

**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

**Vanessa Rodrigues Frade**

**Efeito *in vitro* da erosão nas propriedades nanomecânicas  
de resinas compostas**

João Pessoa  
2014

**Vanessa Rodrigues Frade**

**Efeito da erosão *in vitro* nas propriedades nanomecânicas  
de resinas compostas.**

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Curso de Graduação  
em Odontologia, da Universidade  
Federal da Paraíba em cumprimento  
às exigências para conclusão.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup>Fabíola Galbiatti de Carvalho Carlo

João Pessoa  
2014

F799e Frade, Vanessa Rodrigues.

Efeito da erosão in vitro nas propriedades nanomecânicas de resinas compostas / Vanessa Rodrigues Frade. - - João Pessoa: [s.n.], 2015.  
35f. : il.

Orientadora: Fabíola Galbiatti de Carvalho Carlo.

Monografia (Graduação) – UFPB/CCS.

1. Erosão. 2. Resinas compostas. 3. Testes de dureza.

BS/CCS/UFPB

CDU: 616.314(043.2)

**VANESSA RODRIGUES FRADE**

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Curso de Graduação  
em Odontologia, da Universidade  
Federal da Paraíba em cumprimento às  
exigências para conclusão.

Monografia aprovada em 28, 08, 2014



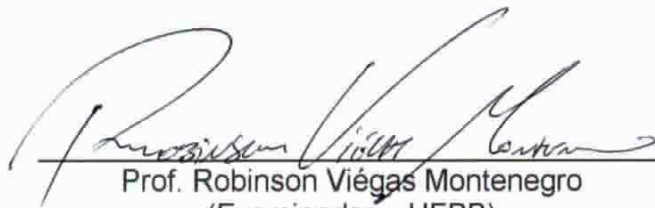
---

Prof.<sup>a</sup> Fabíola Galbiatti de Carvalho Carlo  
(Orientadora – UFPB)



---

Prof. Hugo Lemes Carlo  
(Examinador – UFPB)



---

Prof. Robinson Viégas Montenegro  
(Examinador – UFPB)

---

Prof.<sup>a</sup> Simone Alves de Sousa  
(Examinadora – UFPB)

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus por tudo, pois Ele é bom e tem me guiado em sua perfeita vontade. Para Ele toda honra e glórias sejam dadas, pois é o Senhor da minha vida e tem me sustentado debaixo da sua maravilhosa graça, porque mesmo eu sendo pequena diante das minhas dificuldades, Ele é grande, por tanto posso todas as coisas naquele que me fortalece. Obrigada meu Jesus.

A minha família que é a minha base, eu agradeço pela confiança em mim, por me estimularem a lutar pelos meus sonhos mesmo eu ainda criança. Meus pais, meus exemplos, eu continuarei a buscar honra-los, pois este é um mandamento do Senhor e porque eu os amo imensamente. Depois de Deus, Wagner, Rosário e Vítor, vocês são tudo para mim. Muito obrigada.

Deus cuida de tudo em minha vida e me presenteou com a Profa. Doutora Fabíola Galbiatti de Carvalho Carlo, minha orientadora do meu trabalho de conclusão de curso, que me guiou nesse momento tão importante da minha vida. Eu não poderia deixar de agradecê-la por toda sua atenção. Certamente que sua competência, dedicação e amor à odontologia são inspiradoras e admiráveis, e ainda em meio a tantas qualidades profissionais, é uma mulher muito sensível e amável. Muito obrigada Fabíola.

Agradeço a todas as orações que meus irmãos em Cristo têm dedicado por mim, meu primo Gregório Márcio, equipe UFC, minha conexão extreme, minha conexão cidade jovem, Cidade Jovem Music, e todos que tem separado seu tempo para interceder por minha vida. Eu amo muito vocês e louvo a Deus pela maravilhosa benção que é ter a presença de vocês. Obrigada a todos.

## RESUMO

O consumo de alimentos e bebidas ácidas pode ocasionar erosão na superfície dos materiais restauradores e alterar suas propriedades de superfície. O presente estudo objetivou avaliar o efeito da erosão com bebida à base de cola nas propriedades nanomecânicas (nanodureza e módulo de elasticidade) de compósitos a base de dimetacrilato e silorano. Três compósitos foram investigados: Filtek Z250, Filtek Z350 e Filtek P90, de modo que cinco amostras de cada material foram preparadas de acordo com o meio de armazenamento: desafio erosivo e saliva artificial (controle). As amostras do desafio erosivo foram imersas em coca-cola® (12 mL/amostra) por 90 s, 4 vezes ao dia a 37°C. Entre os desafios erosivos foi realizada a imersão em saliva artificial (12 mL/amostra) por 2 horas a 37°C. Este ciclo foi repetido durante 5 dias. As amostras do grupo controle permaneceram em saliva artificial pelo mesmo período. As análises de nanodureza (N) e módulo de elasticidade (E) foram realizadas antes e depois do armazenamento das amostras. Os dados submetidos ao teste T de student, ANOVA One-Way e Tukey. Após o desafio erosivo, somente o grupo Filtek P90 obteve diminuição significativa dos valores de N e E, as resinas Filtek Z350 e Z250 não possuíram diferença estatística nos valores de N e E antes e depois do desafio. Não houve diferença estatística para todas as resinas quando os valores de N e E foram comparados antes e após armazenamento em saliva artificial. Porém, quando as resinas foram comparadas após desafio erosivo, o grupo Filtek P90 apresentou significativamente os menores valores de N e E. De acordo com a metodologia empregada, as resinas compostas a base de dimetacrilato sofreram menor degradação das propriedades nanomecânicas comparadas à resina a base de silorano.

**Palavras-chaves:** Erosão; Resinas Compostas; Testes de Dureza.

## ABSTRACT

The consumption of acidic foods and drinks can cause erosion on the surface of restorative materials and change their superficial properties. The present study aimed to evaluate the effect of erosion with cola drink in the nanomechanical properties (nanohardness and elastic modulus) of dimethacrylate-resin and silorane-resin composites. Three compounds were investigated: Filtek Z250, Filtek Z350 and Filtek P90. Five samples of each material were prepared in accordance with the storage medium: erosive challenge and artificial saliva (control). The samples were immersed in Coca Cola® (12 mL / sample) for 90 s four times per day at 37°C. Between the erosive challenge, the samples were immersed in artificial saliva (12 mL / sample) for 2 hours at 37. This cycle was repeated for 5 days. The samples of control group remained in artificial saliva for the same period. Analyses of nanohardness (N) and modulus of elasticity (E) were measured before and after the storage. The data were submitted to T Student t, ANOVA One-Way and Tukey's tests. After the erosive challenge, only Filtek P90 group had a significant decrease of the N and E values, Filtek Z350 and Z250 groups did not have statistical difference. There was no statistical difference for all resins groups when the values of N and E were compared before and after storage in artificial saliva. When the resins groups were compared after erosive challenge, the Filtek P90 group showed significantly lower values of N and E. According to the methodology, the dimethacrylate-resin composites presented lower degradation of nanomechanical properties compared to silorane-resin composite.

**Keywords:** Erosion; Resin Composite; Hardness test.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	08
<b>2. REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	10
2.1 RESINAS COMPOSTAS.....	10
2.1.1 Resina Composta à base de metacrilatos.....	10
2.1.2 Resina Composta à base de silorano.....	12
2.2 EFEITO DA EROSÃO ÁCIDA EM RESINAS COMPOSTAS.....	14
<b>3. OBJETIVOS</b> .....	16
3.1 OBJETIVO GERAL.....	16
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	16
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	17
<b>5. RESULTADOS</b> .....	22
<b>6. DISCUSSÃO</b> .....	24
<b>7. CONCLUSÃO</b> .....	28
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	29

## 1. INTRODUÇÃO

A capacidade dos materiais restauradores de resistirem às forças mastigatórias e às mais variadas substâncias presentes na cavidade bucal é um importante requisito para o seu desempenho clínico por um período considerável de tempo (FÚCIO et al., 2008). Alguns estudos têm demonstrado a existência de danos causados aos materiais restauradores pelas alterações químicas que pode ocorrer na cavidade bucal (ASMUSSEN, 1984; FÚCIO et al., 2008; TURSSI et al., 2002; YAP et al., 2000; YAP et al., 2005). Fundamentalmente, os fatores que causam esses efeitos deletérios incluem um baixo pH decorrente dos microrganismos do biofilme (FORSS et al., 1991; WILLERSHAUSEN et al., 1999), o consumo de alimentos e bebidas ácidas (BADRA et al., 2005; YAP et al., 2000; YAP et al., 2005) e a ação de enzimas (FINER e SANTERRE, 2004), que podem degradar as camadas periféricas e alterar a rugosidade dos materiais restauradores.

A resina composta é um dos materiais restauradores mais amplamente utilizados na Odontologia atual. Isso decorre, principalmente, da adesão à estrutura dentária, da melhoria nas propriedades mecânicas e da disponibilidade de matizes que provêm quase que ilimitadas possibilidades de mimetizar a estrutura dental. Seu aspecto estético, aliado ao uso combinado à técnica adesiva, são fatores que influenciam os cirurgiões-dentistas a optarem por utilizar este material até em áreas de alta tensão oclusal, como nos elementos posteriores (de MORAES et al., 2008).

Basicamente, um compósito dental consiste de quatro componentes principais: uma matriz orgânica de polímeros, partículas inorgânicas de carga, agente de união e um sistema iniciador-acelerador (de MORAES et al., 2009). A evolução tecnológica das resinas compostas tem evidenciado inúmeros aperfeiçoamentos, entretanto, a fase química da matriz orgânica tem permanecido essencialmente a mesma desde a introdução do primeiro sistema de resina composta por Rafael Bowen em 1950 (TERRY et al., 2009). Em geral, na maioria dos sistemas são utilizadas misturas de dimetacrilatos, tais como, BisGMA (bifesol A glicil dimetacrilato), TEGDMA (tetra etilenoglicol dimetacrilato) ou UEDMA (uretano dimetacrilato) (TERRY et al., 2009; WEINMANN et al., 2005). A fase da matriz orgânica foi considerada o elo mais fraco da resina composta, sendo sua contração

de polimerização à base de metacrilatos considerada o grande desafio para as restaurações diretas (TERRY et al., 2009).

Com base nessas necessidades clínicas foi lançada no mercado uma resina composta que possui uma matriz que não contém metacrilato. O sistema é derivado da combinação química entre componentes de siloxanos e oxiranos e é denominado Silorano (WEINMANN et al., 2005). A reação de polimerização é baseada na abertura de anéis catiônicos dos radicais oxiranos, os quais são responsáveis pela baixa contração e baixa geração de tensão, enquanto que o siloxano produz a natureza hidrófoba do material. A presença de moléculas de siloxanos e oxiranos oferece hidrofobia e sorção de água baixa, resultando em reduzida tendência de pigmentação exógena, maior longevidade clínica e resistência ao desgaste similar aos compósitos à base de dimetacrilatos. Além disso, a principal característica do novo compósito é a contração de polimerização menor que 1% (WEINMANN et al., 2005).

Apesar do avanço tecnológico ao longo dos anos na composição e, conseqüentemente, nas propriedades físico-mecânicas dos compósitos odontológicos, a formação de cárie secundária ainda é o principal motivo de falhas e trocas de restaurações (CARVALHO et al., 2011). Além da cárie, a erosão dentária também pode interferir no desempenho clínico dos materiais restauradores (HONÓRIO et al., 2008; YU et al., 2009). Nos últimos anos, houve um declínio na prevalência da cárie dentária, porém, em decorrência do estilo de vida e dos hábitos alimentares da sociedade moderna, outras desordens como a erosão apresentaram um aumento de prevalência (LUSSI, 2006). Porém, poucos estudos investigaram o efeito do desafio erosivo nos compósitos a base de silorano (EICK et al., 2006; YU et al., 2009; YESILYURT et al., 2009).

Assim, o presente estudo tem como objetivo avaliar o efeito erosivo da bebida a base de cola nas propriedades nanomecânicas (nanodureza e módulo de elasticidade) de resinas compostas a base de dimetacrilato e silorano.

## **2. REVISÃO DA LITERATURA**

### **2.1. RESINAS COMPOSTAS**

#### **2.1.1 Resina composta à base de metacrilatos**

Resinas compostas odontológicas foram desenvolvidas como uma alternativa estética ao amálgama nas décadas de 1960/1970 e tornaram-se os materiais restauradores diretos mais populares e amplamente utilizados na clínica odontológica de hoje (BUERGERS et al., 2009).

O seu uso tem sido indicado, pois possui qualidade estética e boas propriedades físicas, possui uma técnica minimamente invasiva e é um material que está em contínuo desenvolvimento. Atualmente, a maioria dos compósitos comercialmente disponíveis é uma mistura de diferentes monômeros de metacrilato que polimerizam resultando em aproximadamente 3% de contração de polimerização, dependendo do volume de material (SAMPAIO et al., 2013).

A constituição dos compostos à base de metacrilato geralmente compreende três componentes principais: as partículas de carga inorgânica, de matriz orgânica da resina e o agente de união. As cargas inorgânicas são normalmente produzidas a partir de derivados de silício e consistem em partículas, tais como vidro, quartzo, dióxido de silício pirogênico e sílica coloidal (MOSZNER e SALZ, 2001; PHILLIPS, 2003; POWERS, SAKAGUCHI, 2006). A matriz orgânica é composta por misturas de dimetacrilatos, fotoiniciadores, pigmentos e estabilizadores. Bis-GMA, UDMA, e TEGDMA ou Bis-EMA (bisfenol-A glicidil dimetacrilato etoxilado) são normalmente utilizados como a base dos monômeros (MOSZNER, SALZ, 2001; PHILLIPS, 2003; POWERS, SAKAGUCHI, 2006), enquanto que o agente de união geralmente é o silano (LIEN, VANDEWALLE, 2010).

As moléculas dos monômeros dos compósitos à base de metacrilato aproximam-se uma das outras durante o processo de polimerização, o que resulta em contração volumétrica (BOWEN, RAPSON, DICKSON 1982; BAGIS, BALTACIOGLU, KAHYAOGULLARI, 2009). A reação de polimerização dos metacrilatos está baseada na conversão de moléculas de monômeros em uma rede

polimérica, dentro da qual os espaços de van der Waals são substituídos por ligações covalentes, as quais com a aproximação das moléculas provocam uma contração considerável dos compostos (ENDE et al., 2010; ISAAC et al., 2013).

Esta contração volumétrica varia de 2% a 5% (LABELLA et al., 1999; WEINMANN THALACKER, GUGGENBERGER, 2005) e se desenvolve em torno de tensões na interface dente-restauração (DAVIDSON, FEILZER, 1997; BRAGA, FERRACANE, 2004; BAGIS, BALTACIOGLU, KAHYAOGULLARI, 2009), podendo por sua vez, gerar falhas nesta interface formando “microgaps” ou fendas na interface dente-material restaurador e ruptura da adesão de materiais adesivos, podendo ocorrer microinfiltração marginal, sensibilidade pós-operatória e cáries secundárias (YAMAZAKI et al., 2006; BOGRA, GUPTA, KUMAR, 2012; ISAAC et al., 2013), sendo este último um grande desafio nas restaurações diretas (TERRY et al., 2009).

Várias abordagens têm sido propostas para reduzir a tensão de contração de polimerização, visando controlar a configuração da cavidade (fator-C), modulando a intensidade da luz com diferentes técnicas de polimerização e utilizando na cavidade diferentes métodos de inserção dos compósitos. O fator C é determinado pela razão entre a área de superfícies aderidas e a áreas de superfícies livres, tendo uma relação direta com a capacidade de liberar tensões geradas durante a polimerização (CHOI, CONDON, FERRACANE, 2000). BRAGA, FERRACANE, 2004 afirmam que quanto maior for o fator C, menor será a resistência de ligação, devido à maior tensão gerada na estrutura do dente na interface de ligação dente-restauração.

O módulo de elasticidade do compósito é outro fator importante a ser considerado. Em geral, valores elevados de módulo de elasticidade estão relacionados com a maior dificuldade em dissipar tensões internas durante a reação de polimerização (ISAAC et al., 2013).

A grande maioria dos sistemas restauradores à base de dimetacrilato consistem da incorporação de partículas de carga de tamanho micrométrico ou nanométrico de sílica e zircônia ou com partículas de carga maiores, podendo assim serem classificadas como compostos híbridos, microhíbridos, ou nanohíbridos (PHILLIPS, 2003; POWERS, SAKAGUCHI, 2006; MORAES et al., 2009). Compósitos híbridos contêm tipicamente uma mistura de partículas inorgânicas de carga (1 - 4  $\mu\text{m}$ ) e partículas submicrométricas (0,04  $\mu\text{m}$ ). Os microhíbridos combinam partículas de carga menores (0,1 - 1  $\mu\text{m}$ ) com as partículas

submicrométricas. Já, os nano-híbridos combinam partículas nanométricas (0,02  $\mu\text{m}$ ) e pequenas partículas de carga, semelhante às microhíbridas. Finalmente, nanocompósitos utilizam nanopartículas em toda a matriz de resina (MITRA et al., 2003; MORAES et al., 2009; LIEN, VANDEWALLE, 2010).

A resina composta Filtek Z250 (3M ESPE) é classificada como microhíbrida, enquanto a Filtek Z350 (3M ESPE) é uma resina composta de nanopartículas, tendo esta última uma combinação de nanopartículas de sílica com um tamanho de partícula primária de 20 nm e nanopartículas de zircônia-sílica medindo 0,4-0,6  $\mu\text{m}$  (MITRA et al., 2003; BEUN et al., 2007). MITRA et al., 2003 demonstraram que este tipo de composição tem propriedades mecânicas semelhantes aos compósitos híbridos.

A estabilidade em longo prazo das restaurações de resina composta também assume um papel fundamental no sucesso clínico das restaurações. A absorção/adsorção de moléculas de água por monômeros hidrófilos do material resinoso exposto ao ambiente úmido representa um dos vários mecanismos de deterioração. Isto pode resultar na plastificação da matriz resinosa e em sua degradação hidrolítica, com a ruptura da união das partículas de carga, além da lixiviação de monômeros não reagidos e de outros componentes da matriz polimérica. Clinicamente, isto pode levar à perda do contorno da restauração, o aumento da rugosidade da superfície e a retenção de biofilme na restauração, além do aumento da susceptibilidade ao desgaste, descoloração e cárie secundária (CILLI, PEREIRA, PRAKKI, 2012; CORRER et al., 2012). Portanto, baixa sorção e baixa solubilidade em meio aquoso são características desejáveis em materiais resinosos (PORTO et al., 2013).

### **2.1.2 Resina composta à base de silorano**

Embora os materiais odontológicos tenham passado por melhorias significativas em suas propriedades físicas, ópticas e mecânicas, os compostos à base de metacrilato possuem ainda hoje deficiências que limitam suas aplicações, contribuindo para o surgimento de problemas clínicos na integridade marginal das restaurações (PORTO et al., 2013). Dois motivos principais dessas limitações envolvem os fenômenos de desgaste e tensão de contração de polimerização (MOSZNER, SALZ, 2001; FERRACANE, 2008; LIEN, VANDEWALLE, 2010).

Uma das estratégias para controlar a tensão de contração de polimerização é a utilização de um monômero com um sistema que reduza as tensões associadas a contração de polimerização (BRAGA, BALLESTER, FERRACANE, 2005). Para essa finalidade a 3M ESPE desenvolveu o monômero resinoso chamado Silorano, o qual é composto a partir da combinação de monômeros siloxanos e oxiranos (WEINMANN, THALACKER, GUGGENBERGER, 2005; BAGIS, BALTACIOGLU, KAHYAOGULLARI, 2009). Comercialmente, esta resina é chamada de Filtek P90 sendo composta por uma combinação de partículas de quartzo fino e fluoreto de ítrio radiopaco, e é classificada como microhíbrida. A concentração de partículas de carga neste composto é de 76% em peso (D'ALPINO et al., 2011). Além disso, para utilização desta resina no elemento dentário existe a necessidade de se empregar um sistema adesivo auto-condicionante exclusivo (IVANOVAS, HICKEL, ILIE 2011; MINE et al., 2010; ISAAC et al., 2013).

Os monômeros oxiranos e siloxanos são polimerizados por uma reação lenta de abertura de anel destes monômeros híbridos catiônicos com a presença dacanforquinona, um sal iodônio e um doador de elétrons (KAIZER et al., 2012). O espectro de luz ativa a canforquinona, e o dador de elétrons quebra o sal de iodônio de um cátion de ácido que, por sua vez, abre as anéis oxiranos. Os monômeros estão próximos um do outro e, devido à abertura do anel, a contração da polimerização é menor do que 1% (WEINMANN, THALACKER, GUGGENBERGER, 2005; SAMPAIO et al, 2013).

Propriedades como grau de conversão, sorção, solubilidade e dureza são interdependentes e estão relacionadas com a natureza do monômero, morfologia e porcentagem de partículas de carga (KUSGOZ et al., 2011). A dureza de um material restaurador é um indicador de sua maleabilidade e capacidade de polimento, e é muitas vezes considerada um indicador de resistência ao desgaste e degradação de superfície (PHILLIPS, 2003; PORTO et al., 2013).

Além da baixa contração de polimerização, os compostos a base de silorano exibem diversas propriedades físicas e mecânicas promissoras (PALIN et al., 2005; EICK et al., 2006; CLARO-PEREIRA et al., 2011). É descrito na literatura que quando comparados aos compostos de metacrilatos, os siloranos têm significativamente menor absorção de água e menor solubilidade. Parâmetros mecânicos, tais como módulo de elasticidade e resistência à flexão são semelhantes aos dos metacrilatos. Além disso, as resinas compostas à base de silorano

apresentam boas características de biocompatibilidade (SCHWEIKL, SCHMALZ, WEINMANN, 2002; BUERGERS et al., 2009), baixo potencial para absorver os corantes de alimentação diária, devido à sua natureza hidrofóba, melhor estabilidade de cor ao longo do tempo e melhor adaptação marginal (CLARO-PEREIRA et al., 2011).

### 2.3 EFEITO DA EROSÃO ÁCIDA EM RESINAS COMPOSTAS

A erosão dentária é definida como a perda irreversível de estrutura por processos químicos de dissolução ácida sem o envolvimento bacteriano, sendo que sua prevalência na população tem aumentado no decorrer das décadas (LUSSI, 2004; EHLEN et al., 2008).

Na literatura, a erosão dentária está atribuída tanto a fatores extrínsecos, como a fatores intrínsecos. Nos fatores extrínsecos destaca-se a ingestão excessiva de frutas cítricas, sucos e bebidas ácidas como um dos principais agentes relacionados (EHLEN et al., 2008), enquanto nos fatores intrínsecos o ácido clorídrico (HCl) (pH em torno de 1 - 1,5) do suco gástrico é o principal causador em pacientes com refluxo gastro-esofágico, úlceras duodenais, anorexia nervosa, bulimia, ou náuseas prolongadas durante a gravidez (JONES et al., 2002).

O consumo de refrigerantes aumentou em quase 500% nos últimos 50 anos, esse crescimento generalizado é especialmente alarmante entre crianças e adolescentes (REN et al., 2009), sendo estes prejudiciais não só por causa dos níveis elevados de açúcar que eles contêm, mas também porque a maioria possui níveis de pH abaixo do limite crítico para a desmineralização do esmalte (pH <5,5). (DINÇER et al, 2002). Este fator é um dos fatores que relaciona o consumo de refrigerantes à erosão dentária (HUNTER et al., 2000; NAVARRO et al., 2011).

O resultado do ataque ácido no elemento dentário é a perda de estrutura por amolecimento e desmineralização da superfície, o que em muitos casos torna necessária a restauração (ATINN et al., 1997). Claramente, antes da restauração dos dentes, é preciso suprimir os fatores causadores da erosão. O procedimento restaurador é indicado nesses casos, pois pode ajudar a combater hipersensibilidade dos dentes afetados e ainda protegê-los de uma maior perda erosiva (ATINN, WEGEHAUPT 2014).

A ação de substâncias ácidas em contato prolongado com as superfícies dentais, associados à escovação, age também no processo de desgaste dos compósitos resinosos, induzindo a degradação da matriz e das partículas de carga (HONÓRIO et al., 2008; YU et al., 2009). Portanto o desempenho clínico dos materiais restauradores também sofre alterações quando submetidos à substâncias ácidas, visto que já foi relatado desgaste superficial nos compósitos resinosos em meio a ação de ácidos (YU et al., 2009).

Embora os materiais restauradores possam ser menos susceptíveis aos ataques erosivos quando comparado ao esmalte dentário, este pode induzir, pelo menos até certo ponto, a degradação da matriz do material restaurador (Yu et al., 2012). O mecanismo do desgaste químico dos compósitos tem sido associado à degradação superficial e sub-superficial, que além de diminuir a dureza e a resistência ao desgaste, contribui para o aumento da rugosidade, promovendo a retenção de biofilme (MAYWORM, CAMARGO, BASTIAN, 2008; VALINOTI et al., 2008; SILVA et al, 2012).

Além disso a degradação dos materiais restauradores devido aos fatores erosivos pode causar além das mudanças na rugosidade da superfície, o comprometimento da qualidade da estética da restauração devido à perda de brilho superficial e aumento da descoloração do material. Neste contexto o tamanho das partículas de carga, que possui impacto direto na lisura superficial, terá influência na impregnação de pigmentos exógenos do material restaurador, principalmente quando associados a certas bebidas como café, chá e a base de cola (MORAES et al., 2009; ERDEMIR YILDIZ, EREN, 2012).

Portanto, devido a alguns estudos terem demonstrado perda de substâncias, degradação da superfície e redução de resistência à abrasão dos materiais restauradores em meio à erosão ácida, esta merece atenção dos pesquisadores para estudos desta natureza (Yu et al., 2012).

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1 OBJETIVO GERAL**

Avaliar o efeito da erosão, com bebida a base de cola, nas propriedades nanomecânicas entre dois compósitos a base de metacrilato com diferentes monômeros e partículas de carga (Filtek Z250 - 3M/ESPE, EUA e Filtek Z350-3M/ESPE, EUA) e um compósito a base de silorano (Filtek P90, 3M/ESPE, EUA).

#### **3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Comparar os valores de nanonodureza dos três compósitos antes e após desafio erosivo e armazenamento em saliva artificial;
- Comparar os valores de módulo de elasticidade dos três compósitos antes e após desafio erosivo e armazenamento em saliva artificial.

#### 4. MATERIAIS E MÉTODOS

O estudo foi desenvolvido no Laboratório Integrado de Biomaterias (LABIO) do Departamento de Odontologia Restauradora – DOR (Centro de Ciências da Saúde – CCS/UFPB) e as nanoindentações das amostras realizadas no laboratório de Solidificação Rápida do Centro de Tecnologia da UFPB.

Um compósito a base de silorano (Filtek P90, 3M/ESPE, EUA) e dois compósitos a base de dimetacrilato, com diferentes monômeros e partículas de carga foram avaliados: Filtek Z250 (3M/ESPE, EUA) e Filtek Z350 (3M/ESPE, EUA). A Figura 01 mostra as resinas investigadas e a Tabela 1 mostra a composição dos materiais.

Tabela 1 – Materiais testados com as respectivas composições\*.

Material (Fabricante)	Composição	Partículas de Carga e Quantidade (% em volume)
Filtek Z250, (3M/ESPE, EUA)	Bis-GMA/UDMA/ Bis-EMA/TEGDMA	zirconia/sílica (0,01–3,5 µm) - 60%
Filtek Z350, (3M/ESPE, EUA)	Bis-GMA/UDMA/ Bis-EMA/TEGDMA/PEGDMA	Zircônia/sílica (aglomerados de 0,6 a 1,4 µm) e Sílica (5-20 nm) - 58,5%
Filtek P90, (3M/ESPE, EUA)	Silorano (3,4-epoxiclohexiletilciclo-polimetilsiloxano, bis -3,4 epoxiclohexiletil-fenilmetilsilano)	Quartzo e fluoreto de ítrio (0,1-2µm) - 55%

\*Conforme informações do fabricante.

Dez amostras de cada material foram preparadas e divididas em dois grupos de acordo com o tipo de armazenamento (n=05):

- Grupo erosão (E): as amostras foram submetidas ao desafio erosivo por 5 dias;
- Grupo controle (C): as amostras permaneceram em saliva artificial por 5 dias



Figura 1: Resinas compostas investigadas no estudo

Todas as amostras foram confeccionadas por um único pesquisador (Vanessa Frade) de acordo com as instruções do fabricante. Para obtenção das mesmas foram utilizadas matrizes de silicóna de condensação (4 mm x 2 mm) (Fig. 2A). As matrizes foram colocadas sobre uma placa de vidro e interposta sobre uma tira de poliéster (Probem Ltda, Catanduva, Brasil). Os materiais foram inseridos em incremento único nas matrizes com espátula de resina. As superfícies dos espécimes foram cobertas com tira de poliéster (Probem Ltda, Catanduva, Brasil) e fotoativadas a  $700 \text{ mW/cm}^2$  por 20 segundos com LED (Radii-Cal, SDI, Austrália). A seguir, as amostras foram removidas da matriz e embutidas em resina acrílica (VIPI-Flash) com tubos PVC (Fig.2 B e C).

A superfície de todas as amostras foi serialmente polida com discos de carbetto de sílico (# 400, 600, 1200) em politriz sob refrigeração.

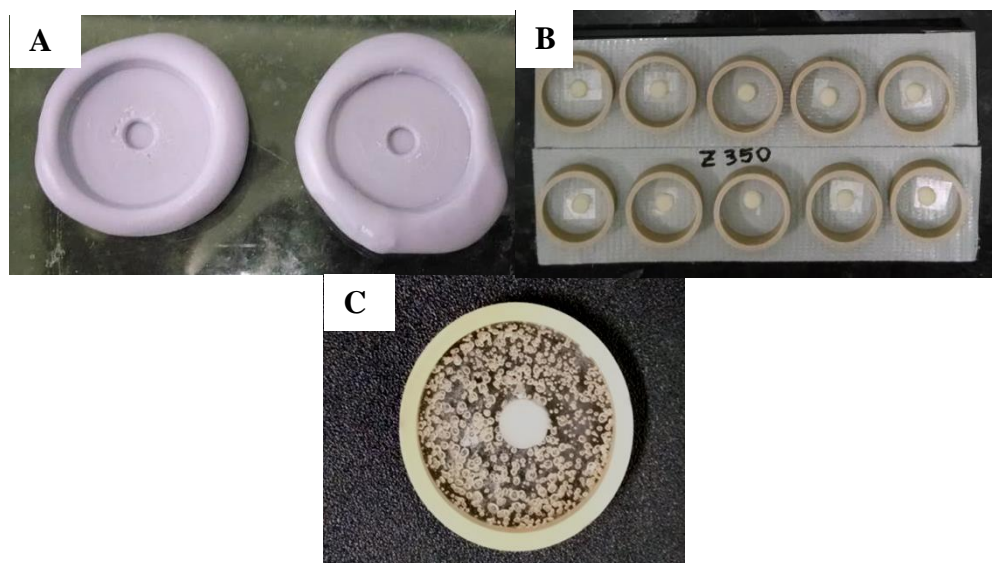


Figura 2: Confeção das amostras. A. Matrizes de silicone de condensação; B. Embutimento das amostras em resina acrílica; C. Amostra polida para realização dos testes.

### Desafio erosivo

O desafio erosivo foi realizado de acordo com Magalhães et al. (2010): as amostras foram imersas em coca-cola<sup>®</sup> (pH 2,6 - Coca-Cola Company, Recife, PE, Brasil) (12 mL/amostra) por 90 s, 4 vezes ao dia, em estufa a 37°C. Entre os desafios erosivos foi realizada a imersão das amostras em saliva artificial com pH 7,0 (12 mL/amostra) por 2 h em estufa a 37°C. Este ciclo foi repetido durante 5 dias (YU et al., 2009). Durante os ciclos erosivos, os espécimes foram mantidos em recipientes fechados, em decorrência da perda do gás do refrigerante poder aumentar o seu pH (PARRY et al., 2001). O método de produção da saliva artificial utilizado foi similar ao de McKnight-Hanes e Whitford (1992), porém excluindo o sorbitol (em g:L): 2 g de Metil-p-hidroxibenzoato; 0,625 g de carboximetilcelulose de sódio; 0,059 g de MgCl<sub>2</sub> - 6H<sub>2</sub>O; 0,166 g de CaCl<sub>2</sub>-2H<sub>2</sub>O; 0,804 g de K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>; 0,326 g de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> ajustando o pH para 6,75 com KOH. A coca-cola e a saliva artificial foram trocadas a cada ciclo. Após cada imersão em coca-cola, as amostras foram lavadas com água destilada. As amostras do grupo controle permaneceram em saliva artificial por 5 dias, a troca da saliva foi realizada cada dia (Fig. 03).

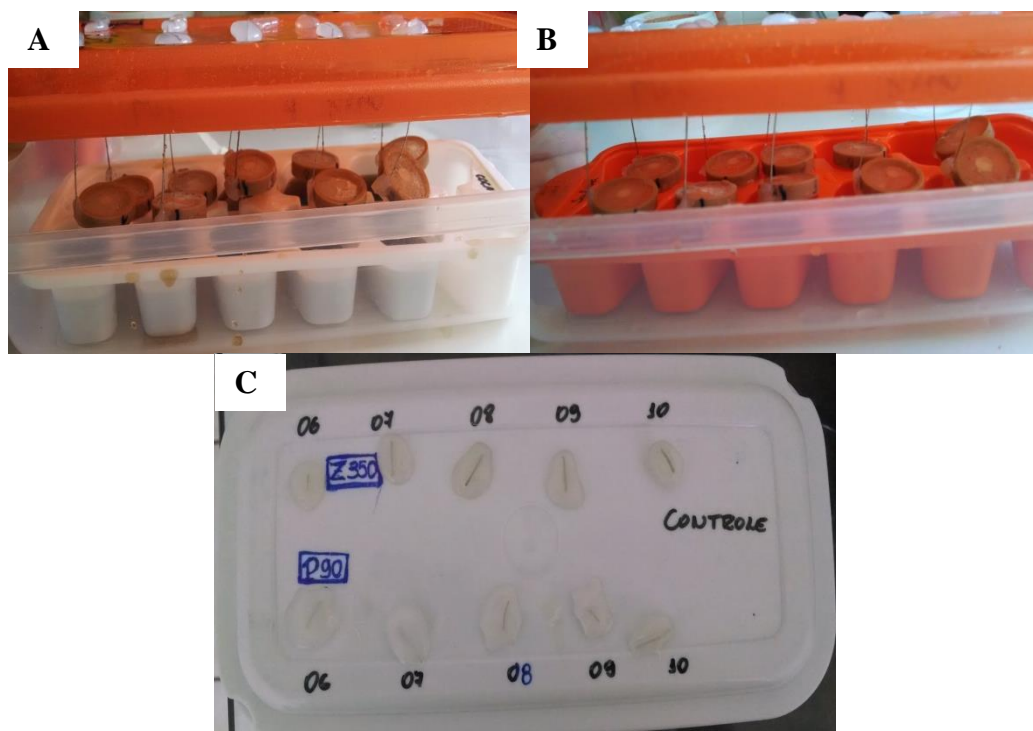


Figura 3: Amostras do desafio erosivo, imersas em coca-cola (A) e saliva artificial (B). (C) Recipiente com tampa utilizado para realização do desafio erosivo e armazenamento em saliva artificial.

### Testes de nanodureza e módulo de elasticidade

A análise de nanodureza e módulo de elasticidade foi realizada antes e depois do armazenamento das amostras nos respectivos grupos. Cinco nanoindentações no centro da superfície das amostras foram realizadas utilizando o aparelho Ultramicrodurômetro (Shimadzu – DUH-211S, Kyoto, Japão), com a ponta de diamante Vickers (Fig. 04). A carga utilizada foi de 10 mN e a velocidade de carregamento foi de 0,05nm/s (EL-SAFTY et al., 2012). Uma média dos valores das cinco indentações foi obtida antes e após as condições experimentais.

Foi utilizado o método descrito por Oliver e Pharr (1992) para o cálculo da nanodureza (H) e do módulo de elasticidade do esmalte (E) por meio das fórmulas:

$$H = P_{\max} / A_c, \text{ onde } P_{\max} \text{ é o pico da carga e } A_c \text{ é a área de contato.}$$

$1/E_r = (1 - \nu^2) / E + (1 - \nu_i^2) / E_i$ , onde E e  $\nu$  são o módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson do material e  $E_i$  e  $\nu_i$  são os parâmetros do indentador,

respectivamente. O Coeficiente de Poisson dos compósitos foi considerado 0.3 (EL-SAFETY et al., 2012).



Figura 4. Aparelho Ultramicrodurômetro (Shimadzu – DUH-211S, Kyoto, Japão) utilizado para os testes de nanodureza e módulo de elasticidade.

### **Análise estatística**

Os valores de nanodureza e módulo de elasticidade foram analisados quanto a normalidade dos dados pelo teste de Kolmogorov–Smirnov. Após, os dados foram submetidos ao teste T Student pareado para comparação de cada compósito antes e depois do desafio erosivo e armazenamento em saliva artificial. Os testes One-Way ANOVA e Tukey foram aplicados para comparação entre os materiais após o desafio e o armazenamento em saliva artificial. O nível de significância foi 0,05.

## 5. RESULTADOS

Os resultados de nanodureza e módulo de elasticidade após desafio erosivo e armazenamento em saliva artificial estão descritos nas tabelas 2 e 3, respectivamente.

**Tabela 2.** Valores de nanodureza  $\pm$  média (GPa) das amostras de resina composta antes e depois do desafio erosivo e armazenamento em saliva artificial (controle).

Nanodureza (GPa)*				
Materiais	Antes Desafio	Pós-Desafio	Antes Saliva	Pós-Saliva
<b>Z350</b>	$1.37 \pm 0.07^A$	$1.28 \pm 0.07^{A,a}$	$1.35 \pm 0.10^A$	$1.23 \pm 0.20^{A,a}$
<b>Z250</b>	$1.41 \pm 0.08^A$	$1.33 \pm 0.08^{A,a}$	$1.42 \pm 0.11^A$	$1.32 \pm 0.10^{A,a}$
<b>P90</b>	$0.81 \pm 0.08^A$	$0.70 \pm 0.05^{B,b}$	$0.87 \pm 0.04^A$	$0.86 \pm 0.05^{A,b}$

\*Letras maiúsculas iguais significam que não existe diferença estatística para cada material antes e depois do desafio erosivo e armazenamento em saliva artificial pelo teste T Student pareado ( $p > 0,05$ ). Letras minúsculas iguais significam que não existe diferença estatística entre os materiais pós-desafio e pós-saliva pelo teste de ANOVA One-Way e Tukey ( $p > 0,05$ ).

**Tabela 3.** Valores de módulo de elasticidade  $\pm$  média (GPa) das amostras de resina composta antes e depois do desafio erosivo e armazenamento em saliva artificial (controle).

Módulo de Elasticidade (GPa)				
Materiais	Antes Desafio	Pós-Desafio	Antes Saliva	Pós-Saliva
<b>Z350</b>	$27.34 \pm 1.01^A$	$26.65 \pm 0.48^{A,b}$	$28.92 \pm 0.30^A$	$27.99 \pm 0.78^{A,a}$
<b>Z250</b>	$29.75 \pm 1.47^A$	$29.35 \pm 1.57^{A,a}$	$31.90 \pm 1.51^A$	$28.54 \pm 1.37^{A,a}$
<b>P90</b>	$18.65 \pm 1.04^A$	$17.15 \pm 1.16^{B,c}$	$18.75 \pm 1.07^A$	$19.69 \pm 2.15^{A,b}$

\*Letras maiúsculas iguais significam que não existe diferença estatística para cada material antes e depois do desafio erosivo e armazenamento em saliva artificial pelo teste T Student pareado ( $p > 0,05$ ). Letras minúsculas iguais significam que não existe diferença estatística entre os materiais pós-desafio e pós-saliva pelo teste de ANOVA One-Way e Tukey ( $p > 0,05$ ).

Ao comparar os valores de nanodureza e módulo de elasticidade antes e após o desafio erosivo, somente o grupo Filtek P90 obteve diminuição significativa dos valores de nanodureza e módulo de elasticidade ( $p = 0.014$  e  $p = 0.026$ , respectivamente pelo teste T de Student pareado) (Tabelas 1 e 2). As resinas Filtek Z350 e Z250 não possuíram redução destes valores pós-desafio ( $p > 0.05$ ). Foi observado também que não houve diferença estatística para todas as resinas quando os valores de nanodureza e módulo de elasticidade foram comparados antes e após armazenamento em saliva artificial (controle) ( $p > 0.05$ ), de modo que

este meio de armazenamento não afetou as propriedades nanomecânicas dos compósitos investigados.

Quando as resinas foram comparadas após desafio erosivo, o grupo Filtek P90 apresentou significativamente o menor valor de nanodureza comparado aos grupos Filtek Z350 e Filtek Z250 ( $p=0.001$ , testes de ANOVA One-Way e Tukey), os quais não tiveram diferença estatística entre eles (Tabela 2). Porém, existiu diferença significativa entre os valores de módulo de elasticidade entre as resinas pós-desafio, de modo que o grupo Filtek Z250 apresentou o maior valor, seguido do grupo Filtek Z350 e o grupo Filtek P90 apresentou o menor valor de módulo de elasticidade (Tabela 3).

Na comparação das resinas após armazenamento em saliva artificial, o grupo Filtek P90 apresentou significativamente os menores valores de nanodureza e módulo de elasticidade comparado aos grupos Filtek Z350 e Filtek Z250 ( $p=0.001$ , testes de ANOVA One-Way e Tukey), os quais não tiveram diferença estatística entre eles (Tabelas 2 e 3).

## 6. DISCUSSÃO

As propriedades mecânicas dos materiais restauradores são um aspecto essencial para seu desempenho clínico (EL-SAFTY et al., 2012). A nanoindentação é uma técnica importante e muito utilizada atualmente para determinar as propriedades mecânicas dos materiais, como dureza e módulo de elasticidade, por meio da curva de tensão-deformação obtida pela resposta do material à nanoindentação (EL-SAFTY et al., 2012; HE, SWAIN, 2007). Nesta técnica é utilizada uma carga pequena com os registros contínuos da deformação elástica pelo carregamento (“load”), da remoção da carga (“unload”) e da deformação plástica após o teste (EL-SAFTY et al., 2012; HE, SWAIN, 2007). Os dados de força versus deformação de cada amostra durante o teste podem ser representados graficamente pela curva de carga-deslocamento (tensão-deformação) (PAUL, OLIVER, GRÜTTER, 2014). Desta forma, a análise *in vitro* dos materiais submetidos aos testes de nanoindentação têm sido normalmente considerados bons indicadores para simular o comportamento mecânico dos materiais restauradores sob às tensões que poderiam sofrer na cavidade bucal (PHILLIPS, 2003; POWERS, SAKAGUCHI, 2006; LIEN, VANDEWALLE, 2010).

Nos últimos anos, um aumento significativo no consumo de refrigerantes ocorreu entre crianças e adolescentes (OWENS, KITCHENS, 2007). Essas bebidas, em específico a Coca-Cola<sup>®</sup>, possuem um pH abaixo do nível do limite crítico para a desmineralização do esmalte do dente (DINÇER et al., 2002), e, ainda contêm ácido fosfórico em sua composição, causando a erosão dentária (EHLEN et al., 2008; NAVARRO et al., 2010; ATINN, WEGEHAUPT 2014).

A maioria dos refrigerantes e sucos de frutas cítricas possuem alta acidez (pH <4,0) e pode degradar a superfície do esmalte e dentina, desmineralizando-os (REN et al., 2009). Porém, poucos estudos têm se dedicado à questão do comportamento dos materiais restauradores, principalmente a resina composta, sob condições ácidas oriundas de alimentos ácidos (ATINN, WEGEHAUPT, 2014).

Nos estudos *in vitro*, geralmente as amostras são submersas continuamente nos refrigerantes durante longos períodos (JENSDOTTIR, BARDOW, HOLBROOK, 2005; OWENS, KITCHENS, 2007), porém na presente pesquisa foi utilizado um desafio erosivo dinâmico que simulasse ao máximo a situação clínica (NAVARRO et al., 2011), com imersão cíclica em refrigerante e saliva artificial. Este desafio foi

utilizado em estudos de erosão em esmalte dentário (Magalhães et al., 2010), e sendo assim foi testado para simular a erosão em compósitos restauradores.

Neste estudo, foram avaliadas as propriedades mecânicas após desafio erosivo de três resinas compostas com diferentes composições de matriz orgânica e tamanho de partículas de carga. Independente da erosão, já é relatado na literatura que as variáveis como o tamanho, forma, distribuição e o teor por volume/peso das partículas de carga da matriz influenciam na resistência mecânica, dureza e módulo de elasticidade das resinas compostas (MANHART et al., 2000; OBERHOLZER et al., 2003).

De acordo com os resultados encontrados no presente trabalho, as amostras armazenadas em saliva artificial (controle) não sofreram degradação nas propriedades de nanodureza e módulo de elasticidade, pois não existiu diferença nos valores destas propriedades entre antes e depois do armazenamento (Tabelas 2 e 3). Estes estudos concordam com os resultados Munack et al. (2001), Honório et al. (2008), Zhang, Xu, (2008), Soares et al. (2012), Porto et al. (2013), que também encontram que não existe diferença de dureza e módulo de elasticidade dos compósitos após armazenamento em saliva por curto período de tempo. Porto et al. (2013) investigaram em seu estudo o grau de conversão dos monômeros em polímeros, sorção, solubilidade e microdureza de compósitos a base de dimetacrilato (Filtek Z250 e Filtek Z350XT) e compósitos à base de silorano (Filtek P90), onde as resinas apresentaram valores de solubilidade semelhantes, porém de acordo com este estudo a resina P90 exibiu os menores valores de conversão de monômeros e de microdureza, que pode estar ligada a diferenças na composição da matriz dessa resina.

O efeito ácido das bebidas com baixo pH sobre as resinas compostas geram um desgaste químico que tem sido associado à degradação da superfície e dissolução da matriz, o que pode afetar a dureza da resina (SILVA et al., 2012). Mallmann et al., 2009 mostraram que o baixo pH causa erosão em compósitos híbridos pelo efeito do ácido na superfície da matriz. Há evidências que a degradação química das resinas compostas podem ocorrer por causa das difusões e lixiviações das moléculas dos monômeros que não reagiram durante a polimerização (MALLMANN et al., 2009), gerando redução de dureza e de outras propriedades (SANTOS et al., 2005; FERRACANE, 2006; LUCENA 2010).

Fatores como a “embebição”, amolecimento e plastificação, oxidação e hidrólise dos polímeros de metacrilato levam à deformação permanente da matriz orgânica (ASMUSSEN , 1984; HONÓRIO et al, 2008), devido ao baixo pH das bebidas que provocam a dissolução da superfície, afetando negativamente o desgaste, a dureza e a integridade da superfície da matriz resinosa (CATELAN et al., 2010).

Interessantemente, o grupo da resina Filtek P90 apresentou redução significativa dos valores de dureza e módulo de elasticidade depois do desafio erosivo (Tabelas 2 e 3). Como a resina à base de silorano possui um caráter mais hidrófobo comparada às resinas a base de dimetacrilato, em função da presença das moléculas de siloxanos e oxiranos (Weinmann et al., 2005; Claro-Pereira et al., 2011), era esperado que o grupo Filtek P90 não sofresse redução dos valores de nanodureza e módulo de elasticidade. Mesmo não sendo um estudo que avaliou o efeito erosivo de bebidas em resinas compostas, Claro-Pereira et al. (2011) verificou que embora a resina a base de silorano tivesse apresentado maior hidrofobicidade comparada as resinas de dimetacrilato, não foi encontrado diferença entre as resinas na adesão de microrganismos. Este fato também é contraditório, pois quanto maior a hidrofobicidade do material menor seria a adesão microbiana. Os nossos resultados e este encontrado na literatura reforçam a necessidade de investigar o comportamento deste material restaurador frente aos desafios a que estará exposto na cavidade bucal.

O grupo Filtek P90 também possuiu os menores valores de nanodureza após desafio erosivo e armazenamento em saliva, desde que também apresentava os menores valores iniciais (antes dos desafios). Tais resultados também foram demonstrados nos estudos de Yesilyurt et al.(2009), Lien e Vandewall (2010) e Kusgoz et al. (2011), os quais também encontraram menores valores de microdureza para o compósito Filtek P90, quando comparada ao compósito Filtek Z250. As maiores concentrações de carga em volume e peso dos compósitos de dimetacrilato quando comparado aos compósitos a base de silorano podem estar relacionadas a este resultado (LIEN e VANDEWALL, 2010). Além disso, também foi demonstrado por Lien e Vandewall (2010) que as resinas à base de silorano podem apresentar relativamente maior resistência à flexão, módulo de elasticidade e tenacidade à fratura, mas relativamente menor resistência à compressão e dureza do que alguns materiais restauradores à base de metacrilato.

Os grupos Filtek Z250 e Z350 não sofreram diminuição nos valores de nanodureza e módulo de elasticidade após desafio erosivo (Tabelas 2 e 3). Da mesma forma, Honório et al. (2008) no seu estudo, no qual foram utilizados 10 ciclos de 5 s de imersão alternada na bebida a base de cola e na saliva, também demonstrou que não houve diferença significativa nos valores de dureza para o compósito Filtek Z250 após desafio erosivo. No estudo de Atinn e Wegehaupt (2014) os materiais restauradores com compostos híbridos e nano-híbridos se mostraram resistentes ao ataque ácido. Mesmo sob a ação erosiva combinada as condições abrasivas do desgaste pela escovação, as restaurações em resina composta não mostraram maior desgaste do que a dos grupos controle, que não foram submetidos a um protocolo erosivo-abrasivo.

De acordo com os nossos resultados e desafio erosivo utilizado, as resinas compostas a base de dimetacrilato sofreram menor degradação das propriedades nanomecânicas comparadas à resina a base de silorano. Porém, em decorrência de poucos estudos terem sido realizados para avaliar tais propriedades após desafio erosivo, outras investigações são necessárias.

## 7. CONCLUSÃO

Pode-se concluir no presente estudo *in vitro* que o efeito erosivo da bebida a base de cola influenciou negativamente no desempenho da resina composta a base de silorano (Filtek P90), o qual sofreu alterações nos valores de nanodureza e módulo de elasticidade após desafio erosivo e armazenamento em saliva artificial. Diferentemente, os compósitos a base de dimetacrilato (Filtek Z250 e Filtek Z350) não sofreram alteração de nanodureza e módulo de elasticidade após o desafio, demonstrando menor degradação das propriedades nanomecânicas.

## REFERÊNCIAS

1. ANUSAVICE, K. J. **Phillips' science of dental materials**. 11th ed. Philadelphia, PA: W.B. Saunders Co.; 2003.
2. ASMUSSEN, E. Softening of BISGMA-based polymers by ethanol and by organic acids of plaque. **Scand J Dent Res**, n.92, p.257–261, 1984.
3. ATTIN, T.; KOIDL, U.; BUCHALLA, W.; SCHALLER, H. G.; KIELBASSA, A. M.; HELLWIG, E. Correlation of microhardness and wear in differently eroded bovine dental enamel. **Archives of Oral Biology**, n.42, p.243–50, 1997.
4. ATTIN, T.; WEGEHAUPT, F. J. Impact of erosive conditions on tooth-colored restorative materials. **Dental materials**, n.30, p. 43–49, 2014 .
5. BAGHERI, R.; TYAS, M. J.; BURROW, M. F. Subsurface degradation of resin-based composites. **Dental materials**, n.23, p. 944–951, 2007.
6. BAGIS, Y.H.; BALTACIOGLU, I.H.; KAHYAOGULLARI, S. Comparing microleakage and the layering methods of silorane-based resin composite in wide Class II MOD cavities. **Oper Dent**; v.34, p.578–85, 2009.
7. BEUN, S.; GLORIEUX, T.; DEVAUX, J.; VREVEN, J.; LELOUP, G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. **Dental Materials**, Copenhagen, v. 23, n. 1, p. 51-59, Jan. 2007.
8. BOGRA, P.; GUPTA, S.; KUMAR, S. Comparative evaluation of microleakage in Class II cavities restored with Ceram X and Filtek P-90: an *in vitro* study. **Contemp Clin Dent**, n.3, p.9-14, 2012.
9. BOWEN, R. L.; RAPSON, J. E.; DICKSON, G. Hardening shrinkage and hygroscopic expansion of composite resins. **J Am Dent Assoc**, v. 61, n. 5, p. 654-658, 1982.
10. BRAGA, R. R.; FERRACANE, J. L. Alternatives in polymerization contraction stress management. **Crit Rev Oral Biol Med**, v.15, n.3, p.176-84, 2004.
11. BRAGA, R.R.; BALLESTER, R.Y.; FERRACANE, J.L. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: a systematic review. **Dent Mater**, v. 21, n.10, p. 962-70, 2005.
12. BUERGERS, R.; SCHNEIDER-BRACHERT, W.; HAHNEL, S.; ROSENTRITT, M.; HANDEL, G. Streptococcal adhesion to novel low-shrink silorane-based restorative. **Dent Mater**, v. 25, n.2, p. 269–75, 2009.
13. CARVALHO, F.G.; CARLO, H.L.; SACRAMENTO, P.A.; BARROS, S.; SANTOS, R.L.; REGINA M.; PUPPIN-RONTANI, R.M. Biodegradation of caries-affected dentin bonding interface of fluoride and MDPB-containing adhesive system. **Int J Adhesion Adhes**. 2013 - artigo in press.

14. CHOI, K. K.; CONDON, JR.; FERRACANE, J. L. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. **J Dent Res**, v.79, n.8, p.12-7, 2000.
15. CILLI, R.; PEREIRA, J. C.; PRAKKI, A. Properties of dental resins submitted to pH catalysed hydrolysis. **Journal of dentistry**, n. 40, p.1144 – 1150, 2012.
16. CLARO-PEREIRA, D.; SAMPAIO-MAIA, B.; FERREIRA, C.; RODRIGUES, A.; MELO, L.F.; VASCONCELOS, M.R. In situ evaluation of a new silorane-based composite resin's bioadhesion properties. **Dent Mater**, v.27, n.12, p. 1238-45, 2011.
17. CORRER, G. M.; BRUSCHI ALONSO, R. C.; BARATTO-FILHO, F.; CORRER-SOBRINHO, L.; SINHORETI, M. A.; PUPPIN-RONTANI, R. M. In vitro longterm degradation of aesthetic restorative materials in food simulating media. **Acta Odontologica Scandinavica**, n.70, p.101–8, 2012.
18. CURTIS, A.; SHORTALL, A.; MARQUIS, P.; PALIN, W. Water uptake and strength characteristics of a nanofilled resin-based composite. **J Dent**, v.36, n.3, p.186-93, 2008.
19. DAVIDSON, C. L.; FEILZER, A. J. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. **Journal of Dentistry**, v.25, n.6, p.435-440, 1997.
20. D'ALPINO, P.H.; BECHTOLD, J.; DOS SANTOS, P.J.; ALONSO, R.C.; DI HIPÓLITO, V.; SILIKAS, N.; RODRIGUES, F.P. Methacrylate- and silorane-based composite restorations: hardness, depth of cure and interfacial gap formation as a function of the energy dose. **Dent Mater**, v.27, n.11, p.1162-9, 2011.
21. D'ALPINO, P.H. P.; FARIAS N. C.; SILVA, M. S.; GOES, M. F.; GONZÁLEZ, A. H. M.; DI HIPÓLITO, V. Compatibility between silorane adhesive and simplified methacrylate-based adhesive systems. **Dental Materials Journal**, v. 32, n.2, p. 263–273, 2013.
22. DE MORAES, R.R.; GONCALVES, L.D.S.; LANCELLOTTI, A.C.; CONSANI, S.; CORRER-SOBRINHO, L.; SINHORETI, M.A. Nanohybrid resin composites: nanofiller loaded materials or traditional microhybrid resins? **Oper Dent**, v.34, n.5, p.551-7, 2009.
23. DINÇER, B.; HAZAR, S.; SEN, B. H. Scanning electron microscope study of the effects of soft drinks on etched and sealed enamel. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, v.122, N. 2, 2002.
24. EHLEN, L.A.; MARSHALL, T.A.; QIAN, F.; WEFEL, J.S.; WARREN, J.J. Acidic beverages increase the risk of in vitro tooth erosion. **Nutr Res**, v.28, p.299-303, 2008.
25. EICK, J.D.; SMITH, R.E.; PINZINO, C.S.; KOSTORYZ, E.L. Stability of

- silorane dental monomers in aqueous systems. **J Dent**, v.34, n.6, p.405-10, 2006.
26. EL-SAFETY, S.; AKHTAR, R.; SILIKAS, N.; WATTS, D.C. Nanomechanical properties of dental resin-composites. **Dent Mater**, v.28, n.12, p.1292-300, 2012.
  27. ENDE, A. V.; MUNCK, J.; MINE, A.; LAMBRECHTS, P.; MEERBEEK, B. V. Does a low-shrinking composite induce less stress at the adhesive interface? **Dental materials**, n.26, p.215–222, 2010.
  28. ERDEMIR, U.; YILDIZ, E.; EREN, M. M. Effects of sports drinks on color stability of nanofilled and microhybrid composites after long-term immersion. **Journal of dentistry**, n.40, p.55 – 63, 2012.
  29. FERRACANE, J.L. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. **Dent Mater**, v.22, n.3, p.211-22, 2006.
  30. FERRACANE, J.L. Placing Dental Composites-A Stressful Experience. **Operative Dentistry**, v.33, n.3, p.247-257, 2008.
  31. FINER, Y.; SANTERRE, J.P. The influence of resin chemistry on a dental composite's biodegradation. **J Biomed Mater Res A**, v.69, n.2, p.233-46, 2004.
  32. FUCIO, S.B.; CARVALHO, F.G.; SOBRINHO, L.C.; SINHORETI, M.A.; PUPPIN-RONTANI, R.M. The influence of 30-day-old *Streptococcus mutans* biofilm on the surface of esthetic restorative materials-an in vitro study. **J Dent**, v.36, n.10, p.833-9, 2008.
  33. FÚCIO, S.B.; PAULA, A.B.; CARVALHO, F.G.; FEITOSA, V.P.; AMBROSANO, G.M.; PUPPIN-RONTANI, R.M. Biomechanical degradation of the nano-filled resin-modified glass-ionomer surface. **Am J Dent**, v.25, n.6, p.315-20, 2012.
  34. HAHNEL, S.; HENRICH, A.; BÜRGERS, R.; HANDEL, G.; ROSENTRITT, M. Investigation of mechanical properties of modern dental composites after artificial aging for one year. **Oper Dent**, v.35, n.4, p. 412-9, 2010.
  35. HE, L. H.; SWAIN, M. V. Nanoindentation derived stress–strain properties of dental materials. **Dental materials**, n.23, p. 814–821, 2007.
  36. HONORIO, H.M.; RIOS, D.; FRANCISCONI, L.F.; MAGALHAES, A.C.; MACHADO, M.A.A.; BUZALAF, M.A.R. Effect of prolonged erosive pH cycling on different restorative materials. **J Oral Rehabil**, v.35, p.947–53, 2008.
  37. HUNTER, M. L.; WEST, N. X.; HUGHES, J. A.; NEWCOMBE, R. G.; ADDY, M. Erosion of deciduous and permanent dental hard tissue in the oral environment. **Journal of Dentistry**, n.28, p.257–267, 2000.

38. ISAAC, S. Z.; BERGAMIN, A. C. P.; TURSSI, C. P.; AMARAL, F. L. B.; BASTING, R. T.; FRANÇA, F. M. G. Evaluation of bond strength of silorane and methacrylate based restorative systems to dentin using different cavity models, **J Appl Oral Sci**, v.21, n.5, p.452-9, 2013.
39. IVANOVAS, S.; HICKEL, R.; ILIE, N. How to repair fillings made by silorane-based composites. **Clin Oral Invest**, n.15, p.915-22, 2011.
40. JENSDOTTIR, T.; BARDOW, A.; HOLBROOK, P. Properties and modification of soft drinks in relation to their erosive potential *in vitro*. **Journal of Dentistry**, n.33, p.569–575, 2005.
41. KAIZER, M. R.; DIESEL, P. G.; MALLMANN, A.; JACQUES, L. B. Ageing of silorane-based and methacrylate-based composite resins: Effects on translucency. **Journal of dentistry**, n.40, p.64-71, 2012.
42. KUSGOZ, A.; ULKER, M.; YESILYURT, C.; YOLDAS, O. H.; OZIL M.; TANRIVER M. Silorane-based composite? Depth of cure, surfasse hardness, degree of conversion, and cervical microleakege in class II cavities. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, n.23, p.324–35, 2011.
43. LABELLA, R.; LAMBRECHTS, P.; MEERBEEK, B.; VANHERLE, G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. **Dental Materials**, v.15, n.2, p.128- 137, 1999.
44. LIEN, W.; VANDEWALLE, K.S. Physical properties of a new silorane-based restorative system. **Dent Mater**, v.26, n.4, p.337–44, 2010.
45. LUCENA, M. C. M.; GOMES, R. V. S.; SANTOS, M. C. M. S. Assessment surface roughness of the flwable resin filtek Z 350 3M/ espe exposed to mouthrinses with and without alcohol. **Odontol. Clín.Cient**, v.9, n.1, p.59-64, 2010.
46. LUSSI, A.; JAEGGI, T.; ZERO D. The role of diet in the aetiology of dental erosion. **Caries Res**, n.38, p.34-44, 2004.
47. MAGALHÃES, A.C.; LEVY, F.M.; RIOS, D.; BUZALAF, M.A. Effect of a single application of TiF(4) and NaF varnishes and solutions on dentin erosion in vitro. **J Dent**, v. 28, n.2, p. 153-7, 2010.
48. MALLMANN, A.; JESUS, S. S.; NETO, A. T.; FONTES, C. M.; JACQUES, L. B. Resistência flexural de resinas compostas imersas em diferentes líquidos., Flexural strength of composite resins immersed in liquids diferent, **Robrac**, v.18, n.45, p. 1981 – 3708, 2009.
49. MANHART, J.; KUNZELMANN, K. H.; CHEN, H. Y.; HICKEL, R. Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins. **Dent Mater**, n.16, p.33–40, 2000.

50. MAYWORM, C. D.; CAMARGO; S. S. Jr.; BASTIAN, F. L. Influence of artificial saliva on abrasive wear and microhardness of dental composites filled with nanoparticles. **J Dent**, n.36, p.703–10, 2008.
51. MASOURAS, K.; AKHTAR, R.; WATTS, D. C.; SILIKAS, N. Effect of filler size and shape on local nanoindentation modulus of resin-composites. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, n.19, p.3561–6, 2008.
52. MINE, A.; DE MUNCK, J.; ENDE, V. A.; CARDOSO, M. V.; KUBOKI, T.; YOSHIDA, Y. et al. TEM characterization of a silorane composite bonded to enamel/dentin. **Dent Mater**, n. 26, p.524-32, 2010.
53. MITRA, S. B.; WU, D.; HOLMES, B. N. An application of nanotechnology in advanced dental materials. **J Am Dent Assoc**, v.134, n.1, p.382–90, 2003.
54. MORAES, R. R.; GONÇALVES, L. S.; LANCELOTTI, A. C.; CONSANI, S.; CORRER-SOBRINHO, L.; SINHORETI, M. A. Nanohybrid resin composites: nanofiller loaded materials or traditional microhybrid resins? **Oper Dent**, n.34, p.551–7, 2009.
55. MOSZNER, N.; SALZ, U. New developments of polymeric dental composites. **Prog Polym Sci**, n.26 p.535–6, 2001.
56. MUNACK, J.; HAUBERT, H.; DOGAN, S.; GEURTSSEN, W. Effects of various storage media on surface hardness and structure of four polyacid-modified composite resins (“compomers”). **Clin Oral Invest**, n.5, p.254–259, 2001.
57. NAVARRO, R.; VICENTE, A.; ORTIZ, A.J.; BRAVO, L.A. The effects of two soft drinks on bond strength, bracket microleakage, and adhesive remnant on intact and sealed enamel. **Eur J Orthod**, v.33, n.1, p.60-5, 2011.
58. OBERHOLZER, T. G.; GROBLER, S.R.; PAMEIJER, C. H.; HUDSON, A. P. The effects of light intensity and method of exposure on the hardness of four light-cured dental restorative materials. **Int Dent J**, n.53, p.211–5, 2003.
59. OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **J Mater Res**, v. 7, p. 1564-1583, 1992.
60. OYEN, M. L.; COOK, R. F. A practical guide for analysis of nanoindentation data. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, n.2, p.396–407, 2009.
61. OWENS, B. M.; KITCHENS, M. The erosive potential of soft drinks on enamel surface substrate: an *in vitro* scanning electron microscopy investigation. **Journal of Contemporary Dental Practice**, n.7, p.11–20, 2007.
62. PALIN, W.M.; FLEMING, G.J.; BURKE, F.J.; MARQUIS, P.M.; RANDALL, R.C. The influence of short and medium-term water immersion on the hydrolytic stability of novel low-shrink dental composites. **Dent Mater**, v.21,

- n.9, p.852–63, 2005.
63. PARRY, J.; SHAW, L.; ARNAUD, M.; SMITH, A. Investigation of mineral waters and soft drinks in relation to dental erosion. **J Oral Rehabil**, v.28, p.766–72, 2001.
64. Porto, I. C. C. M.; Aguiar, F. H. B.; Brandt, W. C.; Liporoni, P. C. S. Mechanical and physical properties of silorane and methacrylate-based composites. **Journal of dentistry**, n.41, p.732 –739, 2013.
65. POWERS, J. M.; SAKAGUCHI RL. **Craig's restorative dental materials**. 12th ed. St. Louis, MO: Mosby Inc.; 2006.
66. PRAKKI, A.; CILLI, R.; MONDELLI, R. F.; KALACHANDRA, S.; PEREIRA, J. C. Influence of pH environment on polymer based dental material properties. **J Dent**, n.33, p.91–98, 2005.
67. REN, Y.; ZHAO, Q.; MALMSTROM, H.; BARNES, V.; XU, T. Assessing fluoride treatment and resistance of dental enamel to soft drink erosion in vitro: Applications of focus variation 3D scanning microscopy and stylus profilometry. **Journal of dentistry**, n.37, p.167-176, 2009.
68. SANTOS, P.J.; SILVA, M.S.; ALONSO, R.C.; D'ALPINO, P.H. Hydrolytic degradation of silorane- and methacrylate-based composite restorations: Evaluation of push-out strength and marginal adaptation. **Acta Odontol Scand**, artigo in press, Feb 11, 2013.
69. SILVA, E. M.; GONCALVES, L.; GUIMARAES, J. G.; POSKUS, L. T.; FELLOWS, C. E. The diffusion kinetics of a nanofilled and a midfilled resin composite immersed in distilled water, artificial saliva, and lactic acid. **Clin Oral Investig**, n.15 p.393-401, Jun, 2011.
70. SILVA, P. F.; BARRAGÁN, G.; CHASQUEIRA, F.; ARANTES, S.; OLIVEIRA; PORTUGAL, J. Efeito do envelhecimento em ácido cítrico na microdureza e resistência à flexão de resinas compostas. **Rev. port. estomatol. med. dent. cir. maxilofac**, v.53, n.4, p.227–232, 2012.
71. SCHWEIKL, H.; SCHMALZ, G.; WEINMANN, W. Mutagenic activity of structurally related oxiranes and siloranes in *Salmonella typhimurium*. **Mutation Research**, n.521, p.19–27, 2002.
72. TERRY, D.A.; LEINFELDER, K.F.; BLATZ, M.B. A comparison of advanced resin monomer technologies. *Dent Today*; v.28, n.7, p.122-3, 2009.
73. VALINOTI, A. C.; NEVES, B. G.; SILVA, E. M.; MAIA, L. C. Surface degradation of composite resins by acidic medicines and pH-cycling. **J Appl Oral Sci**, n.16, p.257–65, 2008.
74. WACHTMAN, J. B.; CANNON, W. R.; MATTHEWSON, M. J. **Mechanical properties of ceramics**. 2nd ed. Hoboken, NJ:Wiley Inc.; 2009.

75. WEINMANN, W.; THALACKER, C.; GUGGENBERGER, R. Siloranes in dental composites. **Dent Mater**, v.21, n.1, p.68-74, 2005.
76. YAMAZAKI, P. C.; BEDRAN-RUSSO, A. K.; PEREIRA, P. N.; SWIFT, E. J. Jr. Microleakage evaluation of a new low-shrinkage composite restorative material. **Oper Dent**, n.31p.670-6, 2006.
77. YAP, A. U.; TAN, S. H.; WEE, S. S.; LEE, C. W.; LIM, E. L.; ZENG, K. Y. Chemical degradation of composite restoratives. **J Oral Rehabil**, n.28, p.1015–1021, 2001.
78. YAP, A.U.; LIM, L.Y.; YANG, T.Y.; ALI, A.; CHUNG, S.M. Influence of dietary solvents on strength of nanofill and ormocer composites. **Oper Dent**, v.30, n.1, p.129-33, 2005.
79. YESILYURT, C.; YOLDAS, O.; ALTINTAS, S.H.; KUSGOZ, A. Effects of food-simulating liquids on the mechanical properties of a silorane-based dental composite. **Dent Mater J**, v.28, n.3, p.362-7, 2009.
80. YU, H.; WEGEHAUPT, F.J.; WIEGAND, A.; ROOS, M.; ATTIN, T.; BUCHALLA, W. Erosion and abrasion of tooth-colored restorative materials and human enamel. **J Dent**, v.37, n.12, p.913-22, 2009.
81. ZHANG, Y.; XU, E. J. Effect of immersion in various media on the sorption, solubility, elution of unreacted monomers, and flexural properties of two model dental composite compositions. **J Mater Sci: Mater Med**, n.19, p.2477–2483, 2008.
82. ZHENG, L.; ZHENG, J.; ZHANG, Y. F.; QIAN, L. M.; ZHOU, Z. R. Effect of CPP-ACP on the remineralization of acid-eroded human tooth enamel: nanomechanical properties and microtribological behaviour study. **J. Phys. D: Appl. Phys**, n.46, 2013.