MARTA MARIA MARTINS GIAMATEI CONTENTE

**AÇÃO TRIBOQUÍMICA DO CICLO MASTIGATÓRIO NA RESISTÊNCIA AO
CISALHAMENTO DE RESINAS COMPOSTAS**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de
Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo para
obtenção do título de Doutor em Ciências.

Programa: Odontopediatria

Área de Concentração: Odontopediatria

ORIENTADORA: PROFA. DRA. MARIA CRISTINA BORSATTO

VERSÃO CORRIGIDA

RIBEIRÃO PRETO

2013

AUTORIZAÇÃO PARA REPRODUÇÃO

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

NOTA: Versão corrigida da Tese. A versão original se encontra disponível na Unidade que aloja o Programa.

FICHA CATALOGRÁFICA

Contente, Marta Maria Martins Giamatei

Ação triboquímica do ciclo mastigatório na resistência ao cisalhamento de resinas compostas. Ribeirão Preto, 2013.

101 p. : il. ; 30 cm

Tese de Doutorado, apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão - Preto/USP – Área de Concentração: Odontopediatria.

Orientadora: Borsatto, Maria Cristina

1. Tribologia 2. Resistência adesiva 3. Nanodureza 4. Desgaste dentário

FOLHA DE AVALIAÇÃO

Conteúdo MMMG. **Ação triboquímica do ciclo mastigatório na resistência ao cisalhamento de resinas compostas.**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de
Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo para
obtenção do título de Doutor em Ciências.
Programa: Odontopediatria.
Área de Concentração: Odontopediatria.

Data da defesa: ____/____/____

BANCA EXAMINADORA

Prof(a). Dr(a).: _____

Julgamento:_____ Assinatura:_____

Prof(a). Dr(a).: _____

Julgamento:_____ Assinatura:_____

Prof(a). Dr(a).: _____

Julgamento:_____ Assinatura:_____

Prof(a). Dr(a).: _____

Julgamento:_____ Assinatura:_____

Prof(a). Dr(a).: _____

Julgamento:_____ Assinatura:_____

MARTA MARIA MARTINS GIAMATEI CONTENTE

DDADOS CURRICULARES

Nascimento	05 maio de 1981 – São José do Rio Preto/SP.
Filiação	Edgard Martins Contente Inês Giamatei Contente
2002-2005	Curso de Graduação em Odontologia. Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo – FORP/USP.
2003-2004	Iniciação Científica – Projeto de pesquisa intitulado “Cianoacrilato como protetor superficial de restaurações de cimento de óxido de zinco e eugenol e de cimento de ionômero de vidro: avaliação da infiltração marginal” (Bolsa PIBIC).
2004-2005	Iniciação Científica - Projeto de pesquisa intitulado “Efetividade inicial e após 15 dias de clareamento exógeno variando-se a técnica e os agentes clareadores” (Bolsa CNPq).
2006	Curso de Aperfeiçoamento em Atendimento a Pacientes Especiais. Centro de Atendimento Odontológico a Pacientes Especiais – CAOPE – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo – FORP/USP – Trabalho de Conclusão de Curso Intitulado “Dor: reconhecimento dos parâmetros não verbais”.
2007-2019	Curso de Pós-Graduação em Odontopediatria, nível Mestrado. Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo – FORP/USP – Dissertação intitulada “Alteração de temperatura durante o preparo cavitário com laser Er:YAG em esmalte de dentes decíduos” (Bolsa CAPES).
2009-2013	Curso de Pós-Graduação em Odontopediatria, nível Doutorado. Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo – FORP/USP – Tese intitulada “Ação triboquímica do ciclo mastigatório na resistência ao cisalhamento de resinas compostas” (Bolsa CNPq).

A Deus Pai, pelo dom da vida e
à Mãe Maria Santíssima pela constante presença em meu caminho.

*"Tudo neste mundo tem seu tempo;
cada coisa tem sua ocasião.
Há um tempo de nascer e tempo de morrer;
tempo de plantar e tempo de arrancar;
tempo de matar e tempo de curar;
tempo de derrubar e tempo de construir;
Há tempo de ficar triste e tempo de se alegrar;
tempo de chorar e tempo de dançar;
tempo de espalhar pedras e tempo de juntá-las;
tempo de abraçar e tempo de afastar;
Há tempo de procurar e tempo de perder;
tempo de economizar e tempo de desperdiçar;
tempo de rasgar e tempo de remendar;
tempo de ficar calado e tempo de falar.
Há tempo de amar e tempo de odiar
tempo de guerra e tempo de paz."*

(Eclesiaste 3, 1-8)

Aos meus pais **Edgard Martins Contente** e **Inês Giamatei Contente**,
à minha irmã **Simone Martins Giamatei Contente Zanardi**,
à minha tia-madrinha **Antônia Maria Giamatei** e
ao meu namorado **Bruno Roberto de Freitas Cosmi**
pelo amor e apoio incondicionais e porque sem vocês nada teria sentido.

A minha orientadora **Profª. Dra. Maria Cristina Borsatto**
por acreditar que eu seria capaz de enfrentar mais essa etapa.

Ao meu grande amigo e coorientador **Prof. Dr. Rodrigo Galo**,
pela participação mais que efetiva na realização desta tese.

Ao meu amigo **Prof. Dr. José Tarcísio Lima Ferreira**,
pelo conselho dado no momento certo.

Às **Crianças**,
pela essência de pureza que emitem em cada resposta.

Em especial a: Bruno Garcia Desidério Fernandes, Lucas Henrique Ferrari Silva, Maria Eduarda Lanfredi Matsumoto, Augusto Kenzo e Larissa Ayumi Yoshioka Lanfredi, Giovana Escabora Lousano, Maria Clara Nogueira de Aquino Berccelli, Laura e Pedro Corrêa Afonso, João Pedro Vieira de Melo, Enrico e Betina Paes Torres Mantovani, Maria Luiza Gomes da Silva Cavalcante, Pedro Almeida Bachmann, Lucas Ayello Leite, Hugo Ayello Paura, Lívia Ayello de Campos, Laís Rosa Lopes e às crianças do "Instituto Crescer Cidadão".

*"Jesus disse: Deixem vir a mim as crianças e não as impeçam,
pois o Reino de Deus pertence aos que são semelhantes a elas."*

(Lucas 18, 16)

Aos meus pais **Inês Giamatei Contente** e **Edgard Martins Contente**

Mãe, não sei como agradecer todo seu amor incondicional! Todo seu apoio, sua fé, sua confiança e o jeitinho desligado que só a senhora tem! Obrigada por me acolher nos momentos difíceis tendo a paciência de ouvir meu chororô e sempre ter uma palavra confortante para dizer nestes momentos. Perdi a conta de quantas vezes o telefone tocou quando eu estava indo te ligar! Sintonia pura! A senhora sabe que só a sua voz consegue me acalmar! Obrigada por essa mãe maravilhosa e cúmplice que a senhora sempre foi!

Pai, é muito difícil encontrar palavras suficientes para agradecer tudo que o senhor sempre fez para nos educar. Sempre muito sério, sistemático e na maioria das vezes em silêncio (também com três mulheres em casa é difícil encontrar espaço pra falar), mas sempre muito orgulhoso de nossas conquistas e sempre disposto a responder nossas perguntas mais exóticas: "Pai, acendeu uma luz no painel do carro que parece um submarino!", e lá vai o senhor nos dar uma aula sobre o que estava acontecendo! Obrigada pelo pai presente que o senhor é!

À minha tia-madrinha **Antônia Maria Giamatei**

Mã, já escrevi e reescrevi essa parte umas dez vezes. É impossível expressar somente em palavras o que sinto. É mais que amor, mais que carinho, mais que admiração, é uma confusão de sentimentos que só Deus saberia traduzir! Uma das pessoas mais tímidas que conheço, mas também a mais generosa e altruísta que existe, sempre pensando nos outros. Companheira, honesta, elegante e super cúmplice! Obrigada por TUDO que você sempre fez! Por TUDO que você é e por TUDO que você faz! Você sabe a importância que tem na minha vida e não escondo isso de ninguém (mesmo você pedindo)! Obrigada por participar tão efetivamente na minha criação, desde as primeiras letrinhas até este título! Tudo isso também é seu!

À minha irmã Simone Martins Giamatei Contente Zanardi

Filho, (sim é FILHO mesmo), o que seria de mim se Deus não tivesse nos colocado na mesma família? Sei lá, acho que eu te procuraria no mundo inteiro porque eu não consigo viver sem você! Mesmo estando longe nossa sintonia é perfeita. Sabemos o que a outra quer só pelo olhar, aliás, às vezes nem precisa olhar! Sinto muita falta de quando morávamos ainda na casa dos nossos pais, das nossas risadas do nada, da pipoca toda noite e das coisas engraçadas que você soltava do nada! Te amo, só isso! O resto eu nem sei dizer!

Ao meu namorado Bruno Roberto de Freitas Cosmi

Bruno, quando nos conhecemos eu era uma recém-doutoranda cheia de dúvidas e rebeldias. Queria abandonar tudo e mudar totalmente o rumo da minha carreira, mas tinha vergonha de olhar pra minha família e dizer que havia desistido. Aí, você me deu a maior bronca, me disse para deixar de ser "mimada", enfrentar as coisas de frente, parar de chorar e lutar pelo que eu acreditava e queria. E assim o fiz: enxuguei as lágrimas, virei a página, parei de dar importância ao que não tem importância e segui em frente. O tempo passou e decidimos ficar juntos. A partir daí você vivenciou cada segundo dessa etapa: seminários, projeto, artigos para publicar, figuras para formatar, painel de congresso, exame de qualificação, análise estatística, revisão da literatura... Enfim, dividiu comigo todas as agonias e também todas as alegrias. Obrigada pelo companheirismo, pela paciência e pela determinação! Obrigada pelo orgulho que você sente a cada etapa concluída! É bom demais ter você por perto!

Ao meu amigo **Rodrigo Galo**

Rodrigo, o que seria desse trabalho sem sua colaboração? Nada... ele não teria existido! Não sei nem como começar a agradecer toda sua dedicação, sua empolgação, seu empenho e sua ajuda! Obrigada por cada segundo que passamos juntos no laboratório durante a preparação dos espécimes, por cada segundo que passamos no MSN, você lá em Portugal e eu aqui, por cada letra que você me ajudou a escrever desde o projeto até à versão final! Obrigada pela análise estatística dos dados, por passar sábados, domingos e feriados trabalhando comigo! Existem coisas na vida que fortuna nenhuma paga e sua amizade é uma delas. Obrigada pela sinceridade e cumplicidade em todos os momentos. Agradeço a Deus sua presença em minha vida!

À minha orientadora **Profa. Dra. Maria Cristina Borsatto**

Maria, você é muito mais que uma orientadora! Seu entusiasmo e sua dedicação inspiram todo mundo que trabalha em sua equipe! Obrigada pelos momentos no laboratório, por todos os ensinamentos na clínica, por suas ligações para contar coisas boas e pelo incentivo de sempre seguir em frente! Obrigada por ser um exemplo de ética e honestidade! Obrigada por cada conselho, cada conversa e por cada gargalhada que você deu durante esses anos de convivência! Serei uma eterna "Borsalette"!

À **Micheli Cristina Leite Rovanholo,**

Mi, obrigada pelo apoio sempre carinhoso durante todo o curso de pós-graduação. A vida nos dá de presente pessoas que jamais esqueceremos e que a cada dia gostamos mais. Você é um exemplo de competência, dedicação e companheirismo! Sinta-se abraçada por mim todos os dias de sua vida! Te adoro!

Aos amigos **Camila Scatena e Daniel Galafassi**

Camí e Tchê, amigos são os irmãos que escolhemos. Obrigada pela doce presença de vocês na minha vida acadêmica e pessoal. Conviver com pessoas assim torna tudo mais interessante.

À amiga **Cristina Bueno Brandão**,

***Brands**, minha companheira de orientadora! Obrigada pelo determinismo e por me apoiar nos momentos de desespero! Sou sua fã!*

Aos amigos **Lucas Adão Contente Zanardi**, **Rodrigo Alexandre Valério**, **Driely Barreiros**, **Cíntia Guimarães de Almeida**, **Alessandra Marques Corrêa Afonso**, **Jaciara Miranda Gomes da Silva**, **Carolina Paes Torres Mantovani**, **Jackelline de Lemes Giuntini**, **Ana Paula Vieira**, **Fátima Rizóli**, **Vilma Barcelos Otani**, **Daniela Mendonça Coço Meirelles**, **Ditinha Rodrigues**, **Renata Aparecida Rodrigues**, **Lisa Aquino**, **Valter Afonso Filho**, **Mônica Pillegi Rímolo**, **Roberto Rossanez**, **Rose Berccelli**, **Sheila Maria Garcia da Silveira**, **Ana Cristina Biagini**, **Renata Cristina Francisco**, **Ana Paula Ramos Bernardes da Silva**, **Denise Carvalho de Mello** e a todos aqueles que se fizeram presentes!

***Lindezas**, sem a presença e o apoio de vocês nada seria tão importante. Obrigada pelo incentivo, pela amizade e pelo companheirismo. Cada um à sua maneira foi indispensável neste trabalho! Vocês são a família ribeirão-pretana que Deus me deu de presente!*

Aos funcionários, pacientes e terapeutas da **Associação Civil Ponte para a Luz**, em especial à Senhora **Marlei Balbo**, à **Renata Cristina Francisco** e à **Maria Aparecida Kroll Moratto**:

***"Vô"**, obrigada por permitir que eu evolua energeticamente colocando em prática o amor e os ensinamentos da Acupuntura. Esses anos de convivência foram fundamentais para meu amadurecimento!*

***Renata**, você é minha irmã de alma. É certo que nossa amizade vem de outras vidas! Obrigada pelo carinho, amor e pela amizade sem barreiras!*

***Amiiiiiga Cidinha**, certas coisas são impossíveis de se agradecer apenas com palavras, mas tenho que demonstrar minha gratidão pela pessoa que você é e pelos exemplos e ensinamentos de cada encontro. Gratidão demais!*

À Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, na pessoa do atual diretor **Prof. Dr. Valdemar Mallet da Rocha Barros:**

Professor Valdemar, faço questão de contar a todos a minha gratidão ao senhor durante um momento muito difícil ainda no curso de graduação. O tempo passou e meu carinho só aumenta! Obrigada por sua presença em minha formação!

À Coordenação do Curso de Pós-Graduação em Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, na pessoa da Coordenadora **Profa. Dra. Lêa Assed Bezerra da Silva**

À **Profa. Dra. Aldevina Campos de Freitas**, grande exemplo de dedicação, competência, paciência e amor à Odontologia.

Aos docentes do Departamento de Clínica Infantil da FORP-USP: **Prof. Dr. Adilson Thomazinho, Profa. Dra. Aldevina Campos de Freitas, Profa. Dra. Alexandra Mussolino de Queiroz, Profa. Dra. Andara De Rossi, Prof. Dr. Fábio Lourenço Romano, Prof. Dr. José Tarcísio de Lima Ferreira, Profa. Dra. Kranya Victoria Díaz Serrano, Profa. Dra. Lêa Assed Bezerra da Silva, Profa. Dra. Maria Bernadete Sasso Stuaní, Profa. Dra. Maria da Conceição Pereira Saraiva, Profa. Dra. Mírian Aiko Nakane Matsumoto, Prof. Dr. Paulo Nelson Filho, Profa. Dra. Raquel Assed Bezerra da Silva, Profa. Dra. Sada Assed**

Agradecer os ensinamentos recebidos não é o bastante. Cada teve sua importância, não só na minha formação profissional, mas também na minha formação como ser humano. Obrigada por fazerem parte da minha história!

Aos funcionários do Departamento de Clínica Infantil da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto: **Dr. Francisco Wanderley Garcia de Paula e Silva, Dra. Carolina Paes Torres Mantovani, Dra. Marília Pacífico Lucisano, Marco Antonio dos Santo, Nilza Letícia Magalhães, Fátima Aparecida Jacinto, Fátima Aparecida Rizoli, Carmo Eurípedes Terra Barretto**

Aos funcionários **Filomena Leli Placciti** e **Matheus Morelli Zanela**:

Filó e Matheus, vocês são incríveis. Obrigada pelo carinho, pela atenção e pela disponibilidade de sempre!

Às funcionárias da Seção de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, **Isabel Cristina Galino Solá**, **Regiane Cristina Moi Sacilloto** e **Mary Possani Carmessano**.

Belzinha, Likiki e Mary, obrigada pela dedicação, empenho, carinho e competência com que sempre me atenderam! O melhor de tudo é resolver todos os problemas e ainda ganhar um sorriso e um abraço!

Aos **Alunos** do Curso de Pós-Graduação em Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo.

Ao **CNPq – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico**
Agradeço a bolsa de estudos concedida durante este curso.

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a concretização deste trabalho, meus sinceros agradecimentos.

SUMÁRIO

RESUMO	19
ABSTRACT	21
INTRODUÇÃO	23
PROPOSIÇÃO	33
MATERIAL E MÉTODOS	37
RESULTADOS	53
DISCUSSÃO	77
CONCLUSÕES	87
REFERÊNCIAS	91
ANEXO	99

RESUMO

Contente, MMMG. **Ação triboquímica do ciclo mastigatório na resistência ao cisalhamento de resinas compostas**. Ribeirão Preto, 2013. 102p. [Tese de Doutorado]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo; 2013.

Este trabalho avaliou *in vitro* a ação de estímulos triboquímicos que simulam o ciclo mastigatório na resistência ao cisalhamento de duas resinas compostas Filtek P90®-3M ESPE (P) e Z250®-3M ESPE (Z) com e sem presença de contaminação salivar, assim como a liberação de íons e a qualidade e a quantidade do desgaste produzido. A amostra foi composta por 12 grupos experimentais (n=5): P1 e Z1, sem contaminação/contra dente decíduo; P2 e Z2, com contaminação/contra dente decíduo; P3 e Z3, sem contaminação/contra dente permanente; P4 e Z4, com contaminação/contra dente permanente; P5 e Z5 sem contaminação (controle); P6 e Z6 com contaminação (controle). Ensaio de tribocorrosão foram efetuados na configuração pino-placa de deslizamento linear alternativo, na presença da solução de saliva artificial, carga de 3N e frequência de 1Hz, totalizando 900 ciclos de desgaste durante 15 minutos. As pistas de desgaste foram caracterizadas por MEV, EDX e XRD e o volume de desgaste por análise da variação de massa. A MEV demonstrou que os grupos Z apresentaram maior quantidade de desgaste quando comparados aos grupos P e que os antagonistas de dente permanente apresentaram maior quantidade de resíduos do material desgastado que os antagonistas em dentes decíduos. A análise por XRD não apresentou variação na caracterização de nenhuma das amostras quando se comparou os espécimes antes e após a realização dos experimentos. Na análise por EDX observou-se picos correspondentes aos elementos Ítrio e Silício para os antagonistas dos grupos P e de Zircônia para os dos grupos Z. Os dados obtidos pelo ensaio de nanoindentação não apresentaram diferença estatisticamente significativa para nenhum dos grupos estudados (ANOVA e Teste de Duncan $p \leq 0,05$). Nenhuma diferença estatisticamente significativa foi encontrada pelos corpos de prova em resina composta ou antagonistas em nenhum dos grupos estudados quando da análise da

variação de massa. Os valores de resistência ao cisalhamento foram: P1 11,20 ($\pm 1,44$); P2 9,28 ($\pm 1,88$); P3 8,94 ($\pm 1,03$); P4 5,76 ($\pm 1,47$); P5 17,50 ($\pm 3,28$); P6 15,31 ($\pm 1,19$); Z1 12,17 ($\pm 1,56$); Z2 9,60 ($\pm 1,56$); Z3 10,79 ($\pm 3,33$); Z4 9,14 ($\pm 2,06$); Z5 9,77 ($\pm 2,27$) e Z6 9,22 ($\pm 1,98$). Os valores de resistência ao cisalhamento foram menores para os grupos P submetidos à contaminação salivar. Na análise de ICP-MS maior liberação de íons Cálcio foi constatada em todos os grupos. A liberação de íons Fosfato foi observada na solução resultante do ensaio tribológico do corpo de prova em resina composta P90 contra antagonista dente permanente. Conclui-se que não há alterações químicas na superfície das resinas após o ensaio mecânico de desgaste e a resina composta P90 apresentou os menores valores de resistência ao cisalhamento em comparação com a resina Z250. A contaminação salivar interferiu negativamente nos valores de resistência ao cisalhamento quando a resina composta P90 foi avaliada. Dente utilizado como contra corpo não teve sua superfície alterada pela incorporação de resíduos de desgaste da resina composta, mantendo o módulo de elasticidade e a nanodureza, sendo que o desgaste ocorreu de forma mais acentuada nas restaurações de resina composta Z250. A liberação de íons Cálcio foi maior que a de íons Fosfato em todas as situações analisadas e a liberação de íons Fosfato foi maior na situação em que o corpo de prova em resina composta P90 foi submetido ao ensaio tribológico contra antagonista dente permanente. O ciclo mastigatório interferiu na resistência ao cisalhamento da resina composta P90.

Palavras-chave: tribologia; resistência adesiva; nanodureza; desgaste dentário.

ABSTRACT

Contente, MMMG. **Tribocorrosion effects of masticatory cycle on the composite resins shear bond strength**. Ribeirão Preto, 2013. 102p. [Tese de Doutorado]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo; 2013.

This study evaluated *in vitro* the action of tribochemical stimuli simulating the masticatory cycle on the shear bond strength of two composite resins Filtek P90®-3M ESPE (P) and Z250®-3M ESPE (Z) with and without salivary contamination, as well as the release of ions and the quality and amount of composite resin/tooth wear. Twelve experimental groups (n=5) were formed: P1 and Z1, without contamination/against primary tooth; P2 and Z2, with contamination/against primary tooth; P3 and Z3, without contamination/against permanent tooth; P4 and Z4, with contamination/against permanent tooth; P5 and Z5, without contamination (control); P6 and Z6, with contamination (control). Tribocorrosion assays were performed using the pin-on-plate configuration under linear reciprocating sliding, in the presence of an artificial saliva solution and under 3 N load and 1 Hz frequency, totalizing 900 wear cycles during 15 minutes. The wear was characterized by SEM, EDX and XRD analyses and the wear volume was determined by mass variation analysis. The SEM analysis showed that the Z groups presented more wear than the P groups, and that the permanent tooth antagonists presented more worn material residues than the primary tooth antagonists. The XRD analysis did not reveal variation in the characterization of any of the samples, comparing the specimens before and after the experiments. The EDX analysis revealed peaks corresponding to the elements yttrium and silicon for the P groups' antagonists and zircon for the Z groups' antagonists. Data from the nanoindentation test did not show statistically significant difference for any of the groups (ANOVA and Duncan test $p \leq 0.05$). For the mass variation analysis, no statistically significant difference was found between the composite resin specimens or antagonists in any of the groups. The shear bond strength results were: P1 11.20 (± 1.44); P2 9.28 (± 1.88); P3 8.94 (± 1.03); P4 5.76 (± 1.47); P5 17.50 (± 3.28); P6 15.31

(± 1.19); Z1 12.17 (± 1.56); Z2 9,60 (± 1.56); Z3 10.79 (± 3.33); Z4 9.14 (± 2.06); Z5 9.77 (± 2.27) and Z6 9.22 (± 1.98). The shear bond strength values were lower in the P groups subjected to salivary contamination. The ICP-MS analysis revealed greater calcium ion release in all groups. Regarding phosphate ion, greater release was observed in the solution resulting from the tribological assay when the P90 composite resin specimens were tested against permanent tooth antagonists. In conclusion, there were no chemical alterations on resin surface after the mechanical wear assay and P90 composite resin presented lower shear bond strength values than Z250 composite resin. Salivary contamination affected negatively in the shear bond strength values when P90 resin composite was evaluated. Teeth used as counterbody did not have their surface altered by the incorporation of composite resin wear residues, maintaining the modulus of elasticity and nano-hardness, and the wear was more accentuated in the Z250 composite resin restorations. There was greater release of calcium ions compared with phosphate ions in all analyzed situations and the release of phosphate ions increased when P90 was subjected to tribological assay against a permanent tooth antagonist. Tribochemical stimuli simulating the masticatory cycle interfered with the shear strength of composite resin P90.

Key words: tribology; shear bond strength; nano-hardness; tooth wear.

Introdução

Avanços científicos e tecnológicos significativos têm sido observados em todas as áreas da Saúde e diante desses avanços o modelo cirúrgico-restaurador baseado nos princípios preconizados por Black vem sendo paulatinamente modificado por conceitos que visam primordialmente a realização de procedimentos restauradores menos invasivos, possibilitando a preservação do tecido dentário sadio bem como a prevenção das doenças bucais (Cozean et al., 1997; Borsatto et al., 2002).

Grande enfoque tem sido dado à estética das restaurações dentárias. Neste sentido, a evolução dos materiais restauradores, o aprimoramento dos equipamentos odontológicos e novas tecnologias têm contribuído para a reconstrução estética e reabilitação harmoniosa dos pacientes. A restauração de dentes permanentes e decíduos ainda é objeto de estudo, principalmente no que diz respeito às falhas encontradas na interface dente/restauração. Esta preocupação direciona diversas pesquisas que tem como objetivo o desenvolvimento do material restaurador ideal cuja escolha sempre foi dificuldade para o Cirurgião Dentista. Diversos aspectos devem ser considerados, dentre eles a possível ocorrência de falhas que por vezes independem do cuidado profissional. Dentre inúmeras deficiências as mais comuns são a biocorrosão, fadiga, fraturas, infiltração marginal, adesão e desgaste relacionados aos aspectos mecânicos-biomecânicos, químico-bioquímicos, ou a associação de ambos (Ratner et al., 2004).

Os dentes são formados por tecidos diferenciados e de origem embriológica diversa, constituídos por um tecido conjuntivo frouxo – a polpa – protegido e contido por tecidos mineralizados – dentina, esmalte e cemento. A dentina é um tecido conjuntivo avascular especializado e mineralizado de origem ectomesenquimática que constitui a maior parte do dente. Sua superfície interna delimita a cavidade pulpar, é

recoberta pelo esmalte em sua porção coronária e pelo cimento em sua porção radicular. Trata-se de um tecido biológico hidratado – composto por 70% de material inorgânico, 18% de material orgânico e 12% de água em peso – cujas propriedades e componentes estruturais variam de acordo com a área analisada. Sua porção inorgânica é constituída por cristais de hidroxiapatita, enquanto a porção orgânica é composta por diversos tipos de colágeno, glicoproteínas, proteoglicanos e proteínas não colágenas (Ten Cate, 2001; Mjör, 2009; De Menezes Oliveira et al., 2010). A dentina é estruturada por canalículos orientados denominados túbulos dentinários. Os túbulos que convergem em direção à câmara pulpar são formados à medida que os odontoblastos sintetizam a matriz dentinária em direção centrípeta, deixando no interior deste túbulo seu prolongamento celular – o prolongamento odontoblástico – e o fluido tecidual derivado do tecido pulpar, fluido este responsável por manter a pressão interna do canalículo (Pashley e Livingston, 1978; Mjör, 2009).

O esmalte dentário é mais resistente ao desgaste do que a dentina, tanto em dentes decíduos quanto em dentes permanentes e este ocorre principalmente na superfície oclusal da coroa dentária (Magne et al., 1999). O desgaste excessivo pode interferir na função mastigatória, no crescimento facial da criança ou resultar em uma desordem buco-facial, ocasionando sensibilidade nos dentes, disfunção têmporomandibular (DTM), entre outras (Koczorowski e Włoch, 1999).

A literatura odontológica descreve formas adicionais de processos destrutivos crônicos que, podem levar à perda irrevogável de estrutura dentária (Zipkin et al., 1949), incluindo lesões de cárie, trauma e ação corrosivo-erosivo por alimentos e bebidas (Lussi, 1996; Maupomé et al., 1998; Rakhmatullina et al., 2013).

O conhecimento das propriedades mecânicas da dentina é essencial para se entender tanto as alterações estruturais causadas pela doença cárie quanto àquelas que ocorrem em resposta aos estímulos fisiológicos da boca, assim como para definir qual o melhor tipo de tratamento desde o preparo cavitário até à escolha do material restaurador.

A caracterização das propriedades mecânicas do esmalte e da dentina e as tensões distribuídas para o dente durante a mastigação são fundamentais para a determinação do estresse e da tensão produzidos nas restaurações dentárias (Spears, 1997). A interface entre a dentina e o esmalte, conhecida como junção amelo-dentinária (JAD), possui um papel fundamental na função do dente, permitindo que o esmalte e a dentina atuem conjuntamente durante o ciclo mastigatório. Estudos da JAD têm sido realizados por meio de análise imuno-histoquímica (Risnes et al., 2002), microscopia eletrônica de transmissão – TEM – e microscopia eletrônica de varredura – MEV (Ten Cate, 1978; Lin et al., 1993), autofluorescência (Gallagher et al., 2003) e, espectroscopia Raman (Schulze et al., 2004). As funções desta região também foram estudadas por microscopia de força atômica – AFM – e nanoindentação (Marshall et al., 2000), e observou-se que a JAD pode deter a propagação de rachaduras (Imbeni et al., 2005).

O efeito da orientação dos túbulos na dureza dos dentes foi verificado por Xu et al. (1998) no qual avaliaram por meio de dureza Vickers e MEV a anisotropia das propriedades mecânicas do dente, constatando que a dureza e módulo de elasticidade foram maiores na área oclusal comparadas às secções longitudinais. Este mesmo trabalho demonstra também a inter-relação entre as rachaduras formadas na superfície do esmalte e a orientação e a microestrutura dos túbulos dentinários. Lees

e Rollins (1972) encontraram módulo de elasticidade com valores médios de 125 e 115 GPa nas áreas oclusais e longitudinais, respectivamente. A dureza e o módulo de elasticidade dos dentes são maiores na região oclusal do que na axial devido ao grau de mineralização do tecido, variando em 1% no volume de hidroxiapatita mineralizada (Staines et al., 1981).

O atrito entre os dentes é um processo natural e inevitável (Koczorowski e Włoch, 1999). Dentes permanentes jovens possuem camada de esmalte com dimensão de 2 a 3 mm recobrindo toda a porção coronária (De Menezes Oliveira, 2010). Com a idade e a ação de fatores fisiológicos e patológicos, o esmalte vai sendo degradado pela mastigação ocorrendo, em diversos casos, exposição dentinária. Sendo assim, compreender o comportamento do atrito e do desgaste dos dentes humanos pode ajudar no planejamento e no tratamento clínico, bem como no desenvolvimento de novos materiais restauradores.

Diversas técnicas e dispositivos tem sido utilizados para se avaliar o desgaste dentário e é compreensível que equipamentos de simulação de desgaste no sistema de pino-disco não consigam reproduzir a complexidade das condições da boca. Alguns simuladores sofisticados foram desenvolvidos e apresentam características que reproduzem, *in vitro*, procedimentos de desgaste de restaurações de dentes humanos de maneira satisfatória, no entanto, ainda são necessários estudos e aprimoramentos para que um aparelho que simule movimentos fisiológicos ou padrões de mastigação do sistema estomatognático humano seja desenvolvido (Galo, 2008).

A mastigação é um processo complexo e envolve diversos fatores. Parâmetros que caracterizam a mastigação como força de mordida, velocidade e a aceleração da mandíbula variam e dependem do tipo de alimento, tamanho do bolo alimentar e ação

química e física da saliva. Existem muitas descrições dos ciclos mastigatórios, mas há concordância no que diz respeito à sua divisão em duas fases: I – fase de fechamento: quando os dentes são levados em contato; e II – fase de abertura: quando os dentes são separados. Durante a primeira fase o alimento é comprimido, e se opõe ao contato dos dentes. Nesta fase um dos fatores importantes para avaliar a força mastigatória é o tipo de alimento, sendo os molares os principais dentes a realizar esta função devido a sua forma e à dinâmica mastigatória (Reilly et al., 2001; Shimizu et al., 2005).

É bem conhecido que a força utilizada na mastigação não é constante. Com base em muitos trabalhos pode-se supor que a forma da curva de força é semelhante à metade positiva de uma curva de seno (Hu et al., 1999). Entretanto, Kohyama et al. (2004), mostraram que a cinética da mastigação demonstra uma curva assimétrica, e depende do tipo de alimento ingerido, sendo que os valores podem variar entre 33 a 37N para os incisivos e de 100 a 127N para os molares. Os maiores valores foram registrados por Osborn et al., 1997 (Paphangkorakit e Osborn, 1997), que também apontaram variação na força máxima de mordida (70-370N). Na visão da tribologia, que é a ciência que estuda o atrito e suas consequências em superfícies em movimento relativo, é mais importante o contato do que a força aplicada (Ravikiran e Lim, 1999). Há na literatura grande controvérsia em relação aos valores de pressão aplicada nos dentes, uma vez que a pressão requerida em sua cinética específica na mandíbula depende da consistência do alimento.

A cinética da mastigação é dependente do paciente e do tipo de alimentação (Kim et al., 2001). Existem tipos de testes e pesquisas que simulam as condições reais de mastigação e tentam reproduzir o que acontece na boca. Assim é importante registrar o atrito nesses testes, para permitir a obtenção das características do

processo mastigatório e utilizá-los para avaliar a resistência ao desgaste do material odontológico investigado (Sajewicz, 2006).

O comportamento do desgaste do esmalte humano em forças cíclicas é substancialmente diferente daquelas de contato constante e o tipo de força tem influência no processo de desgaste (Sajewicz e Kuleza, 2007). O efeito e o tipo de carga utilizada foram também confirmados durante o experimento de Hu et al. (1999). Diante disso, pode-se afirmar que o processo e o tipo de desgaste no dente são diferentes durante cada fase do mesmo ciclo mastigatório.

Diversos materiais odontológicos com diferentes composições, indicações e propriedades físico-químicas foram desenvolvidos e são comercializados. Esta gama de produtos disponíveis, muitas vezes, dificulta a seleção do material adequado a determinada situação clínica. Dentre estes materiais, os materiais restauradores estéticos têm sido amplamente utilizados em Odontopediatria como opção para o tratamento restaurador.

Os ensaios de resistência à ligação ao esmalte, vem sendo os métodos de escolha na avaliação da força sob a ação da qual a junção adesiva se rompe, destacando-se os testes de resistência à tração e ao cisalhamento. Todas as forças que agem sobre a união de um material restaurador ao dente, podem ser decompostas em componentes que atuam em ângulos retos (tração), e paralelos à interface (cisalhamento). Sendo assim, as medidas de resistência ao cisalhamento e à tração são consideradas adequadas para avaliar a força de união dos materiais odontológicos à estrutura dentária. No ensaio de resistência ao cisalhamento a força máxima é exercida ao longo da interface, observando-se na prática, fraturas interfaciais mais reprodutíveis e com menos falhas coesivas. Ao contrário, nos testes

de tração, a força é transmitida através do corpo do material, e falhas coesivas, ao invés de falhas interfaciais podem ocorrer frequentemente (Beech e Jalaly, 1980). Estes testes continuam sendo os mais utilizados, em pesquisas, para a determinação da força de união de materiais ao dente (Busscher et al., 1987).

No entanto, estudos de tribocorrosão avaliando estes materiais são escassos, e, embora seja questionável a capacidade de os testes *in vitro* predizerem o desempenho clínico dos materiais, estes ensaios são de grande valia no desenvolvimento de novos produtos e no controle de determinadas propriedades, uma vez que, a rápida evolução dos materiais restauradores resinosos dificultaria sua avaliação em longo prazo.

Proposição

A proposta deste trabalho foi determinar *in vitro* a ação de estímulos triboquímicos que simulam o ciclo mastigatório na resistência ao cisalhamento de duas resinas compostas, na presença ou não de contaminação salivar assim como a qualidade e a quantidade do desgaste produzido.

Material e Métodos

ASPECTOS ÉTICOS

O presente estudo foi inicialmente submetido à avaliação pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, processo número 2011.1.1123.58.3, CAAE nº 0057.0.138.000-11, tendo recebido parecer favorável à sua execução (Anexo).

Os 70 dentes humanos utilizados nesta pesquisa foram doados pelo Biobanco de Dentes da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, sendo 5 molares decíduos e 5 terceiros molares seccionados para a obtenção dos paralelepípedos utilizados como contra corpo e, 60 terceiros molares utilizados para a confecção dos corpos de prova para o teste de cisalhamento.

INFRAESTRUTURA DISPONIBILIZADA PARA O DESENVOLVIMENTO DO PROJETO

O projeto teve como base de desenvolvimento o laboratório de Análises Físico-Químicas, localizado no Departamento de Clínica Infantil, Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto-USP, com sala para experimentação *in vitro* e o CT2M – Centre for Mechanics and Materials Technologies – da Escola de Engenharia Mecânica da Universidade do Minho, Guimarães, Portugal.

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Os fatores de estudo deste trabalho foram: resina composta em dois níveis (Filtek Z250 e Filtek P90), condição da superfície dentinária em dois níveis (contaminada e não contaminada), ação triboquímica do contra corpo em dois níveis

(dente permanente e dente decíduo). Os experimentos foram realizados obedecendo-se delineamento em blocos completos casualizados com cinco repetições de cada grupo experimental.

As variáveis de resposta foram: resistência adesiva em MPa obtida por meio do ensaio de resistência ao cisalhamento; nanodureza e módulo de elasticidade em GPa obtidos durante o ensaio de nanoindentação; alteração química da solução resultante após ensaios tribológicos fornecida pelo teste de espectrometria de massa com fonte de plasma indutivamente acoplado (ICP-MS); composição química superficial obtida por meio de difração de raios-X (XRD); composição elementar química superficial obtida pelo ensaio de espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDX) e topografia superficial analisada por meio das imagens obtidas nos ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

SELEÇÃO E PREPARO DAS AMOSTRAS

Contra corpo (antagonista)

Molares decíduos recém-esfoliados e terceiros molares humanos hígidos recém-extraídos, armazenados no Biobanco de Dentes Humanos da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, foram examinados com sonda exploradora nº 5 com lupa estereoscópica (Carl Zeiss Jena, Alemanha) com aumento de 20X, descartando-se aqueles com trincas ou anomalias de estrutura. Em seguida, os dentes selecionados (5 terceiros molares e 5 molares decíduos) foram limpos com curetas periodontais, polidos com escovas de Robinson montadas em baixa-rotação embebidas em pedra pomes e água, lavados e mantidos em solução

salina a 0,9 % contendo solução de azida de sódio a 0,4 % em temperatura de 4 °C (Fotos et al., 1990). Previamente ao uso, os dentes foram lavados em água corrente por cerca de 20 minutos para eliminar possíveis traços da solução de armazenamento. Os dentes foram fixados individualmente pela porção coronária com cera termoplástica e levados à máquina de corte (Minitom, Struers A/S, Copenhagen, Dinamarca) na qual a porção radicular, quando presente, foi seccionada 1 mm abaixo da junção amelo-dentinária. A seguir, as porções coronárias foram seccionadas no sentido méso-distal e a partir das superfícies vestibular e lingual de cada dente, foram obtidos fragmentos de 2,0 mm largura, 2,0 mm de espessura e comprimento superior a 6,0 mm de esmalte e dentina, possibilitando a inclusão do paralelepípedo obtido em resina acrílica, conforme explicado em seguida (Figura 1, A e B). As dimensões dos espécimes foram confirmadas utilizando-se paquímetro digital (Myamoto, Tóquio, Japão). As secções foram realizadas em baixa velocidade e sob refrigeração evitando-se fratura ou superaquecimento das estruturas dentárias. Foram obtidos 60 fragmentos, 30 de dentes decíduos e 30 de dentes permanentes, distribuídos em 12 grupos (n=5) de acordo com delineamento em blocos completos e casualizados.

Obtidos os fragmentos, estes foram incluídos em cilindro de resina epóxi (Epofix Kit - Struers, A/S, Ballerup, Dinamarca) de 20,0 mm de altura e diâmetro de 10,0 mm, com auxílio de matriz de Teflon® e delineador para Prótese Parcial Removível, garantindo que o paralelepípedo ficasse posicionado perpendicularmente à superfície do corpo de prova (Figura 1, C).

Figura 1. A – perfil do dente selecionado; B – secção dentária em forma de paralelepípedo obtida após o corte; e C – dimensões do espécime do contra corpo (antagonista). Adaptada de Galo (2008).

Para padronizar a superfície do esmalte os espécimes, incluídos em resina epóxi, foram levados a politriz (Politriz DP-9U2, Struers A/S, Copenhagen, Dinamarca) e submetidos a desgaste com discos de lixa de carbureto de silício #600, #1200 e #2000 (Norton/Saint-Gobain Abrasivos Ltda., Guarulhos-SP, Brasil) sob refrigeração abundante, com o objetivo de planificação e regularização das superfícies. Após regularização das superfícies, os espécimes foram polidos com disco de feltro embebido em 5,0 mL de lubrificante para lixamento e polimento diamantado e 5,0 mL de líquido de policristais de diamante de granulometria 9,0 e 1,0 μm para polimento e desgaste metalográfico (DP – Spray; DP – Lubrificante Blue – Struers, A/S, Ballerup, Dinamarca). Após estes procedimentos, os espécimes foram lavados abundantemente com água destilada e armazenados em estufa a 37°C.

Corpos de prova (dentes de trabalho)

Terceiros molares humanos recém-extraídos, armazenados no Biobanco de Dentes Humanos da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, foram examinados com sonda exploradora nº 5 com lupa estereoscópica (Carl Zeiss Jena, Alemanha) com aumento de 20X, descartando-se aqueles com trincas ou anomalias de estrutura. Em seguida, os 60 dentes selecionados foram limpos com curetas periodontais, polidos com escovas de Robinson montadas em baixa-rotação embebidas em pedra pomes e água, lavados e mantidos em solução salina a 0,9 % contendo solução de azida de sódio a 0,4 % em temperatura de 4 °C (Fotos et al., 1990). Previamente ao uso, os dentes foram lavados em água corrente por cerca de 20 minutos para eliminar possíveis traços da solução de armazenamento. Os dentes foram fixados individualmente pela porção coronária com cera termoplástica e levados à máquina de corte (Minitom, Struers A/S, Copenhagen, Dinamarca). As porções coronárias foram seccionadas no sentido vestibulo-lingual, removendo-se a região de cúspides e de esmalte, obtendo-se discos de dentina de 2,0 mm de espessura. As dimensões dos espécimes foram confirmadas utilizando-se paquímetro digital (Myamoto, Tóquio, Japão). As secções foram realizadas em baixa velocidade e sob refrigeração evitando-se fratura ou superaquecimento das estruturas dentárias.

Os discos de dentina obtidos foram incluídos em resina epóxi (Epofix Kit - Struers, A/S, Ballerup, Dinamarca), com auxílio de uma matriz de PVC de 5,0 mm de altura. Após tempo de presa da resina, os tubos de PVC foram removidos e os espécimes regularizados, planificados e polidos.

Para planificar e regularizar a superfície dentinária, os espécimes foram levados a uma politriz (Politriz DP-9U2, Struers A/S, Copenhagen, Dinamarca) e submetidos a

desgaste com discos de lixa de carbureto de silício #600, #1200 e #2000 (Norton/Saint-Gobain Abrasivos Ltda., Guarulhos-SP, Brasil).

O polimento dos espécimes foi realizado com disco de feltro embebido em 5,0 mL de lubrificante para lixamento e polimento diamantado e 5,0 mL de líquido de policristais de diamante de granulometria 9,0 e 1,0 μm para polimento e desgaste materialográfico (DP – Spray; DP – Lubrificante Blue – Struers, A/S, Ballerup, Dinamarca). Após estes procedimentos, os espécimes foram lavados abundantemente com água destilada e armazenados a uma temperatura de 4°C por 24 horas, com o propósito de favorecer a reumidificação do substrato.

A amostra foi distribuída em 12 grupos ($n=5$), de acordo com delineamento em blocos completos e casualizados, e cada espécime recebeu o material restaurador especificado, conforme instruções do fabricante (Quadro 1).

Os materiais odontológicos utilizados neste estudo foram: Resina Composta Filtek P90 (3M/ESPE St Paul, MN 55144-1000, EUA) e Resina Composta Filtek Z250 (3M/ESPE St Paul, MN 55144-1000, EUA).

Quadro 1 – Distribuição dos grupos experimentais

GRUPOS	MATERIAL	CONTAMINAÇÃO	CONTRA CORPO
P1	Filtek P90	ausente	decíduo
P2		contaminado	decíduo
P3		ausente	permanente
P4		contaminado	permanente
P5		ausente	controle
P6		contaminado	
Z1	Filtek Z250	ausente	decíduo
Z2		contaminado	decíduo
Z3		ausente	permanente
Z4		contaminado	permanente
Z5		ausente	controle
Z6		contaminado	

Confecção dos cilindros de Resina Composta

Decorridas 24 horas, os espécimes foram mantidos em temperatura ambiente durante 2 horas e, então, foram submetidos à profilaxia com escova de Robinson, montada em micromotor de baixa-rotação, embebida em pasta de pedra pomes e água durante 10 segundos. Em seguida, os dentes foram lavados com água durante 10 segundos, para remoção dos resíduos de pedra pomes e secos durante 10 segundos com jato de ar.

A superfície dentinária a ser avaliada, foi delimitada por uma matriz de Teflon[®], com orifício central de 5,0 mm de diâmetro e 2,0 mm de altura, cujo objetivo foi padronizar a área de adesão para que os valores obtidos no teste de resistência ao cisalhamento fossem referentes apenas à região especificada. A delimitação da área, também permitiu evitar o excesso de sistema adesivo na superfície, o que também poderia interferir na distribuição das tensões durante o teste, assim como assegurar que, posteriormente, o cilindro de resina composta fosse aderido somente à superfície dentinária, evitando possível adesão aos tecidos adjacentes.

- Resina Composta Filtek P90

Nos grupos P1, P3 e P5 não foi realizado nenhum tipo de contaminação e o cilindro de resina composta foi confeccionado conforme as instruções do fabricante.

As superfícies dos P2, P4 e P6 foram contaminadas com 10µL de saliva humana fresca (coletada de único doador com auxílio de uma micropipeta) durante 20 segundos, para simular uma contaminação não notada durante procedimento clínico. Após contaminação, a superfície dentinária foi seca com jato de ar durante 20 segundos e o procedimento restaurador padronizado para todos os grupos.

Após delimitação da área pela matriz de Teflon®, foi aplicado o Primer auto-condicionante (Self-Etch Primer P90, 3M/ESPE AG, D-82229, Seefeld - Alemanha) com ponta aplicadora descartável (Microbrush – Microbrush Corporation, Orlando, FL 32837, EUA), esfregando-se durante 15 segundos, aplicação de suave jato de ar (5 segundos) para uniformização da camada e polimerização durante 10 segundos, com fonte de luz halógena de intensidade de 670mW/cm² de potência, medida com um radiômetro (Demetron Research Corporation, Danbury, CT, EUA). Em seguida, foi realizada a aplicação do sistema adesivo (Bond P90, 3M/ESPE AG, D-82229, Seefeld - Alemanha) com ponta aplicadora descartável, tomando-se o cuidado de cobrir toda a área, uniformização da camada com a aplicação de suave jato de ar durante 5 segundos e fotopolimerização por 10 segundos. O material restaurador Filtek P90 foi colocado por meio de técnica incremental, tomando-se cuidado para que cada incremento não ultrapassasse a dimensão de 1,0 mm. Cada incremento da resina composta foi fotopolimerizado durante 40 segundos.

- Resina Composta Filtek Z250

Nas superfícies dentinárias dos grupos Z1, Z3 e Z5 não foi realizado nenhum tipo de contaminação e o cilindro de resina composta foi confeccionado conforme instruções do fabricante. Os espécimes dos grupos Z2, Z4 e Z6 tiveram suas superfícies contaminadas da mesma maneira que os espécimes dos grupos P2, P4 e P6.

Após condicionamento com ácido fosfórico a 37% durante 15 segundos, seguido de lavagem por 30 segundos e remoção do excesso de água com papel absorvente durante 5 segundos, foram aplicadas duas camadas consecutivas do sistema adesivo (Adper Single Bond 2, 3M/ESPE St Paul, MN 55144-1000, EUA). A primeira camada foi aplicada com a ponta aplicadora descartável saturada, esfregando-se durante 15 segundos e aplicando-se suave jato de ar por 10 segundos para evaporação do solvente. A segunda camada do sistema adesivo foi agitada durante 15 segundos, submetida à aplicação de suave jato de ar por 10 segundos para evaporação do solvente e então fotopolimerizada por 10 segundos. O material restaurador Filtek Z250 foi colocado por meio de técnica incremental, onde cada porção não ultrapassou a espessura de 1,0 mm e foi fotopolimerizada durante 20 segundos.

Realizada a confecção dos cilindros de resina composta em todos os grupos, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C, durante 48 horas, e a seguir termociclados automaticamente, por meio de banhos alternados às temperaturas de 5°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) e 55°C ($\pm 2^\circ\text{C}$). O tempo de imersão foi de 30 segundos, perfazendo um total de 500 ciclos. Após a ciclagem térmica, os dentes foram lavados e mantidos em

água destilada a 37°C em estufa, durante 24 horas. Decorridos este tempo, foram retirados, secos com jato de ar e levados ao ensaio tribológico.

ENSAIOS REALIZADOS

Ensaio Triboquímico

Foram efetuados ensaios em regime de deslizamento linear alternativo na configuração pino-placa que permitiram distinguir, em termos de mecanismo de ação, a influência do impacto do deslizamento simples. Como antagonistas foram utilizados paralelepípedos de dentes humanos hígidos permanentes e decíduos conforme demonstrado na Figura 1. Os testes foram realizados com os espécimes imersos em solução de saliva artificial (lubrificante), preconizada por Fusayama et al. (1963), constituída de NaCl (400 mg/L), KCl (400 mg/L), $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (795 mg/L), $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (690 mg/L), $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (5 mg/L) e ureia (1000 mg/L) em água deionizada e seu pH final é 5,5.

O teste tribológico foi realizado *in vitro* na configuração de pino-placa, com movimento de deslizamento alternativo da amostra de dente/material odontológico, com área de 3.785 cm², com um trajeto completo de 4,0 mm (stroke), e o antagonista (pino de dente humano) fixo de área de 4,0 mm². Os valores tribológicos foram registrados em um tribômetro (Tribometer TE 67, Plint, Tribology Products, Reino Unido). Foram utilizados como parâmetros tribológicos cargas de 3N e frequência de 1 Hz para todos os testes de desgaste totalizando 900 ciclos em 15 minutos em temperatura controlada de 25°C, sendo que os ensaios eram iniciados 1 minuto após o posicionamento do antagonista contra a superfície do dente/material odontológico.

A carga de 3N foi empregada, pois de acordo com Dawson (1989), esta é a força de mordida aplicada durante o primeiro contato mastigatório.

As pistas de desgaste foram caracterizadas por MEV e EDX. Os resíduos de desgaste foram caracterizados por MEV, EDX e por XRD.

Os valores de coeficiente de atrito entre as amostras foram convertidos em arquivo com extensão .xls, uma vez que o equipamento de ensaio tribológico apresenta os valores correlacionados com a distância percorrida pelo contra corpo. Os dados obtidos em valores de distância foram convertidos em valores de tempo permitindo análise do desgaste por ciclos mastigatórios.

Análise Química

Terminado o ensaio tribológico, a quantidade de íons liberados por unidade de volume ($\mu\text{g/L}$) foi calculada pela concentração de íons na solução resultante do desgaste (volume da solução igual a 50 mL). A técnica de espectrometria de massa com fonte de plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) foi utilizada para determinar a quantidade de íons Cálcio e Fósforo liberada do dente para a solução durante o ensaio de desgaste. A superfície das amostras foi investigada pela difração de raios-X (XRD - Siemens D5005 Diffractometer CuK α Monochromatic Radiation, Munique, Alemanha) e EDX (Noran Voyager Instruments, Inc., Middletown, WI, EUA).

Análise Morfológica

A superfície de cada amostra foi examinada por MEV (JSM-610F, JEOL, Tóquio, Japão) antes e depois do teste tribológico,.

Ensaio de Nanodureza

A nanoindentação foi utilizada para determinar os valores de nanodureza e o módulo de elasticidade (módulo de Young) das amostras de dente humano da região real da superfície testada. Uma área do pino foi selecionada ao acaso, e foram efetuadas 10 nanoindentações em esmalte com carga de 50 mN e outras 10 com carga de 150 mN, num total de 20 marcações, conforme preconizado por Mahoney et al. (2000).

Ensaio de variação de massa

Para obtenção dos valores de variação de massa, os corpos de prova em resina composta e os antagonistas (contra corpos) foram pesados em balança de alta precisão (Ohaus Adventurer, AR 2140, Parsippany, Nova Jersey, EUA) antes e após a realização dos ensaios de tribocorrosão.

Ensaio de resistência ao cisalhamento

Os ensaios de resistência ao cisalhamento foram realizados em máquina de ensaio universal (modelo MEM 2000, EMIC Ltda., São José dos Pinhás-SP, Brasil) com velocidade de 0,5mm/min e célula de carga de 50Kgf. Os corpos de prova eram criteriosamente posicionados na máquina de ensaios, de modo que a superfície do cilindro resina composta/dentina ficasse sempre perpendicular ao anteparo vertical do equipamento, para que durante o teste, o cisalhamento promovido pelo cinzel ocorresse apenas no sentido vertical.

Análise estatística

Os dados experimentais obtidos foram analisados estatisticamente por meio do teste de KOLMOGOROV-SMIRNOV para verificar a normalidade da distribuição da amostra. Quando a amostra apresentava distribuição normal, os dados foram analisados por ANOVA (paramétrico); quando a amostra apresentava distribuição não-normal, os dados foram analisados pelo teste de Mann-Whitney (não paramétrico) para averiguar a influência do desgaste no comportamento dos materiais. O teste de Duncan ($p \leq 0,05$) foi utilizado para múltiplas comparações. A análise estatística foi realizada com o auxílio do software SPSS para Windows, versão 12.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, EUA).

Resultados

Os resultados do teste de difração de raios-x – XRD – podem ser observados nas Figuras 2 e 3.

Figura 2. Representação gráfica dos dados obtidos no teste de XRD do corpo de prova em resina composta P90, antes (controle – linha preta) e após ensaios triboquímicos com aplicação da carga de 3N (contra corpo dente decíduo – linha vermelha – e contra corpo dente permanente – linha azul).

Pode-se observar tanto na Figura 2 quanto na Figura 3 que antes e após ensaio triboquímico o material apresenta as mesmas características. Na Figura 2, observa-se a que os picos de difração da amostra não ensaiada (controle – linha preta) se repetem na amostra ensaiada com carga de 3N, nas duas situações estudadas, não demonstrando diferença nas características do material após contato com o contra corpo de dente decíduo (P90 DD – linha vermelha) ou permanente (P90 DP – linha azul).

Figura 3. Representação gráfica dos dados obtidos no ensaio de XRD do corpo de prova em resina composta Z250, antes (controle – linha preta) e após ensaios triboquímicos (contra corpo dente decíduo – linha vermelha – e contra corpo dente permanente – linha azul) com aplicação da carga de 3N.

Na Figura 3, corresponde à XRD do corpo de prova de resina Z250, nota-se o mesmo comportamento que o da resina P90 (Figura 2), não sendo observadas diferenças no comportamento do material quando se compara o teste realizado antes (controle – linha preta) e após o ensaio triboquímico com carga de 3N contra o antagonista dente decíduo (P90 DD – linha vermelha) ou permanente (P90 DP – linha azul).

Na Tabela 1, estão apresentados os dados do coeficiente de atrito (taxa de desgaste) do corpo de prova de resina composta em contato com o contra corpo (antagonista) decíduo ou permanente.

Tabela 1. Valores do coeficiente de atrito no corpo de prova das resinas compostas em contato com contra corpo (antagonista) de dentes permanentes e decíduos

Condição Experimental			Contra - Corpo	
			Dente Permanente	Dente Decíduo
Força	Material	Contaminação		
3N	P90	Sem	2,25±0,14Aa	2,27±0,23Aa
		Com	2,48±0,52Aa	2,05±0,36Aa
	Z250	Sem	2,40±0,53Aa	2,95±0,12Bb
		Com	2,36±0,69Aa	3,25±0,44Bb

Letras maiúsculas iguais indicam semelhança estatística entre colunas e letras minúsculas iguais indicam semelhança estatística entre linhas

Ao analisar estatisticamente os dados da Tabela 1, pode-se observar que os valores de coeficiente de atrito foram estatisticamente diferentes apenas quando se utilizou o antagonista dente decíduo contra a superfície do substrato resina composta Z250 com aplicação da carga de 3N.

Para complementar a análise superficial das amostras, os espécimes foram levados para MEV após o ensaio triboquímico. As pistas de desgaste, visíveis mesmo sem nenhum tipo de aumento podiam ser visualizadas em todas as amostras de resina composta, sendo que as mais significativas foram analisadas e as imagens registradas por MEV. A análise química por EDX foi realizada com o intuito de averiguar a presença

de elementos químicos pertencentes ao dente antagonista na superfície da resina composta ou desta junto ao dente antagonista. A seguir, são apresentadas imagens das pistas de desgaste da resina P90 (Figura 4, A) da resina Z250 (Figura 6, A), com a utilização de 3N de carga.

Figura 4. Eletromicrografias do corpo de prova em resina composta P90 e do contra corpo após ensaio tribológico. Em **A** observa-se a pista de desgaste produzida na superfície da resina composta, e em **B**, a imagem do acúmulo de partículas do material estudado na superfície do dente antagonista. As setas indicam as regiões selecionadas para análise por EDX.

Figura 5. Representação gráfica dos dados obtidos no ensaio de EDX do contra corpo após ensaio tribológico (áreas Z1 e Z2, Figura 4,B). Em **A** observa-se as características da região Z1, e em **B**, as características da região Z2 do dente antagonista após ensaio tribológico.

Figura 6. Eletromicrografias do corpo de prova em resina composta Z250 e do contra corpo após ensaio tribológico. Em **A** observa-se a pista de desgaste produzida na superfície da resina composta, e em **B**, a imagem do acúmulo de partículas do material estudado na superfície do dente antagonista. A seta indica a região selecionada para análise por EDX.

Figura 7. Representação gráfica dos dados obtidos no ensaio de EDX do antagonista após ensaio tribológico (área Z1, Figura 5,B). Em **A** observa-se as características da região Z1.

As eletromicrografias obtidas no ensaio de MEV (Figuras 4, B e 6, B), assim como a análise por EDX (Figuras 5 e 7), mostraram alterações nas superfícies dos materiais estudados e no contra corpo utilizado em cada situação. As modificações no dente antagonista se deram pela presença de partículas dos materiais estudados, principalmente partículas de Ítrio (Figura 5, A) e Silício (Figura 5, B) na superfície dos contra corpos antagonistas da resina P90 e partículas de Zircônia nos contra corpos antagonistas da resina Z250 (Figuras 7, A).

As alterações superficiais encontradas nos dentes antagonistas (contra corpo) são observadas na Figura 8.

Figura 8. Eletromicrografias representativas dos antagonistas após ensaio tribológico contra corpo de prova em resina composta. **A** e **B**, antagonista decíduo e permanente, respectivamente, antes da realização do ensaio. **C** e **D** antagonista decíduo e permanente, respectivamente, após ensaio contra corpo de prova em resina composta P90. **E** e **F** antagonista decíduo e permanente, respectivamente, após ensaio contra corpo de prova em resina Z250.

Os valores de módulo de elasticidade e dureza nas duas cargas de nanoindentação utilizadas no ensaio (50 e 150mN) podem ser observadas na Tabela 2. Como pode ser verificada, a dureza e o módulo de elasticidade variam de acordo com a aplicação de diferentes cargas.

Tabela 2. Média e Desvio Padrão da dureza e módulo de elasticidade dos dentes antagonistas (contra corpos)

Carga aplicada	Propriedade	Antes				Depois			
		Dente		Dente Decíduo		Dente		Dente Decíduo	
		Permanente				Permanente			
		Z250	P90	Z250	P90	Z250	P90	Z250	P90
50 mN	Dureza	4,58	4,45	3,71	3,95	4,65	4,41	3,25	3,18
		±0,62	±0,41	±0,80	±0,67	±0,82	±0,91	±1,32	±1,26
	Modulo de	104,61	101,58	95,62	100,43	107,12	106,62	92,10	98,43
	Elasticidade	±8,44	±8,24	±9,55	±4,20	±10,93	±14,15	±8,14	±9,02
150mN	Dureza	4,37	4,16	3,97	4,12	4,35	4,64	3,70	3,95
		±0,34	±0,41	±0,83	±0,77	±0,76	±0,51	±0,96	±0,45
	Modulo de	92,32	94,18	81,08	83,20	94,30	101,22	92,32	77,02
	Elasticidade	±5,42	±8,56	±14,53	±16,68	±11,02	±4,95	±5,42	±19,66

Não houve diferença estatisticamente significativa para $p \geq 0,05$

De maneira geral, há variação das propriedades do dente com a utilização do processo de desgaste por pino-placa. Algumas variações foram averiguadas quando foram utilizados diferentes materiais, sendo que algumas partículas são incorporadas pelo dente, podendo alterar suas propriedades. Contudo, após análise estatística dos

dados encontrados no ensaio de nanoendentação verificou-se que após aplicação da carga de 3N a dureza, em 50mN e em 150mN, não houve diferença estatisticamente significativa antes e após os ensaios triboquímicos, indicando que a superfície do dente não foi alterada por desgaste após os ensaios tribológicos. O módulo de elasticidade seguiu o mesmo padrão que a dureza, ou seja, os valores antes e após os ensaios de desgaste foram semelhantes.

Nas Tabelas 3 e 4 encontram-se os valores de variação de massa dos dentes antagonistas e dos corpos de prova em resina composta utilizadas nos ensaios de tribocorrosão, respectivamente. A análise dos dados mostrou que não houve diferença estatisticamente significativa em nenhum dos grupos experimentais.

Tabela 3. Valores de variação de massa (mg) do antagonista (contra corpo) após ensaio tribológico

Condição Experimental			Contra - Corpo	
			Dente Permanente	Dente Decíduo
Força	Material	Contaminação		
3N	P90	Sem	0,0028	0,0023
		Com	0,0026	0,0022
	Z250	Sem	0,0022	0,0024
		Com	0,0029	0,0026

Não houve diferença estatisticamente significativa para $p \geq 0,05$

Tabela 4. Valores de variação de massa (mg) dos corpos de prova em resina composta após ensaio tribológico

Condição Experimental			Contra - Corpo	
			Dente Permanente	Dente Decíduo
Força	Material	Contaminação		
3N	P90	Sem	0,0050	0,0057
		Com	0,0071	0,0081
	Z250	Sem	0,0079	0,0074
		Com	0,0071	0,0078

Não houve diferença estatisticamente significativa para $p \geq 0,05$

As Tabelas 5 e 6 apresentam os valores de resistência ao cisalhamento antes e após o ensaio triboquímico. A visualização dos dados permite observar que houve diferença estatisticamente significativa entre alguns grupos. O grupo P4 foi estatisticamente diferente de todos os demais grupos e também apresentou os menores valores de resistência ao cisalhamento.

Considerando-se os valores médios de resistência ao cisalhamento dos materiais utilizados (Tabela 5), observa-se que a resina composta Filtek P90 no grupo controle, obteve a maior média de resistência ao cisalhamento, média esta, diferente significativamente do outro material testado (resina composta Filtek Z250). A resina composta P90, utilizada como material restaurador para dentes posteriores apresentou diminuição estatisticamente significativa dos valores de resistência ao cisalhamento após ser submetida a ensaios tribológicos. Para a resina Z250 observou-se que os valores não apresentaram diferença estatisticamente significativa após o

ensaio de desgaste, permanecendo semelhantes ao grupo que não foi submetido ao ensaio.

Tabela 5. Valores das médias e desvio-padrão da resistência ao cisalhamento (MPa)

Condição Experimental			Antes do ensaio triboquímico	Contra - Corpo	
Força	Material	Contaminação		Dente Permanente	Dente Decíduo
3N	P90	Sem	17,50±3,28d	8,94±1,03b	11,20±1,44bc
		Com	15,31±1,19d	5,76±1,47a	9,28±1,88b
	Z250	Sem	9,77±2,27bc	10,79±3,33bc	12,17±1,56c
		Com	9,22±1,98b	9,14±2,06b	9,60±1,56bc

Letras iguais indicam semelhança estatística entre linhas e entre colunas

Tabela 6. Valores da média e desvio-padrão da resistência ao cisalhamento de cada grupo (MPa)

Grupo	Média e Desvio Padrão (MPa)	Grupo	Média e Desvio Padrão (MPa)
P1	11,20±1,44bc	Z1	12,17±1,56c
P2	9,28±1,88b	Z2	9,60±1,56bc
P3	8,94±1,03b	Z3	10,79±3,33bc
P4	5,76±1,47a	Z4	9,14±2,06b
P5	17,50±3,28d	Z5	9,77±2,27bc
P6	15,31±1,19d	Z6	9,22±1,98b

Letras iguais indicam semelhança estatística

A Figura 9 contém os dados obtidos após ensaio de ICP-MS onde se quantificou a liberação dos íons Cálcio e Fósforo, representados por Ca e P, respectivamente. Tanto para a solução resultante das amostras dos corpos de prova em resina P90 quanto para os corpos de prova em resina Z250, observou-se maior liberação de íons Cálcio independente do contra corpo ser dente decíduo ou permanente. Observou-se que na solução resultante das amostras de corpo de prova em resina P90 contra antagonista dente permanente a liberação de íons Fósforo foi numericamente maior que nas demais situações.

Figura 9. Representação gráfica dos dados obtidos após ensaio de ICP-MS da solução resultante do ensaio tribológico

Discussão

As pesquisas realizadas *in vitro* tentam prever o comportamento clínico de materiais restauradores (Raadal, 1978). Entretanto, os resultados encontrados devem ser considerados parte representativa de um processo total que ocorre na boca e que é praticamente impossível de ser reproduzida integral e fidedignamente. Harrison (1978) relatou que o mecanismo de desgaste mastigatório é um processo que envolve dois, três corpos ou a combinação destes. Na presença da saliva o mecanismo é considerado de dois corpos e com a introdução de alimentos ou dentífrico, o mecanismo de desgaste de três corpos torna-se predominante. Os materiais restauradores utilizados na superfície oclusal de dentes decíduos e permanentes são constantemente submetidos ao processo de desgaste contra a dentadura antagonista, sendo os testes de desgaste de dois corpos uma técnica considerada bem representativa dos eventos tribológicos com contatos dentários (Koran e Powers, 1974).

Estudos são realizados com o intuito de se analisar a efetividade das resinas compostas, uma vez que é bem conhecida sua aplicabilidade na restauração dos preparos cavitários. Atualmente, vários tipos de resinas compostas estão disponíveis no comércio, algumas não apresentam partículas de carga em sua composição, enquanto outras possuem diferentes porcentagens destas partículas. Este estudo avaliou o desgaste e a variação de massa de dois tipos de resinas compostas, pois a perda de material pode ser responsável pela reincidência da lesão de cárie, assim como a ocorrência de microinfiltração marginal e deslocamento da restauração. A perda contínua de material pode relacionar-se diretamente com a função mastigatória, a diminuição da força de adesão, alterações térmicas e falhas na fotopolimerização (Barghi e Simmons, 1976).

O primeiro indicativo de alteração que as resinas compostas podem apresentar é na estrutura após o desgaste. No presente estudo, a análise superficial dos materiais resinosos foi verificada pré e pós-desgaste pela técnica de XRD (Figuras 2 e 3). Entretanto, os resultados do teste mostraram que a análise de XRD não apresentaram diferenças nos picos de absorção entre as amostras, indicando que o material não teve a superfície modificada pela aplicação de cargas mastigatórias, de 3N, ou seja, não houve incorporação de íons/moléculas do dente no material. Embora a camada superficial tenha sido parcialmente removida, não foi significativa para alterar as características químicas da estrutura do material. Assim, a análise dos dados obtidos sugere homogeneidade nos materiais antes e após os ensaios.

A manutenção da boa qualidade e homogeneidade da superfície é fundamental para melhorar a longevidade clínica do material estético, ao passo que as resinas compostas aplicadas de forma inadequada podem formar sítios de retenção de biofilme e subsequente deterioração (Tate e Powers, 1996). Além disso, problemas como manchamento e desconforto do paciente podem estar associados com a superfície inadequada (Gedik, et al., 2005). Falhas durante o polimento superficial podem deixar a restauração mais rugosa, aumentando o coeficiente de atrito e, assim, a taxa de desgaste (Tjan e Chan, 1989).

As imagens registradas por MEV permitiram a avaliação e a caracterização mais completa da pista de desgaste produzida pelo ensaio de tribocorrosão mostrando o perfil do desgaste nas duas resinas estudadas (Figuras 4, A e 6, A). Imagens sugestivas do resíduo do processo de desgaste podem ser observadas ao redor da pista de desgaste na superfície das amostras. Provavelmente, este resíduo do material atuou como lubrificante influenciando no mecanismo de desgaste de maneira que,

com o passar do tempo, a pressão na área de contato efetivo fosse diminuindo e minimizando o dano mecânico.

O desgaste do dente humano é um processo natural e inevitável, que ocorre como resultado de suas funções fisiológicas na boca. O desgaste excessivo pode levar a perda de contato ideal entre os dentes, falha na eficiência do sistema mastigatório e alteração das superfícies da mastigação. A anisotropia inerente ao dente humano, em relação ao gradiente de concentração mineral e variação das propriedades mecânicas em esmalte e dentina, também podem influenciar o comportamento tribológico (Kaidonis et al., 1998; Roy et al., 2008; Lee et al., 2010).

Um dispositivo de dois corpos foi utilizado neste estudo para simular um contato direto entre as amostras de resina composta e os dentes (antagonistas). Este delineamento teve como objetivo fornecer dados para a compreensão das propriedades dos dentes permanentes e decíduos quando submetidos a ensaios de desgaste, sem nenhum agente abrasivo, uma vez que prever o efeito do agente abrasivo sobre o comportamento do desgaste é bastante complicado. Estudos *in vitro* mostraram resultados conflitantes em relação ao desgaste progressivo utilizando-se pasta abrasiva (Condon e Ferracane, 1997), pois devido à pequena espessura da camada de esmalte, a faceta de desgaste vertical provavelmente penetrou na camada sub-superficial do esmalte, o que pode ter afetado a resistência ao desgaste.

Não há relatos sobre a utilização da técnica de nanoindentação para comparar a dureza e o módulo de elasticidade de esmalte de dentes decíduos e permanentes após ensaio de desgaste mecânico.

Tem sido relatado que as propriedades mecânicas, químicas e microestruturais do esmalte dentário também variam em função da região do dente. Zheng et al.

(2003) demonstraram que a orientação dos prismas de esmalte desempenha papel importante no comportamento durante o atrito. Outros autores descrevem que o esmalte superficial tem melhor resistência ao atrito do que o esmalte mais próximo da junção amelo-dentinária, assim como o esmalte da superfície oclusal é mais resistente do que o da superfície proximal (Brady et al., 2007). Sendo assim, há necessidade de se realizar mais testes para se explicar esta variabilidade de resultados.

Alguns trabalhos relatam valores de dureza do esmalte de dentes decíduos, no entanto torna-se complicada a comparação dos resultados obtidos, pois a maioria dos estudos fornecem valores obtidos em testes de dureza Knoop. No trabalho de Mahoney et al. (2000) são relatados valores de nanodureza de esmalte decíduo de $4,88 \pm 0,41$ GPa para a carga de 50mN e de $4,87 \pm 0,29$ GPa em carga 150mN. Esses valores foram maiores que os encontrados neste estudo, em que a nanodureza apresentada para 50mN foi de $3,85 \pm 0,72$ GPa e $4,04 \pm 0,80$ GPa em 150 mN, em média.

Os valores de nanodureza obtidos para os dentes permanentes foram de $4,51 \pm 0,72$ GPa e $4,26 \pm 0,37$ GPa para 50mN e 150 mN, respectivamente, e são relativamente maiores que os encontrados por Xu et al. (1998), cujos valores encontrados foram de $3,62 \pm 0,2$ GPa e $3,37 \pm 0,15$ GPa para cargas de 50 e 150mN, respectivamente. Neste trabalho, os valores de nanodureza dos dentes permanentes foram relativamente maiores (4,60 – 4,39 GPa) que os valores de nanodureza do esmalte de dentes decíduos (3,85 – 4,04 GPa). Os dados obtidos após o ensaio tribológico demonstraram que os dentes permanentes continuaram apresentando

valores de nanodureza ligeiramente superiores aos dentes decíduos, provavelmente por serem mais mineralizados.

Os valores de nanodureza e módulo de elasticidade obtidos antes e após o ensaio tribológico não apresentaram diferença estatisticamente significativa, mesmo havendo a diminuição dos valores após o ensaio, sendo que esta diminuição pode estar relacionada diretamente ao acúmulo de resíduos do material resinoso à superfície do dente, como observado pelas imagens de MEV da Figura 8.

Algumas diferenças podem ter ocorrido devido à origem dos dentes de diferentes doadores, uma vez que cada indivíduo passou por diversas experiências de exposição a fatores ambientais durante o tempo de formação e mineralização do dente. Sabe-se que a presença de fluoretos pode influenciar na dureza do esmalte, tanto durante sua formação pré-eruptiva quanto na fase pós-eruptiva. Outro fator seria variação na dureza em diferentes regiões de um mesmo dente como resultado de alterações no processo de mineralização da coroa dentária (Mahoney et al., 2000).

O módulo de elasticidade do esmalte é uma propriedade influenciada pela orientação das endentações. Xu et al. (1998), relataram que o módulo de elasticidade do esmalte de dente permanente na região oclusal é significativamente diferente (94,5 GPa) do esmalte axial (80,4 GPa). No presente estudo, a média dos valores do módulo de elasticidade do dente permanente na região axial foi de 103.81 GPa e 95.28 GPa para cargas de nanoendentação de 50 mN e 150 mN, respectivamente. Os valores obtidos para os dentes decíduos foram de 96.84 em 50 mN e 82.10 em 150 mN, antes do ensaio de desgaste. Estes valores são relativamente maiores do que os valores relatados por Mahoney et al., 2000. Após os ensaios de desgaste, os valores médios permaneceram estatisticamente semelhantes aos obtidos antes do ensaio,

demonstrando que não houve alterações significantes no módulo de elasticidade dos espécimes estudados.

Zheng et al. (2006), ao estudarem o comportamento de desgaste e atrito de dentes permanentes, observaram que a dureza do material interferia nas características tribológicas. Outros trabalhos demonstraram que o fator de desgaste relaciona-se às variações de dureza ao longo eixo do dente e que há relação entre o comportamento tribológico e as características microestruturais dentárias, pois o mecanismo de desgaste é alterado nas diferentes secções do dente (Xu et al., 1998; Cuy et al., 2002).

Os principais problemas com o desgaste proporcionado pelo atrito entre o dente e o material restaurador são as alterações na morfologia superficial do dente e da restauração. O processo de desgaste pode levar à exposição dentinária ou à fratura da restauração facilitando a instalação de lesões de cárie (Mendis e Darling, 1979; Stanley et al., 1983). Além disso, a qualidade e a quantidade de esmalte são reduzidas com o envelhecimento (Cuy et al., 2002).

Os princípios de adesão dos materiais aos tecidos dentários enfatizam que, em períodos de tempo prolongados, o sucesso clínico da utilização de resinas compostas está diretamente relacionado ao rigor da técnica empregada. Estes princípios definem que a retenção da resina à dentina depende das condições de isolamento do campo operatório, da profilaxia e da correta técnica de condicionamento ácido (Sundfeld et al., 2005). A adesão de materiais resinosos ao dente é sensivelmente reduzida quando a contaminação salivar acontece após o condicionamento ácido, durante a aplicação do sistema adesivo ou do material restaurador (Barghi et al., 1991; Swift et al., 1998; Barroso et al., 2005).

Apesar de autores como Al-Salehi e Burke (1997) considerarem que a ciclagem térmica não tenha efeito significativo na resistência ao cisalhamento das resinas compostas, neste trabalho, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de para simular as variações térmicas destes materiais na boca.

Há inúmeros trabalhos com dados de resistência adesiva de diversos materiais à estrutura dentária e contaminação salivar (Barroso et al., 2005; Hedge et al., 2008; Aboushelib, 2011), porém, devido à falta de padronização dos mesmos, a comparação entre os diferentes trabalhos é difícil e deve ser feita com muito critério, além de não haver nenhum relato sobre a ação triboquímica na resistência ao cisalhamento de materiais resinosos.

A liberação de íons Cálcio e Fosfato pelo dente antagonista em contato com as superfícies de resina composta, observada no ensaio de ICP-MS, pode relacionar-se com remoção da camada superficial de esmalte do antagonista por meio da ocorrência de micro fraturas durante o processo de desgaste. Este fato justificaria o aumento da concentração destes íons na solução resultante (Mahoney et al., 2000).

Diante do demonstrado no estudo, fica clara a importância do conhecimento e da compreensão das propriedades químicas e mecânicas, não apenas das resinas compostas testadas, mas também dos demais materiais restauradores utilizados para restaurar de dentes decíduos e permanentes. Novas perspectivas possibilitam o delineamento de trabalhos que investiguem mecanismos fundamentais do processo de desgaste químico-mecânico, além de auxiliar no aprimoramento dos materiais resinosos para aplicações na Odontologia.

Conclusão

Assim, em função dos valores obtidos e das limitações de um estudo *in vitro*, conclui-se que:

- Não existem alterações químicas na superfície das resinas após o ensaio mecânico de desgaste, como observado pelo método XRD.
- A resina composta P90 apresentou os menores valores de resistência ao cisalhamento em comparação com a resina Z250, após os ensaios tribológicos.
- A contaminação salivar interferiu negativamente nos valores de resistência ao cisalhamento.
- O dente utilizado como contra corpo não teve sua superfície alterada pela incorporação de resíduos de desgaste da resina composta, mantendo o módulo de elasticidade e a nanodureza.
- O desgaste ocorreu de forma mais acentuada nas restaurações de resina composta Z250.
- A liberação de íons Cálcio foi maior que a de íons Fosfato em todas as situações analisadas.
- A liberação de íons Fosfato foi maior na situação em que o corpo de prova em resina composta P90 foi submetido ao ensaio tribológico contra antagonista dente permanente.

Referências

Al-Salehi SK, Burke FJ. Methods used in dentin bonding tests: an analysis of 50 investigations on bond strength. *Quintessence Int* 1997;28(11):717-723.

Barghi N, Simmons EW Jr. The marginal integrity of the temporary acrylic resin crown. *J Prosthet Dent* 1976;36(3):274-247.

Barghi N, Knight GT, Berry TG. Comparing two methods of moisture control in bonding to enamel: a clinical study. *Oper Dent* 1991;16(4):130-135.

Beech DR, Jalaly T. Bonding of polymers to enamel: influence of deposits formed during etching, etching time and period of water immersion. *J Dent Res* 1980;59(7):1156-1162.

Borsatto MC, Catirse AB, Palma Dibb RG, Nascimento TN, Rocha RA, Corona SA. Shear bond strength of enamel surface treated with air-abrasive system. *Braz Dent J* 2002;13(3):175-178.

Barroso JM, Torres CP, Lessa FC, Pécora JD, Palma-Dibb RG, Borsatto MC. Shear bond strength of pit-and-fissure sealants to saliva-contaminated and noncontaminated enamel. *J Dent Child (Chic)* 2005;72(3):95-99.

Braly A, Darnell LA, Mann AB, Teaforde MF, Weihs TP. The effect of prism orientation on the indentation testing of human molar enamel. *Arch Oral Biol* 2007;52(9):856-860.

Busscher HJ, Retief DH, Arends J. Relationship between surface-free energies of dental resins and bond strengths to etched enamel. *Dent Mater* 1987;3(2):60-63.

Condon JR, Ferracane JL. Factors effecting dental composite wear in vitro. *J Biomed Mater Res* 1997;38(4):303-313.

Cozean C, Arcoria CJ, Pelagalli J, Powell GL. Dentistry for the 21st century? Erbium:YAG laser for teeth. *J Am Dent Assoc* 1997;128(8):1080-1087.

Cuy JL, Mann AB, Livi KJ, Teaforde MF, Weihs TP. Nanoindentation mapping of the mechanical properties of human molar tooth enamel. *Arch Oral Biol* 2002;47(4):281-291.

Dawson PE. Evaluation, diagnosis, and treatment of occlusal problems. St. Louis: CV Mosby; 1989:1-91.

De Menezes Oliveira MA, Torres CP, Gomes-Silva JM, Chinelatti MA, De Menezes FC, Palma-Dibb RG, Borsatto MC. Microstructure and mineral composition of dental enamel of permanent and deciduous teeth. *Microsc Res Tech*. 2010;73(5):572-577.

Fotos PG, Diaz-Arnold AM, Williams VD. Effect of microbial contamination and pH changes in storage solutions during in vitro assays of bonding agents. *Dent Mater* 1990;6(3):154-157.

Fusayama T, Katayori T, Nomoto S. Corrosion of gold and amalgam placed in contact with each other. *J Dent Res* 1963;42:1183-1197.

Gallagher RR, Demos SG, Balooch M, Marshall GW Jr, Marshall SJ. Optical spectroscopy and imaging of the dentin-enamel junction in human third molars. *J Biomed Mater Res A* 2003;64:372-377.

Galo R. Efeito da tribocorrosão em ligas odontológicas [tese]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo; 2008.

Gedik R, Hürmüzlü F, Coşkun A, Bektaş OO, Özdemir AK. Surface roughness of new microhybrid resin-based composites. *J Am Dent Assoc*. 2005;136(8):1106-1112.

Harrison A. Wear of combinations of acrylic resin and porcelain, on an abrasion testing machine. *J Oral Rehabil* 1978;5(2):111-115.

Hu X, Harrington E, Marquis PM, Shortall AC. The influence of cyclic loading on the wear of a dental composite. *Biomaterials* 1999;20:907-912.

Imbeni V, Kruzic JJ, Marshall GW, Marshall SJ, Ritchie RO. The dentin-enamel junction and the fracture of human teeth. *Nat Mater* 2005;4:229-232.

Kaidonis JA, Richards LC, Townsend GC, Tansley GD. Wear of human enamel: a quantitative in vitro assessment. *J Dent Res* 1998;77(12):1983-1990.

Kim SK, Kim KN, Chang IT, Heo SJ. A study of the effects of chewing patterns on occlusal wear. *J Oral Rehab* 2001;28:1048–1055.

Koczorowski R, Włoch S. Evaluation of wear of selected prosthetic materials in contact with enamel and dentin. *J Prosthet Dent* 1999;81:453-459.

Kohyama K, Hatakeyama E, Sasaki T, Dan H, Azuma T, Karita K. Effects of sample hardness on human chewing force: a model study using silicone rubber. *Arch Oral Biol* 2004;49:805-816.

Koran A 3rd, Powers JM. The wear of dental materials: a review of the literature. *J Mich State Dent Assoc* 1973;55(17):268-274.

Lee JJ, Morris D, Constantino PJ, Lucas PW, Smith TM, Lawn BR. Properties of tooth enamel in great apes. *Acta Biomater* 2010;6(12):4560-4565.

Lees S, Rollins Jr FR. Anisotropy in hard dental tissues. *J Biomech* 1972;5:557-566.

Lin CP, Douglas WH, Erlandsen SL. Scanning electron microscopy of type I collagen at the dentin-enamel junction of human teeth. *J Histochem Cytochem* 1993;41:381-388.

Lussi A. Dental erosion - Clinical diagnosis and case history taking. *Eur J Oral Sci* 1996;104:191–198.

Magne P, Oh WS, Pintado MR, DeLong R. Wear of enamel and veneering ceramics after laboratory and chairside finishing procedures. *J Prosthet Dent* 1999;82:669-679.

Mahoney E, Holt A, Swain M, Kilpatrick N. The hardness and modulus of elasticity of primary molar teeth: an ultra-micro-indentation study. *J Dent*. 2000;28(8):589-594.

Marshall GW Jr, Chang YJ, Saeki K, Gansky SA, Marshall SJ. Citric acid etching of cervical sclerotic dentin lesions: an AFM study. *J Biomed Mater Res* 2000;49:338-434.

Maupomé G, Díez-de-Bonilla J, Torres-Villaseñor G, Andrade-Delgado L, Castaño V. In vitro quantitative assessment of enamel microhardness after exposure to eroding immersion in a cola drink. *Caries Res* 1998;32:148–153.

Mendis BR, Darling AI. Distribution with age and attrition of peritubular dentine in the crowns of human teeth. *Arch Oral Biol* 1979;24(2):131-139.

Mjör IA. Dentin permeability: the basis for understanding pulp reactions and adhesive technology. *Braz Dent J*. 2009;20(1):3-16.

Paphangkorakit J, Osborn JW. The effect of pressure on a maximum incisal bite force in man. *Arch Oral Biol* 1997;42:11-17.

Pashley DH, Livingston MJ. Effect of molecular size on permeability coefficients in human dentine. *Arch Oral Biol* 1978;23(5):391-395.

Raadal M. Abrasive wear of filled and unfilled resins in vitro. *Scand J Dent Res* 1978;86(5):399-403.

Rakhmatullina E, Beyeler B, Lussi A. Inhibition of enamel erosion by stannous and fluoride containing rinsing solutions. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 2013;123(3):192-198.

Ratner BD, Hoffman AS, Schoen FJ, Lemons JE. In: *Biomaterials Science: An introduction to materials in medicine*; 2nd ed. Pressed by Academic Press, 2004.

Ravikiran A, Lim SC. A better approach to wear-rate representation in non-conformal contacts. *Wear* 1999;225-229:1309-1314.

Reilly SM, McBrayer LD, White TD. Prey processing in amniotes: biomechanical and behavioral patterns of food reduction. *Comp Biochem Phys - Part A: Molecular & Integrative Physiology* 2001;128:397-415.

Risnes S, Septier D, Deville de Periere D, Goldberg M. TEM observations on the ameloblast/enamel interface in the rat incisor. *Connect Tissue Res*. 2002;43:496-504.

Roy R, Chandler NP, Lin J. Peripheral dentin thickness after root-end cavity preparation. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2008;105(2):263-266.

Sajewicz E, Kulesza Z. A new tribometer for friction and wear studies of dental materials and hard tooth tissues. *Tribology International* 2007;40:885-895.

Sajewicz E. On evaluation of wear resistance of tooth enamel and dental materials. *Wear* 2006;260:1256-1261.

Schulze KA, Balooch M, Balooch G, Marshall GW, Marshall SJ. Micro-Raman spectroscopic investigation of dental calcified tissues. *J Biomed Mater Res A* 2004;69:286-293.

Shimizu D, Macho GA, Spears IR. Effect of prism orientation and loading direction on contact stresses in prismatic enamel of primates: implications for interpreting wear patterns. *Am J Phys Anthropol* 2005;126:427-434.

Spears IR. A three-dimensional finite element model of prismatic enamel: a re-appraisal of the data on the Young's modulus of enamel. *J Dent Res* 1997;76:1690-1697.

Staines M., Robinson WH, Hood JAA. Spherical indentation of tooth enamel. *J Mater Sci* 1981;16:2551-2556.

Stanley HR, Pereira JC, Spiegel E, Broom C, Schultz M. The detection and prevalence of reactive and physiologic sclerotic dentin, reparative dentin and dead tracts beneath various types of dental lesions according to tooth surface and age. *J Oral Pathol* 1983;12(4):257-289.

Sundfeld RH, Briso AL, De Sá PM, Sundfeld ML, Bedran-Russo AK. Effect of time interval between bleaching and bonding on tag formation. *Bull Tokyo Dent Coll* 2005;46(1-2):1-6.

Swift EJ Jr, May KN Jr, Wilder AD Jr. Effect of polymerization mode on bond strengths of resin adhesive/cement systems. *J Prosthodont* 1998;7(4):256-260.

Tate WH, Powers JM. Surface roughness of composites and hybrid ionomers. *Oper Dent* 1996;21(2):53-58.

Ten Cate AR. A fine structural study of coronal and root dentinogenesis in the mouse: observations on the so-called 'von Korff fibres' and their contribution to mantle dentine. *J Anat* 1978;125(Pt 1):183-197.

Ten-Cate AR. *Histologia Bucal*, 5a.edição. Guanabara Koogan S.A, Rio de Janeiro, 2001.

Tjan AH, Chan CA. The polishability of posterior composites. *J Prosthet Dent* 1989;61(2):138-146.

Xu HH, Smith DT, Jahanmir S, Romberg E, Kelly JR, Thompson VP, Rekow ED. Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. *J Dent Res* 1998;77:472-480.

Zheng G, Wang T, Xu H. The directionality of shear adhesive strength between composite resin and dental hard tissue. *Zhonghua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi* 2002;37(5):346-348.

Zipkin I, McClure FJ. Salivary citrate and dental erosion. *J Dent Res* 1949;28:613-626.

Aboushelib MN. Clinical performance of self-etching adhesives with saliva contamination. *J Adhes Dent* 2011;13(5):489-493.

Hegde MN, Hegde P, Shetty SK. The influence of salivary contamination on the shear bond strength of two newer generation dentin bonding agents - An in vitro study. *J Conserv Dent* 2008;11(3):127-130

Anexo

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto

Comitê de Ética em Pesquisa

Of.CEP 311/2012

Ribeirão Preto, 26 de outubro de 2012.

Ref. processo nº 2011.1.1123.58.3

CAAE nº 0057.0.138.000-11

Senhor(a) Pesquisador(a),

Por ordem do Senhor Coordenador, informamos que o Comitê de Ética em Pesquisa, em sua 139ª Sessão, realizada em 23 de outubro de 2012, **aprovou** o Relatório Parcial do projeto de pesquisa envolvendo seres humanos, intitulado **"Ação triboquímica do ciclo mastigatório na resistência ao cisalhamento de resinas compostas"**.

Salientamos a necessidade de entregar na Secretaria do Comitê, com os formulários preenchidos pelo pesquisador responsável, o **Relatório Final** em **20 de agosto de 2012**.

Atenciosamente,

Ana Aparecida Ferreira do Nascimento
Secretária do Comitê de Ética em Pesquisa

Ilmo(a). Sr(a).

Profa. Dra. Maria Cristina Borsatto

Departamento de Clínica Infantil

desta Faculdade