, p. 143, 1988.

XIE D., BRANTLEY W., CULBERTSON A. B. M., WANG G. **Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements.** *Dental Materials*, v. 16, n. 2, p.129-138, Mar 2000.