



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Ana Carolina Bosco Mendes

Adição de vidros bioativos em cimento de ionômero de vidro: propriedades físicas,
mecânicas e microbiológicas

Araraquara

2019



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Ana Carolina Bosco Mendes

Adição de vidros bioativos em cimento de ionômero de vidro: propriedades físicas,
mecânicas e microbiológicas

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciências Odontológicas, Área de Odontopediatria, da Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista – UNESP, para obtenção do título de Doutora em Odontopediatria.

Orientadora: Profa. Dra. Angela Cristina Cilense Zuanon

Araraquara

2019

Mendes, Ana Carolina Bosco

Adição de vidros bioativos em cimento de ionômero de vidro: propriedades físicas, mecânicas e microbiológicas / Ana Carolina Bosco Mendes. -- Araraquara: [s.n.], 2019
46 f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado em Ciências Odontológicas) –
Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia
Orientadora: Profa. Dra. Angela Cristina Cilense Zuanon

1. Cimentos de ionômeros de vidro 2 Remineralização
dentária 3.Cárie dentária I.Título

Ana Carolina Bosco Mendes

Adição de vidros bioativos em cimento de ionômero de vidro: propriedades físicas,
mecânicas e microbiológicas

Comissão Julgadora

Tese para obtenção do grau de Doutora em Odontopediatria

Presidente e orientadora: Profa. Dra. Angela Cristina Cilense Zuanon

2º Examinador: Profa. Dra. Ligia Antunes Pereira Pinelli

3º Examinador: Profa. Dra. Andrea Abi Rached Dantas

4º Examinador: Profa. Dra. Luana Mafra Marti

5º Examinador: Prof. Dr. Thiago Soares Porto

Araraquara, 20 de março de 2019

DADOS CURRICULARES

Ana Carolina Bosco Mendes

NASCIMENTO: 03 de abril de 1989 – Botucatu - SP

FILIAÇÃO: Eliane Bosco Mendes e Washington Luiz Mendes

FORMAÇÃO

1996/2003	Ensino Fundamental (1º grau) - Colégio LA SALLE, Botucatu, SP, Brasil
2004/2006	Ensino Médio (2º grau) - Colégio LA SALLE, Botucatu, SP, Brasil
2008/2012	Graduação em Odontologia. - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, UNESP, Araraquara, SP, Brasil
2013/ 2015	Mestrado em Ciências Odontológicas – Área de Odontopediatria Faculdade de Odontologia de Araraquara

FORMAÇÃO COMPLEMENTAR

2009/ 2009	Estágio de Iniciação Científica na Disciplina de Biostatística Metodologia Científica Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP
2009/2010	Bolsista de iniciação científica PIBIC/CNPq na Disciplina de Biostatística Metodologia- Científica - Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP
2011/ 2011	Extensão universitária em Dentística Estética Integrada. – Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia
2012/ 2012	Extensão Universitária – Monitoria da Disciplina de Odontopediatria Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP
2017/ 2017	Primera Mini-Residencia Latinoamericana en Odontopediatria Univerdad CES – Medellin – Colômbia

AGRADECIMENTOS

Agradeço a **Deus**, pelo dom da vida e pela oportunidade de estar aqui, buscar e realizar meus sonhos.

Agradeço aos meus pais, **Eliane Bosco Mendes** e **Washington Luiz Mendes**, por sempre me apoiarem e me darem todo suporte necessário para que eu pudesse chegar até aqui. Por nunca me deixarem desistir diante das dificuldades. Por me ensinarem a ser uma pessoa melhor a cada dia.

Agradeço ao meu irmão, **Thiago Bosco Mendes**, por estar sempre presente e por ser um grande exemplo na minha vida, mostrando que sempre posso ir além.

A minha avó, **Jandira Madalena Cagnon Bosco**, e as minhas tias, **Luci Bosco**, **Zóe Bosco**, **Selma Bosco** e **Rosa Maria Mendes Enokibara**, por todo carinho, amor e cuidado.

Ao meu namorado, **Alexandre Chiarelli**, por todo amor, carinho e compreensão nessa fase final do Doutorado.

Às minhas amigas de longa data, que estiveram do meu lado desde os tempos de escola, vestibular, faculdade, pós-graduação. Aquelas que viveram comigo os melhores e piores momentos, e que mesmo com a distância física, sempre se fizeram presentes de uma ou de outra forma, e que assim será pra toda vida. Minha eterna gratidão a **Verônica**, **Mayara**, **Júlia**, **Fernanda** e **Cláudia**.

Agradeço aos amigos de faculdade, presente que Araraquara me trouxe e que estão sempre prontos a ajudar. Aqueles que tornam a caminhada mais leve, o riso mais fácil. Muito obrigada **Nicole Casale**, **Gustavo Amadei**, **Guilherme Humel**, **Bruna Maitan**, **Natália Domingues**, **Vinícius Krieger**.

Agradeço aquelas amigas, que na verdade são mais irmãs do que amigas, **Alessandra Ruy**, **Carolina Calciolari**, **Gabriela Nishioka**, **Paula Corrocher**. Me faltam palavras pra dizer o quanto vocês são necessárias e insubstituíveis na minha vida. Agradeço todos os dias pelo presente de ter vocês comigo, no meu dia-a-dia, mesmo que fisicamente distante, e por poder

contar com vocês. Minha caminhada até aqui com certeza seria muito mais difícil sem vocês ao meu lado.

À **Camila Lorenzetti** e **Kamila Figueiredo**, que dividiram comigo esse anos de pós-graduação. Elas foram a minha família e meu maior apoio nesses anos. Uma sempre presente na vida da outra. Uma sempre sendo o pilar, a psicóloga, a que dá o ombro pra chorar, que dá bronca e, principalmente, a amiga uma da outra. Amiga no sentido mais puro e verdadeiro da palavra. Obrigada!

Agradeço a minha orientadora, **Angela Cristina Cilense Zuanon**, que me orienta desde o ano de 2010, passando pela iniciação científica, mestrado e doutorado. Que sempre me ensinou, me incentivou, não somente como profissional, mas também como pessoa. Que sempre soube enxergar as pessoas além, a sempre respeita os limites de cada um. Que sabe que não lida somente com alunos, mas com seres humanos, que carregam consigo dores, medos, desejos. Devo muito a você, Cris, e serei eternamente grata. Obrigada pelas grandes oportunidades, por todo ensinamento, por acreditar em mim, por me apoiar, me compreender, por me mostrar que sou capaz. Saiba que tento sempre me espelhar em você pra ser uma pessoa melhor. Te levarei sempre comigo.

Aos amigos que a Odontopediatria me deu. Que estiveram sempre dispostos a ajudar, que tornaram os dias mais leves e prazerosos. A melhor equipe que se pode querer. Muito obrigada **Luana Marti** e **Rafael Amorim**, nada disso seria possível sem vocês. Faltam palavras para agradecer e para mensurar o quanto vocês são especiais pra mim.

Agradeço também a amiga **Patrícia Scheneider**, que sempre me incentivou a acreditar, a não desistir dos meus sonhos, que sempre esteve presente e me acompanhou nos diversos e incansáveis fins de semana no laboratório.

Agradeço ao aluno e amigo, **Luis Eduardo Genaro**, que sempre estive disposto a ajudar, sempre com uma palavra amiga, um sorriso no rosto e muita vontade de aprender. Um exemplo de ser humano.

Agradeço ao professor **Thiago Soares Porto**, pela oportunidade de estudar fora do país, por todo apoio, paciência e por todos os ensinamentos.

Agradeço a professora ***Alessandra Rastelli***, que sempre apoiou nosso grupo nas pesquisas que realizamos.

Agradeço ao amigo ***Italo***, que com muita paciência me ensinou e me ajudou em todos os testes que realizei no exterior.

Aos amigos que me receberam tão bem em Cleveland, me fizeram sentir em casa, mesmo com as dificuldades que enfrentamos quando estamos longe, em um outro país. Obrigada ***Erika, Lucivan, Gustavo, Gabriela, Felipe, Luis, Juçara, Irlaine, Lucio***.

À CAPES:

O presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de financiamento 001.

“Os que se encantam com a prática sem a ciência são como os tímoneiros que entram no navio sem timão nem bússola, nunca tendo certeza do seu destino”.

(Leonardo da Vinci)

Mendes ACB. Adição de vidros bioativos em cimento de ionômero de vidro: propriedades físicas, mecânicas e microbiológicas [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2019.

RESUMO

O cimento de ionômero de vidro (CIV) é um material amplamente utilizado na odontopediatria uma vez que possui, entre outras características, capacidade de liberação de íons flúor. Sua associação aos vidros bioativos (VB) pode favorecer ainda mais a remineralização da lesão de cárie, porém, pouco se sabe sobre a sua influência nas propriedades físicas, mecânicas e microbiológicas do material. O objetivo deste estudo foi avaliar a associação de um CIV convencional com VB 45S5 ou F18 em duas diferentes porcentagens (5 e 10%) em relação a porosidade (n=10) por meio da avaliação do número e área ocupada por poros, a microdureza Vickers (n=10), utilizando microdurômetro digital, a rugosidade superficial (n=10), com auxílio de rugosímetro, a resistência à compressão (n=10) medida em máquina de ensaios mecânicos (EMIC) e a atividade antibiofilme (n=10), por contagem de unidades formadoras de colônia (UFC) após 1,7, 14 e 21 dias de incubação. Para obtenção de dados de molhabilidade, realizou-se medidas de ângulos de contato (n=4). Análise de superfície em espectroscopia de raios x por dispersão em energia (EDX) (n=1) também foi realizada. Os dados obtidos foram analisados estatisticamente quanto à normalidade e a homogeneidade. Uma vez que houve aderência à curva normal, foi realizado o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) seguida pelo teste de Tukey. Todos os testes foram realizados com nível de significância de 5%. Pôde-se observar que a adição de 10% de VB 45S5 ou F18 ao CIV convencional aumentou sua rugosidade superficial, a área ocupada pelos poros e diminuiu sua resistência à compressão quando comparado ao grupo controle ou aquele com adição de 5% dos mesmos. Não houve diferença em relação a microdureza. Avaliação microbiológica mostrou diferença aos 14 dias, quando os grupos que receberam adição de VB apresentaram os piores resultados quando comparados ao controle. Pode-se observar que a concentração de 5% não trouxe prejuízos às propriedades estudadas. Assim, este trabalho aponta forte indicativo de que os VB 45S5 ou F18 a 5 % podem ser estudados em busca de melhores resultados clínicos quando se considera outras propriedades dos materiais odontológicos.

Palavras-chave: Cimentos de ionômeros de vidro. Remineralização dentária. Cárie dentária.

Mendes ACB. Addition of bioactive glasses in a glass ionomer cement: physical, mechanical and microbiological properties [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2019.

ABSTRACT

The glass ionomer cement (GIC) is a widely used material in dentistry. It has, among other features, fluoride ion release capacity. Its association with bioactive glasses (BG) can further promote remineralization of carious lesions. However, their influence on physical, mechanical and microbiological properties of the material needs to be study. Therefore, the aim of this study was to evaluate the association of a conventional GIC to BG 45S5 or F18 in 2 different concentrations (5 or 10%) in relation to porosity (n=10) by means of the evaluation of the pore number and pore area, Vickers microhardness (n=10), using a digital microdurometer, the surface roughness (n=10), using a rugosimeter, compressive strength (n=10) measured in universal testing machine (UTM) and the antibiofilm activity (n=10), for colony forming units (CFU) counts after 1, 7, 14 and 21 days of incubation. To obtain wettability data, measurements of contact angle (n=10) were performed. Surface analysis in energy-dispersive x-ray spectroscopy (EDS) (n=1) were also performed. The data obtained were statistically analyzed for normality and homogeneity. Once the normal curve was adhered, a parametric test of analysis of variance (ANOVA) was performed, followed by the Tukey test. All tests were performed at a significance level of 5%. It was observed that the addition of 10% of BG 45S5 or F18 to the conventional GIC increased its surface roughness, the area occupied by the pores and decreased its compressive strength when compared to the control group or to the one with 5% of BG. There was no difference in microhardness. Microbiological evaluation showed difference at 14 days, when the groups that received addition of BG had the worst results. It can be observed that the concentration of 5% did not bring damages to the studied properties. Thus, this work points strongly to the fact that 5% 45S5 or F18 BG can be studied in search of better clinical results when considering other properties of dental materials.

Key-words: Glass ionomer cements. Tooth remineralization. Dental caries.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	11
2 OBJETIVOS	14
2.1 Objetivo Geral	14
2.2 Objetivos Específicos	14
3 REVISÃO DE LITERATURA	15
4 MATERIAIS E MÉTODOS	25
4.1 Delineamento e Planejamento Experimental	25
4.2 Materiais Utilizados	25
4.3 Confeção dos Corpos de Prova	26
4.4 Teste Microbiológico	27
4.4.1 Atividade antibiofilme	27
4.5 Testes Físicos e Mecânicos	28
4.5.1 Microdureza Vickers	28
4.5.2 Rugosidade superficial	28
4.5.3 Porosidade	29
4.5.4 Resistência a compressão	29
4.5.5 Molhabilidade e trabalho de adesão	30
4.6 Morfologia e Mapeamento de Elementos Químicos Presentes na Superfície por EDX.	31
4.7 Análise estatística	31
5 RESULTADOS	32
6 DISCUSSÃO	37
7 CONCLUSÃO	42
REFERÊNCIAS	43

1 INTRODUÇÃO

A cárie dental é uma doença que acomete grande parte da população e, apesar de sua incidência ter diminuído nas últimas décadas, ainda representa um problema de saúde pública em todo o mundo^{1,2}. É causada pela formação da placa bacteriana, a qual depende de alterações dinâmicas na dieta, saliva, higiene bucal, microbiota e fatores bioquímicos, caracterizando-se como uma doença multifatorial³. O desequilíbrio entre estes fatores resulta no favorecimento do processo de desmineralização e desfavorecimento da remineralização, levando ao desenvolvimento da lesão de cárie^{4,5}.

Uma vez instalada, inicialmente em esmalte, progride em direção à dentina, podendo ser paralisada ou revertida, dependendo do balanço entre fatores patológicos (bactérias acidogênicas, alta frequência de ingestão de carboidratos fermentáveis, fluxo salivar reduzido) e fatores protetores (composição e fluxo salivar, flúor, cálcio, fosfato, dieta não-cariogênica, higiene bucal)⁴. Caso haja predomínio dos últimos, dependendo de seu estágio de desenvolvimento, a lesão poderá paralisar ou reverter, predominando assim o processo de remineralização. De acordo com Zhang et al.⁵, reconstruir o tecido cariado a partir da própria hidroxiapatita é o melhor método de remineralização, e quando há presença de íons flúor, ocorre a formação de cristais de fluorapatita, os quais são ainda mais resistentes à desmineralização.

Alguns materiais odontológicos são capazes de favorecer este processo, como o cimento de ionômero de vidro (CIV), proposto por Wilson e Kent⁶ no final de década de 60. É composto por um pó de vidro de aluminossilicato e por um líquido de ácido polimérico ou copolímeros de ácido acrílico e maléico^{7,8}. Atualmente é muito utilizado como material restaurador, principalmente em odontopediatria, devido às vantagens atribuídas à fácil manipulação⁹, adesão à superfície dental, coeficiente de expansão térmica semelhante à estrutura dentária, baixa citotoxicidade, boa biocompatibilidade e capacidade de liberar e recarregar flúor¹⁰⁻¹⁴.

Entretanto é um material com baixa resistência mecânica, além de grande sensibilidade à umidade em seu estágio inicial de presa^{7,10,12,15,16}, quando pode sofrer sinérese ou embebição, as quais levam ao aumento de fragilidade do material¹⁷. O CIV possui também boa adesividade à estrutura dentária, o que contribui para diminuir o número de lesões de cárie¹⁰. Além disso, sua capacidade de formar ligação direta com o tecido duro dental, sem a necessidade de um agente adesivo, significa uma etapa a menos na técnica restauradora, e menor tempo de

trabalho¹⁷, fato importante na prática clínica em odontopediatria.

Além do CIV, outros materiais também são estudados na busca do favorecimento da remineralização da lesão de cárie, como a adição de vidros bioativos (VB) aos dentifrícios, que permitem liberação de íons cálcio e fosfato para o meio bucal nas mesmas proporções da hidroxiapatita, além de outros minerais como sódio, fósforo e sílica^{14,18}. Também podem ser encontrados em dessensibilizantes e gomas de mascar¹⁹.

Hench e Paschall²⁰ introduziram os VB no ano de 1969, quando observaram que os mesmos apresentavam a capacidade de promover ligações químicas diretas ao tecido ósseo, sendo utilizados então, como alternativa para união de implantes aos tecidos ósseos do receptor. Esta união ocorre pela formação de uma camada de apatita, semelhante ao tecido ósseo, quando o VB entra em contato com superfície em ambiente aquoso²¹. Atualmente são utilizados para osseointegração em implantes dentários, reconstruindo tecidos duros danificados^{12,22} e, devido a sua capacidade de formação de cristais de apatita, tem sido importantes candidatos nos processos de remineralização dos tecidos dentários²². O primeiro VB, utilizado desde 1985²³, foi o VB 45S5, cuja composição é de 45% de SiO₂; 24,5% de Na₂O e CaO e 6% de P₂O₅^{18,24,25}. De acordo com pesquisadores, o 45S5 tem capacidade de realizar ligações químicas diretas com tecidos mole e duro^{14,24-26}, sendo considerado padrão-ouro na literatura.

Com o passar dos anos, novas formulações de VB foram criadas, sendo que a fração P₂O₅ se mantém constante, enquanto o conteúdo de SiO₂ é variável^{11,18,25}. Acredita-se que alta reatividade de superfície é garantida quando se mantém a porcentagem de sílica abaixo de 60% em peso e alta proporção de CaO/P₂O₅¹⁸. Assim, em 2015, surgiu o F18, VB do sistema SiO₂-Na₂O-K₂O-MgO-CaO-P₂O₅²⁷, com propriedades bactericidas e também bacteriostáticas²⁸. Apresenta-se como dificultador da formação do biofilme e sua composição diferencia-se dos demais pela presença de íons K e Mg²⁸.

Os VB atuam também como dessensibilizantes, pois ocluem os túbulos dentinários expostos e diminuem a permeabilidade dentinária por meio da formação de uma camada de íons cálcio e fosfato no local da aplicação do produto¹⁹. Esses íons também reagem com os íons hidroxila, carbonato e flúor disponíveis na cavidade bucal para a formação de cristais de hidroxiapatita, os quais são parcialmente dissolvidos da subsuperfície do esmalte durante o processo de desmineralização^{22,24,25,29}. Após a liberação imediata de íons, estes continuam presentes, pois as partículas do material são incorporadas na superfície do dente, favorecendo o processo de remineralização¹⁸.

Considerando a capacidade remineralizadora dos VB e a capacidade de liberação de

flúor inerente aos CIV, há necessidade de desenvolvimento de estudos que avaliem a associação dos mesmos, em busca de um novo material que conserve as propriedades originais do CIV e possua capacidade remineralizadora aumentada. A obtenção deste material representa grande importância, principalmente para a área de odontopediatria, onde o CIV é extensamente utilizado e o processo de remineralização é fundamental. Porém, o acompanhamento das demais propriedades físicas e mecânicas dos CIV quando da adição de VB é de extrema importância, uma vez que estas podem ser prejudicadas, levando ao insucesso da restauração.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Avaliar propriedades mecânicas, físicas e microbiológicas de um CIV convencional após adição de VB.

2.2 Objetivos Específicos

Associar o CIV Ketac Molar aos VB 45S5 e F18 e avaliar:

1. Atividade antibiofilme
2. Microdureza Vickers por meio de microdurômetro digital
3. Rugosidade superficial por meio de rugosímetro
4. Porosidade por meio de contagem de número e área de poros
5. Resistência a compressão por meio de EMIC
6. Íons presentes na superfície do CIV por EDX
7. Molhabilidade e trabalho de adesão pela medida de ângulo de contato
8. Morfologia superficial por imagens em MEV

3 REVISÃO DE LITERATURA

Em estudo de Hench e Paschall²⁰, implantes de biovidro-cerâmica de diferentes composições (45S5, 45S5F e 45BsS5) foram inseridos no músculo femural de ratos, com o objetivo de alcançar ligação química direta do implante aos tecidos duro e mole. Implante e músculo adjacentes foram dissecados e levados para análise em microscopia. Após 3 semanas observou-se resposta comum da fase reparadora de cicatrização. Após 6 semanas, reação diferente daquela esperada em implantes ósseos foi observada, quando notou-se interfaces estáveis e quimicamente ligadas. Testes mecânicos demonstraram intensa força da ligação implante/osso. De acordo com os autores, essa ligação torna-se possível pela liberação controlada de íons Ca, P e resultando em pH alcalino no momento em que o corpo é capaz de incorporar esse íons aos tecidos.

Estudo de Gheysen et al.²⁶ observou as propriedades mecânicas e comportamento adesivo do VB 45S5 após adição de fibras metálicas (vidro bioativo/fibras de aço inoxidável). Com auxílio de EDX observou-se melhores resultados em compostos de VB contendo 40% de fibras metálicas com 50um de diâmetro e compostos com 60% de fibras metálicas com diâmetro de 100um. Teste de flexão de 4 pontos foi realizado para os dois materiais. As composições com 50um fraturaram completamente e as de 100um apresentaram fissuras na superfície. O reforço do VB com fibras de metal mostrou não influenciar negativamente na ligação do vidro ao osso. Assim sendo, acredita-se que as fibras de aço inoxidável são capazes de tornar o VB em uma estrutura mais resistente.

Wasson e Nicholson⁸ estudaram as formulações do CIV após adição de 40, 45 e 50% de ácido acético. Resultados mostraram aumento na força de compressão em até 3 meses para cimentos preparados com 40 e 45% de ácido acético. Por outro lado, quando 50% de ácido acético foi adicionado, não foi observado aumento da força após de 1 semana. Houve aumento progressivo da força de compressão, com diferença estatisticamente significativa entre 1 dia e 3 meses. Conclui-se que a adição de ácido acético a formulação do CIV aumenta a sua força de compressão com o passar do tempo.

Por meio de ensaio clínico randomizado, Autio-Gold e Courts¹, avaliaram o efeito do verniz fluoretado sobre dentes decíduos cariados. O estudo contou com 2 grupos experimentais: Controle e Verniz (verniz fluoretado no início do estudo e após 4 meses). Após 9 meses do

início do estudo, no grupo Verniz, 81,2% das lesões de esmalte ativas tornaram-se inativas, no grupo Controle, apenas 37,8% dessas lesões tornaram-se inativas. Neste mesmo grupo, 8,2% de todas as lesões ativas continuaram nesta situação, enquanto que no grupo Controle esse número subiu para 36,9%. Assim os autores sugeriram que a aplicação de verniz fluoretado pode ser eficaz na inativação de lesões de esmalte em dentes decíduos.

Ana et al.¹⁰ realizaram estudo com 4 diferentes tipos de VB (baseados no sistema $\text{CaSiO}_3\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) adicionados a um CIV modificado por resina (Fuji II LC), nas concentrações de 33% e 50%. Foram realizadas as medidas de tempo de presa e força de compressão, além de Espectroscopia por Transformada de Fourier (FTIR) e Espectroscopia de ressonância magnética nuclear-rotativa (NMR). Observou-se diferença significativa para o tempo de presa, quando formulações contendo 10% e 20% de P_2O_5 aumentaram o tempo de presa comparados ao grupo controle. Em relação a força de compressão houve diminuição em todos os grupos contendo VB. FTIR e NMR mostraram maior reação ácido-base e menor ligação entre grupos carboxilato do ácido polimérico e íons alumínio no CIV com adição de VB, apontando como justificativa para a menor força de compressão desses cimentos.

Tenuta et al.³ avaliaram in situ a influência do fluxo salivar, capacidade tampão e contagem de *Streptococcus mutans* sobre o desenvolvimento de lesões de cárie, pela aplicação de sacarose a 20% sobre blocos de esmalte bovino e escovação com creme dental sem flúor. Após acompanhamento de 4, 7 e 10 dias, os autores observaram que a desmineralização do esmalte dependeu do tempo em que ocorreu o desafio cariogênico e esteve mais relacionado à composição do biofilme formado do que aos fatores salivares estudados.

Estudo de Yli-Urpo et al.²¹ avaliou as propriedades antibacterianas contra *S. mutans* e *C. Albicans* de dois diferentes CIV (Fuji convencional e Fuji modificado por resina) contendo VB (53% SiO_2 ; 23% Na_2O ; 20% CaO ; 4%, P_2O_5) nas concentrações de 10 e 30%. Foram realizados testes de inibição bacteriana por difusão em ágar, produção de ácido por suspensão celular e atividade antibacteriana. Apenas CIV com adição de 30% de VB foi capaz de inibir o crescimento de *S. mutans*. Em relação a produção de ácido, o único efeito inibitório foi encontrado no CIV controle. Efeito antibacteriano contra *C. albicans* foi produzido pelo VB apenas. Conclui-se que CIV com ou sem adição de 30% de VB possuem efeito antibacteriano contra *S mutans*. Efeito contra *S mutans* e *C albicans*, foi encontrado apenas o VB isolado.

Featherstone⁴, realizou revisão de literatura sobre o desenvolvimento da cárie dentária, destacando os fatores patológicos e protetores, bem como as formas de intervir desde o início até a fase de cavitação da lesão. O autor destacou que, se detectada precocemente e tratada, a doença é reversível.

Yli-Urpo et al.³⁰, avaliaram a força de compressão, módulo de elasticidade de Young e microdureza Vickers em CIV convencional com adição de 10% de VB e em CIV modificado por resina com adição de 10 ou 30% de VB (53% SiO₂; 23% Na₂O, 20% CaO e 4% P₂O₅). Foram realizadas também análise em MEV e EDX. Para a força de compressão, o maior valor foi encontrado para o CIV convencional com 10% de VB. Em relação ao módulo de elasticidade Young e microdureza Vickers, os melhores resultados foram encontrados para o CIV convencional com ou sem a adição de VB. Na avaliação por MEV e EDX, quantidades significativamente maiores de fosfato foram encontradas na superfície do CIV convencional quando comparado ao CIV modificado por resina.

Ao comparar alguns materiais restauradores, Davidson¹⁷ enfatizou algumas características positivas inerente aos CIV, como a não necessidade de um agente adesivo e a capacidade de ligação à cavidades contaminadas por umidade. Relatou também a necessidade de aperfeiçoamento da velocidade de reação de presa e o problema da sinérise e embebição principalmente em relação ao CIV convencional. O autor finalizou o artigo indicando os métodos térmicos e ultrassônicos para a aceleração da presa do CIV, visto que é um material muito utilizado em procedimentos restauradores.

Silva e Zuanon³¹ avaliaram a rugosidade superficial de 4 CIV convencionais (Fuji IX, Ketac Molar, Vidrion R e Vitromolar). Foram confeccionados 20 espécimes para cada material. As menores taxas de rugosidade superficial foram observadas para Ketac Molar e Vidrion R, seguida pelo Fuji IX e por último, o Vitromolar.

A partir da utilização de soluções de água destilada (controle), 45S4 (VB nanoparticulado) ou Perioglass (45S5 microparticulado) por 1, 10 e 30 dias, Vollenweider et al.²² avaliaram a remineralização da dentina desmineralizada artificialmente. Medidas realizadas por análise Termogravimétrica e análise em MEV demonstraram aumento do conteúdo mineral nas amostras imersas em 45S4 por 10 ou 30 dias. Testes mecânicos (força flexural e módulo de Young) porém, demonstraram resultados insatisfatórios para as amostras

remineralizadas (45S4 10 e 30 dias), provavelmente devido a alterações ocorridas no arranjo do mineral na matriz dentinária.

Para obter um CIV com VB derivado de processo de sol-gel, Choi et al.¹⁵ utilizaram um VB composto por 70%SiO₂, 25%CaO, 5%P₂O₅, na proporção de 10 e 30%. Enquanto os testes experimentais foram realizados em 1, 3 e 10 dias, os corpos de prova ficaram armazenados em simulador de fluido corporal (SFC), o qual possui uma concentração iônica similar ao do plasma humano. Ao avaliar o tempo de presa, observou-se aumento nos grupos que utilizaram o VB em comparação ao controle. Não houve alterações significativas relacionadas a força de tensão diametral. Durante a imersão em SFC, os CIV com VB induziram a formação de minerais de apatita na sua superfície, o que não foi observado no grupo controle. Células teciduais aderiram e se espalharam mais favoravelmente nos CIV com VB. Houve maior nível de crescimento celular no CIV com VB quando comparado ao controle. Concluiu-se que o CIV com VB tem o poder de regenerar a estrutura dentária.

Estudo realizado por Munukka et al.²⁵ demonstrou efeito antibacteriano dos VB em pó (MBG0103, MBG0118, MBG0123, S53P4, 13-93 e H2-O2) e em derivado de sol-gel (CaPSiO e CaPSiO II) em cinco concentrações diferentes, para 29 espécies de bactérias clinicamente importantes. Observaram que o vidro S53P4 mostrou efeito antibacteriano na sua menor concentração, quando comparado aos demais materiais testados. Os derivados sol-gel CaPSiO e CaPSiO II também demonstraram um bom efeito antibacteriano, sendo CaPSiO II o mais efetivo.

Sabendo que o VB 45S5 também é utilizado na abrasão a ar, Paolinelis et al.¹⁴ analisaram seu uso na taxa de remoção da dentina sadia e cariada bem como a retenção destas partículas na superfície da dentina abrasionada. Foram utilizados 60 blocos de dentina, totalizando 12 grupos (n=5). Para estes, variou-se o tipo de abrasivo (Alumina ou VB), de pressão (138, 413 e 689 KPa) e a ausência ou presença de água. Quando da utilização de ar úmido, houve significativa diminuição na retenção de abrasivo sobre a superfície dentinária. Não houve relação entre a pressão exercida e a quantidade de abrasivo retido. O VB removeu mais dentina sadia quando comparado à dentina cariada, porém, esta quantidade foi menor, quando comparada ao uso de alumina.

Com auxílio de MEV-FEG, Pinheiro et al.¹⁹ estudaram a possibilidade de oclusão dos túbulos dentinários após aplicação de 3 materiais bioativos sobre a dentina clareada. Foram utilizados dentes bovinos que receberam 6 tipos de tratamento diferentes: Controle Negativo (água destilada); Controle Positivo (Tratamento Clareador- 16% de peróxido de carbamida por 8 horas diárias por 14 dias consecutivos); Tratamento Clareador + CPP-ACP (aplicado uma vez por dia); Tratamento Clareador + Relief ACP30 (aplicado uma vez ao dia por 30 minutos); Tratamento Clareador + Relief ACP60 (aplicado uma vez ao dia por 60 minutos) e Tratamento Clareador + Biosilicato (aplicado uma vez por semana). No Controle Negativo observou-se todos os túbulos dentinários ocluídos, enquanto que o grupo Controle Positivo apresentou todos abertos. Nos demais grupos os túbulos apresentaram-se ocluídos. Os autores concluíram que o uso de materiais bioativos após a técnica clareadora evita a exposição dos túbulos dentinários.

Coldebella et al.¹¹ realizaram estudo com o objetivo de quantificar a área e número de poros de três diferentes tipos de CIV (Fuji IX GP, Ketac Molar, and Ketac Molar Easymix) com e sem aplicação de Ultrassom. Foram preparados 16 espécimes de cada material, sendo que metade dos mesmos receberam aplicação de ultrassom por 30 segundos no estágio inicial de sua presa. Imagens obtidas em MEV e analisadas com auxílio do software Image J demonstraram que houve redução no número e na área dos poros para todos os grupos que receberam aplicação de ultrassom.

Com o intuito de ressaltar as propriedades remineralizadoras dos VB, Madan et al.¹⁸, relataram que estes são minerais compostos basicamente de íons sódio, cálcio, fósforo e sílica, os quais são encontrados no corpo humano. A fórmula mais conhecida é o 45S5, o qual contém 45% SiO₂; 24,5% NaO₂ e Ca; 6% P₂O₅, em peso. Quando em contato com a saliva, os VB liberam íons cálcio, fosfato e fósforo que se transformam em apatita hidroxicarbonada. Estas são completamente transformadas em hidroxiapatita, mineral do qual os dentes e ossos são formados, resultando em remineralização e dessensibilização por meio de oclusão dos túbulos dentinários expostos.

Para melhorar as propriedades mecânicas de um CIV convencional, Moshaverinia et al.³², modificaram copolímeros de ácido acrílico por N-vinilcaprolactama (NVC). Foi então sintetizado um terpolímero contendo ácido acrílico, ácido itacônico e NVC. Os autores observaram que o CIV modificado por NVC apresentou menor ângulo de contato e maior trabalho de adesão quando comparado ao grupo controle. Quando a dentina foi condicionada

com o NVC, o ângulo de contato também foi menor quando comparado ao condicionador controle. CIV modificado por NVC apresentou maior resistência ao cisalhamento do que o grupo controle. Conclui-se que termopolímeros contendo NVC trazem benefícios às propriedades de superfície do CIV e são melhores condicionadores de dentina.

Em estudo *in vitro*, Zhang et al.⁵, utilizaram espécimes de esmalte de dentes decíduos com lesões de cárie artificiais, divididos em 3 grupos. Grupo A: água destilada e deionizada (controle negativo); grupo B: pasta contendo CPP-ACP; e o grupo C: 500 ppm de solução NaF (controle positivo). A microdureza da superfície de esmalte foi medida antes, logo após e 30 dias da desmineralização. O grupo B apresentou maior aumento da microdureza do esmalte cariado comparado aos demais grupos, demonstrando que CPP-ACP é efetivo na remineralização das lesões de esmalte de dentes decíduos.

Estudo de da Mata et al.¹³ observaram a formação de poros no interior de um CIV, após sua inserção em matriz com seringa Centrix, seringa de baixo custo (SBC) ou com espátula plástica, seguido de pressão digital. A análise em MEV demonstrou que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos tanto para o número quanto para a área ocupada pelos poros.

Após um ano de avaliação da utilização de uma pasta contendo CPP-ACP (10%) complementar a higiene bucal com dentifrício fluoretado, Sitthisetapong et al.², seguindo o critério ICDAS (início, 6 meses e 1 ano), observaram aumento significativo do número médio de lesões de cárie em esmalte e dentina. Concluíram que a utilização diária de dentifrício fluoretado contendo 10% de CPP-ACP não demonstrou melhoras no controle do desenvolvimento de lesões de cárie na dentição decídua

Com o objetivo de avaliar propriedades que contribuem para a redução de sensibilidade após clareamento dental, Deng et al.²⁴ realizaram 6 diferentes tratamentos em dentes bovinos, os quais foram imersos em: 1- Água deionizada; 2- VB 45S5 (2,16g de vidro bioativo + suspensão em água deionizada por 20 min); 3- Peróxido de Hidrogênio 35%; 4- 2,16g de VB + suspensão por 20 min em água deionizada seguido de 2g de peróxido de hidrogênio por 20 min); 5- 2g de peróxido de hidrogênio por 20 min seguido de 2,16g de VB + suspensão em água destilada por 20 min; 6- 2,16g de VB + suspensão de peróxido de hidrogênio por 20 min. Pode-se observar que a incorporação de VB após clareamento dental reduziu a perda mineral

sem influenciar na eficácia da técnica. Os autores relataram também que os melhores resultados para o teste de microdureza superficial foram observados a partir da utilização de VB e Peróxido de Hidrogênio.

Para avaliar a resistência de união de um CIV modificado por resina com adição de 20% de VB 45S5 sobre a dentina desmineralizada, Khoroushi et al.¹² utilizaram terceiros molares desmineralizados artificialmente e imersos em saliva artificial por 14 dias. Foram estudados 6 grupos experimentais, quando variou-se três tipos de imersão em dentina desmineralizadas e mineralizadas. Ao avaliar a força flexural, os autores observaram que para dentina desmineralizada, esta propriedade foi significativamente maior para os grupos de CIV modificado por resina com adição de VB. Nos grupos mineralizados, não houve diferença significativa entre os grupos.

Bakry et al.²⁹ estudaram o efeito do VB no tratamento de erosões dentárias. Foram utilizadas as superfícies vestibulares de 100 terceiros molares, as quais foram imersas em suco de laranja puro por 1 hora para induzir a erosão de esmalte e então, foram divididos em 4 diferentes grupos de acordo com o tratamento (n=25/grupo): flúor gel por 5 minutos (remoção por lavagem com água deionizada); flúor gel sem lavagem (flúor 24h); VB 45S5; controle. Foram realizados testes de microdureza Vickers, análise em MEV e EDX. O grupo tratado com VB mostrou os melhores resultados de microdureza em todas as profundidades analisadas (30, 40 e 50 micrometros). O flúor gel por 5 minutos resultou em melhora somente em 30 micrometros e o flúor gel 24h apresentou melhora aos 30 e 40 micrometros de profundidade. MEV e EDX mostraram que a utilização de VB produziu uma camada altamente rica em cálcio, fosfato e sílica que se ligou ao esmalte com erosão e foi capaz de remineralizar sua superfície e sub-superfície.

de Melo et al.¹⁶ avaliaram a concentração de flúor no biofilme formado ao redor de braquetes ortodônticos colados em esmalte de dentes bovinos, utilizando compósito com micropartículas sem liberação de flúor, compósito com micropartículas com liberação de flúor, CIV modificado por resina e compósito contendo nanopartículas com liberação de flúor. Foram preparados 40 discos de esmalte bovino aos quais os braquetes foram colados (n=10/grupo). Os espécimes passaram então por desmineralização artificial. Após a desmineralização, o biofilme formado ao redor do braquete foi coletado para análise da quantidade de flúor, e a perda mineral da superfície foi avaliada pelo teste de microdureza Knoop. Um corpo de prova por

grupo foi levado para análise em EDX. Somente o grupo onde os braquetes foram colados com CIV modificado por resina demonstraram menor desmineralização e maior dureza estatisticamente significativa. Condições semelhantes foram observados em EDX. Não houve diferença entre o material contendo micro ou nanopartículas nas análises realizadas nesse estudo.

Fareed et al.⁹ avaliaram as propriedades físicas de um CIV reforçado por aluminossilicato a 1, 2 ou 4%. Os testes realizados foram: FTIR, cromatografia de permeação em gel (para determinar peso molecular), resistência à compressão, à tração diametral, à flexão e módulo de flexão, os quais foram realizados após 1 dia, 1 semana e 1 mês de armazenamento. Foram realizadas também análise em MEV, tempo de presa e trabalho. A resistência à compressão e flexão foram maiores quando das adições de 1 e 2% de aluminossilicato, e o módulo de flexão com adição de 1%. O tempo de presa e trabalho a 1% foram similares ao grupo controle, e a 2 e 4%, foram reduzidos. Os valores de força de compressão dos espécimes armazenados por 1 mês foram significativamente maiores quando comparados àqueles armazenados por 1 dia. Não houve diferença na força flexural em relação ao tempo. Os autores concluíram que a adição de 1 e 2% de aluminossilicato na formulação de CIV pode ser considerada uma boa alternativa, mas que há necessidade de mais investigações.

Após associar 10% de NP de Al_2O_3 , ZrO_2 ou TiO_2 aos CIV ChemFil® Rock e GC EQUIA Fil, Gjorgievska et al.⁷ observaram que análise em MEV mostrou boa dispersão das NP, reduzindo a porosidade do cimento pelo preenchimento dos espaços entre as partículas de vidro. Ao realizarem o teste de resistência à compressão, não encontraram diferença entre os grupos experimentais e o grupo controle ao utilizarem Al_2O_3 . ChemFil® Rock apresentou maior resistência à compressão quando partículas de TiO_2 foram adicionadas, e o EQUIA Fil, quando da adição de TiO_2 ou ZrO_2 . Os autores concluíram que a adição dessas NP ao CIV apresenta potencial para superar a baixa resistência mecânica inerente a estes materiais.

Korkut et al.³³ avaliaram a atividade antibacteriana, atividade antibiofilme, rugosidade superficial, força de compressão e força flexural de uma resina composta de produção própria associada a 5, 10 e 30% de VB S53P4. A contagem de células viáveis de biofilme de *S. mutans* crescidos por 2 dias mostrou redução quando 10 e 30% de VB foram adicionados à resina. Não foi observada diferença estatisticamente significativa na rugosidade superficial dos diferentes grupos. Já para força de compressão e força flexural, houve queda estatisticamente

significativa quando 30% de VB foi utilizado. Conclui-se que VB são promissores quando se busca boa função antimicrobiana do material.

Com o objetivo de solucionar o caráter hidrofílico do hidróxiethyl metacrilato (HEMA) presente nos CIV modificados por resina, Agha et al.³⁴ o substituiu por Tetraidrofurfuril-metacrilato (THFM) e/ou hidróxi-propil-metacrilato (HPM). Utilizaram os CIV RelyX e Fuji Plus, submetidos aos testes de tempos de presa e trabalho, resistência à fratura compressiva, módulo de compressão, resistência à flexão de três pontos e módulo de elasticidade. Todas as formulações que utilizaram RelyX apresentaram aumento do tempo de presa comparados aos que utilizaram Fuji Plus, bem como menores valores de força de compressão. Propriedades mecânicas melhoradas quando comparadas ao grupo controle foram observadas nos grupos que utilizaram Fuji Plus com presença de Tetraidrofurfuril-metacrilato (especialmente quando da substituição de 100 e 70% de HEMA).

Sabendo que a adição de VB na formulação do CIV traz melhoras à sua bioatividade pela formação de uma camada de hidroxiapatita, Caluwé et al.³⁵ avaliaram a biocompatibilidade e as propriedades mecânicas após adição de VB a um CIV convencional, bem como o efeito da adição de íons Al^{3+} na formulação desses VB. O estudo contou com os VB 45S5F e CF9, os quais foram adicionados ao CIV em concentrações de 10, 20 e 30% em peso. Tanto os vidros bioativos quanto o pó de vidro de aluminossilicato do CIV foram sintetizados pelos pesquisadores. As composições dos vidros bioativos foram modificadas pela substituição de íons Si^{4+} por Al^{3+} em 10 e 20%, com o intuito de melhorar as propriedades mecânicas da associação de CIV e vidro bioativo. Foram realizados testes de resistência à compressão, tempo de presa e bioatividade por ensaio de toxicidade direta. A superfície do material foi avaliada por FTIR, MEV e EDX. Quando íons Al^{3+} foram adicionados à composição dos VB, houve melhora na resistência à compressão, porém queda na bioatividade. Melhor resultado de biocompatibilidade e maiores valores nas propriedades mecânicas foi encontrado quando 20% de VB CF9 com 10% de Al^{3+} foi adicionado ao CIV.

Souza et al.²⁷ avaliaram a atividade antibacteriana do VB F18, dopado ou não com 1% de íons Ag, contra 4 bactérias (*Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* and *Pseudomonas aeruginosa*). O VB mostrou efetividade, eliminando 100% das bactérias após 24h em todos os grupos. Quando o VB foi dopado com íons Ag, o tempo

para completa eliminação das bactérias foi ainda menor. Assim, o VB F18 representa um biomaterial promissor quando se busca boa atividade antibacteriana.

Yoshihara et al.³⁶ analisaram a formação de biofilme, crescimento bacteriano, EDX e liberação de íons dos compósitos Beautifil II, Herculite XRV Ultra e de um CIV convencional (Fuji), após imersão por 3 dias em ácido láctico ou água destilada. Imagens em MEV e análise em EDX mostraram grande dissolução de partículas e liberação de íons em contato com o ácido láctico. Menores alterações foram observadas para Herculite XRV Ultra e Fuji. Em relação a liberação de flúor, Beautifil II liberou 0,1ppm enquanto Fuji apresentou liberação de 39ppm. Nenhum material inibiu a formação de biofilme. Os autores enfatizam a necessidade de maior foco nas características mecânicas do material, uma vez que estas tem influência direta no sucesso clínico dos mesmos.

Revisão de literatura sobre a evolução dos VB, desde a sua utilização como material para osseointegração, sua capacidade antibacteriana e ação na inibição da formação de biofilme, foi realizada por Drago et al.³⁷. Explica as reações químicas que ocorrem desde o momento que o VB entra em contato com fluidos corporais. Os autores concluíram que ainda existem poucas evidências sobre a ação dos VB na atividade antibiofilme e atividade contra bactérias específicas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Delineamento e Planejamento Experimental

Trata-se de um estudo experimental do tipo laboratorial.

Como variável dependente tem-se:

- atividade antibiofilme
- microdureza
- rugosidade superficial
- porosidade
- resistência à compressão
- molhabilidade e trabalho de adesão
- íons presentes na superfície
- morfologia superficial

Como variável independente tem-se:

- VB em 2 níveis (45S5 e F18)
- concentração dos VB em 2 níveis (5% e 10%)

A hipótese nula (H_0) testada é que não há diferença estatisticamente significativa nas diferentes propriedades do CIV após a incorporação dos diferentes VB em diferentes concentrações.

Os corpos de prova foram numerados pelo pesquisador A e os testes propostos realizados pelo pesquisador B, previamente calibrado e submetido ao cegamento quanto à identificação dos espécimes.

4.2 Materiais Utilizados

Foi utilizado como controle o CIV Ketac Molar Easy Mix (3M-ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA), padrão ouro na literatura e muito utilizado na clínica odontológica, principalmente em odontopediatria, sendo o material de escolha na Clínica Infantil da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP.

Os VBs utilizados foram o 45S5 por também ser considerado padrão ouro na literatura, e o F18, por se tratar de um material novo ainda não testado quanto ao aspecto remineralizador e quanto suas propriedades físicas e mecânicas após sua associação ao CIV.

Os VB foram obtidos por meio de parceria com a Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). Suas composições estão apresentadas no Quadro 1.

Quadro 1 - Composição do CIV e dos VB a serem estudados

Material	Componentes
Ketac Molar Easy Mix	Pó: Al, Ca, La, SiF ₆ ²⁻ Líquido: CO ₃ H ₂ , C ₄ H ₆ O ₆ e H ₂ O
45S5	SiO ₂ , NaO ₂ , CaO, P ₂ O ₅
F18	SiO ₂ , Na ₂ O, K ₂ O, MgO, CaO, P ₂ O ₅

Elaboração própria.

4.3 Confeção de Corpos de Prova

Foram confeccionados corpos de prova para cada grupo experimental (Quadro 2), por meio de matriz específica com diferentes dimensões para cada teste a ser realizado.

Quadro 2 - Grupos experimentais

Grupos	Materiais			Nº corpos Prova/teste
	CIV	VB		
		45S5	F18	
G1	Ketac Molar			10
G2	Ketac Molar	5%		10
G3	Ketac Molar	10%		10
G4	Ketac Molar		5%	10
G5	Ketac Molar		10%	10

Elaboração própria

O número de espécimes utilizado em cada condição experimental foi baseado em estudos da literatura e projeto piloto.

Foram realizadas 10 pesagens de uma porção de pó (colher medida fornecida pelo fabricante) do CIV em balança analítica (Gehaka Ltda- modelo BG 440, São Paulo, Brasil). A

partir da média aritmética destas medidas foram removidas as porcentagens em peso a serem estudadas e, logo após, acrescentadas as porcentagens de 5% e de 10%^{12,30} dos VB 45S5 ou F18. O pó do CIV foi misturado ao VB, também em pó, manualmente com auxílio de espátula plástica em todas as direções, durante um minuto e, em seguida, o material final foi preparado e manipulado de acordo com as indicações do fabricante do CIV.

Após a inserção do material na matriz, uma tira de poliéster foi acomodada sobre a mesma. Sobre esta, foi colocada uma lâmina de vidro de 1 mm de espessura, e um peso de 100 g, por período de 30 s, para planificação e eliminação dos excessos de material. Antes da realização dos testes, os corpos de prova foram armazenados em recipiente apropriado, com umidade relativa do ar de aproximadamente 100% em temperatura ambiente.

4.4 Teste Microbiológico

4.4.1 Atividade antibiofilme

Os corpos de prova (n=10), com dimensões de 3 mm de altura por 6 mm de diâmetro, foram confeccionados por meio de matriz de silicone sob condições assépticas, com utilização de luvas e materiais estéreis.

Para produzir biofilmes monoespécie, foi utilizada cepa de *Streptococcus mutans* ATCC 35688, a qual foi mantida a -80°C em glicerina e reativada em ágar BHI por 48 h. Em seguida, uma colônia foi adicionada a 15 mL de caldo de cérebro e coração (BHI). Após incubação por 16h, um inóculo foi preparado diluindo-se 10 vezes essa cultura em BHI suplementado com 0,2% de sacarose (caldo BHIS)³⁸. Todas as incubações foram realizadas a 37°C em microaerofilia.

Para crescimento dos biofilmes, foi utilizado um modelo desenvolvido por Exterkate et al.³⁸, com adaptações. Esse modelo permite que os corpos de prova sejam fixados verticalmente para favorecer a formação de biofilme somente com células capazes de aderir aos espécimes, evitando a deposição e aderência dos microrganismos pela força da gravidade. Os corpos de prova foram imersos em placas de 24 poços, contendo 2 mL do inóculo preparado de acordo com o descrito anteriormente. O meio de cultura foi renovado a cada 48h.

A análise do biofilme foi realizada após crescimento por 1, 7, 14 e 21 dias³⁹⁻⁴¹, por contagem de células viáveis. Para isso, os corpos de prova foram removidos do dispositivo, res-suspenso em 2 mL de solução salina 0,9%, e então levados a ultrassom (Ultrasonic Cleaner, Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil), de forma que o biofilme aderido se desprendesse do

corpo de prova. A suspensão foi sequencialmente diluída e semeada em ágar BHI, em duplicata, para a quantificação de bactérias presentes. Após incubação por 48h, o número de unidades formadoras de colônias (UFC) foi obtido com o auxílio de contador de colônias digital (CP 600 Plus, Phoenix, Araraquara, SP, Brasil). Os resultados foram expressos em ufc/mL.

4.5 Testes Físicos e Mecânicos

4.5.1 Microdureza Vickers

Foram confeccionados 10 corpos de prova, com 4 mm de diâmetro e 2 mm de altura, por meio de uma matriz de teflon.

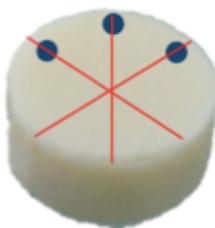
A leitura da microdureza Vickers foi realizada por meio de microdurômetro digital (Micromet 2100 - Buehler Ltda., Lake Bluff, Illinois, EUA), aplicando-se carga de 50 kgf, durante 30s sobre as superfícies dos espécimes⁴². Foram realizadas 8 edentações por corpo de prova. Os resultados foram inicialmente expressos em micrometros (μm), e transformados em valores de microdureza Vickers (VHN) diretamente pela máquina de teste.

4.5.2 Rugosidade superficial

Os valores de rugosidade superficial (R_a) foram obtidos por meio da média aritmética entre os picos e vales registrados pelo rugosímetro (Surfcorder SE 1700; Kosaka Laboratório Ltd, Kosaka, Japão) com *cut-off* de 0,25 mm, necessário para maximizar a filtragem da ondulação superficial.

Foram confeccionados 10 corpos de prova, com 4 mm de diâmetro e 2 mm de altura, com auxílio de matriz de teflon e na superfície de cada um foram efetuadas três leituras em posições padronizadas (Figura 1), as quais foram iniciadas a 1mm aquém da borda do espécime, sempre passando pelo seu centro. O valor da rugosidade superficial foi obtido a partir da média aritmética dos valores coletados³¹.

Figura 1 – Pontos de referência para leitura padronizada dos corpos de prova

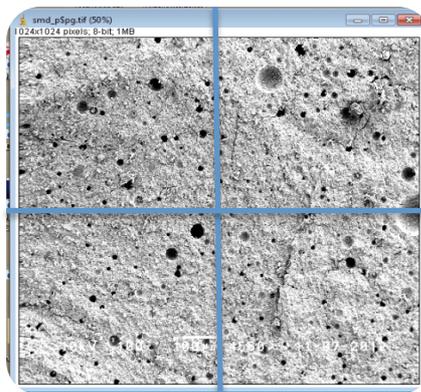


Elaboração própria

4.5.3 Porosidade

Corpos de prova (n=10) foram confeccionados com auxílio de uma matriz de silicone com dimensões de 3 mm de altura por 6 mm de diâmetro. Para avaliação da porosidade no interior dos corpos de prova, estes foram fraturados com auxílio de martelo e cinzel cirúrgicos. Para orientação da fratura, foi realizada uma canaleta em toda sua extensão passando pelo seu centro, com auxílio de uma fresa diamantada em alta rotação, onde foi posicionado o cinzel. Os fragmentos obtidos foram revestidos com liga de ouro-paládio sob alto vácuo e levados ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) (SM-300, Topcon, Tokyo, Japan) com aumento de 100 vezes para obtenção de imagens, as quais foram analisadas com auxílio do programa Image J (Rasband WS, Image J; US National Institutes of Health, Bethesda, MD) (Figura 2). Todas as imagens obtidas foram subdivididas em quadrantes, sendo a área do primeiro quadrante analisada^{11,13}, para evitar dados tendenciosos. O mesmo pesquisador, realizou três leituras de cada imagem com 1 semana de intervalo entre elas, e o valor final, foi a média entre as mesmas. Foi calculada a correlação intraclasse para avaliar a reprodutibilidade intra-examinador, obtendo-se o valor de 0,87, considerado bom.

Figura 2 - Imagem obtida em MEV e analisada no Image J.



Elaboração própria

4.5.4 Resistência à compressão

Por meio de matriz metálica bipartida em aço inoxidável com 4 mm de diâmetro e 6 mm de altura, foram confeccionados 10 corpos de prova por grupo. Após 24h, foram submetidos ao teste em máquina de ensaios mecânicos (EMIC – Equipamentos e Sistemas de

Ensaio Ltda, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com célula de carga com capacidade máxima de 5 KN, operando a uma velocidade de 0,5 mm/min. No momento da ruptura do corpo de prova foi determinado o valor da resistência à compressão, fornecido pela própria máquina de teste.

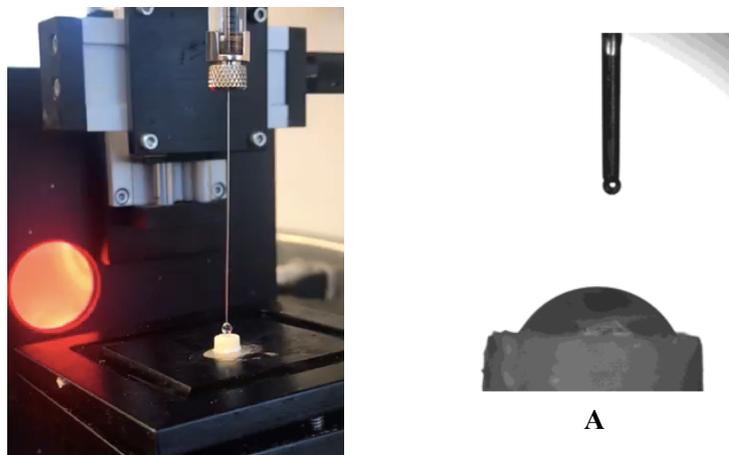
4.5.5 Molhabilidade e trabalho de adesão

Para avaliar a molhabilidade por meio da medida do ângulo de contato foram preparados 4 corpos de prova por grupo com 4 mm de diâmetro por 2 mm de altura em matriz de silicone. Após os corpos de prova serem mantidos em dissecador por 24h, uma gotícula de água destilada de 4-6 uL foi transferida de uma microseringa para a superfície do material (Figura 3). A imagem foi capturada por uma câmera de vídeo acoplada a um microscópio digital (Digital Blue microscope QX5, Manchester, UK). Os ângulos formados entre a gotícula e a superfície do material foram então medidos com auxílio de software específico (Surftens 3.0). Todas as medidas foram realizadas em triplicata, e a média entre as mesmas resultou no valor final do ângulo de contato para cada corpo de prova. O trabalho de adesão foi calculado baseado nas médias finais dos ângulos de contato. Foi possível calcular o Trabalho de Adesão (W_a)⁴³ por meio da equação de Young-Depree, que segue:

$$w_a = L(1 + \cos)$$

cos é o ângulo de contato,
L é a tensão de superfície do líquido
(para água, L é de 72.80 mJ.m⁻², a 20°C)

Figura 3 - Microscópio digital com câmera de vídeo acoplada



A- Microseringa transferindo a gota de água destilada para a superfície do corpo de prova.

4.6 Morfologia e Mapeamento dos Elementos Químicos Presentes na Superfície por EDX

Os espécimes foram secos e levados a um dessecador à vácuo, para remoção da umidade. Foram então colocados em *stubs* com fita condutora de carbono adesiva dupla face e levadas à câmara a vácuo para cobertura com paládio¹⁶.

O mapeamento foi realizado em MEV (QuantaTM 250 SEM, Oregon, EUA) equipado com o software INCA (Oxford Instruments Analytical, UK) com aumento de 1.000X, voltagem de aceleração de 15kV, tamanho de 5 pontos, resolução de 256 x 192 e tempo de espera de 500 μ s. As áreas foram aleatoriamente selecionadas⁷.

4.7 Análise Estatística

Os dados obtidos foram analisados estatisticamente quanto à normalidade e homogeneidade. Houve aderência à curva normal e foi realizada a análise paramétrica de variância (ANOVA) para verificar diferença estatística, seguida pelo teste de Tukey. Todos os testes foram realizados com um nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS

Pode-se observar que para os grupos G3 e G5 maiores valores foram encontrados para a rugosidade superficial (Tabela 1).

Quanto a porosidade apresentada pelos materiais, observou-se que não houve diferença estatística no número de poros entre os grupos experimentais. Os grupos G3 e G5 porém, apresentaram maior área de poros, com diferença estatisticamente significativa em relação aos demais grupos (Tabela 1).

Ainda, para os grupos G3 e G5, foram encontrados os menores valores para resistência à compressão (Tabela 1).

Tabela 1- Médias (desvios padrão) da Rugosidade Superficial (R_a), número e área dos poros e Resistência à compressão (mPa) de acordo com os grupos experimentais

Grupos	Rugosidade (R_a)	Nº de Poros (n)	Área de Poros (%)	Resist.Compr. (mPa)
G1	0,31 (0,12) ^a	34,1 (8,6) ^a	2,1 (0,87) ^a	32,15 (20,9) ^a
G2	0,64 (0,35) ^a	28,35(14,37) ^a	2,2 (0,78) ^a	16,62 (7,96) ^a
G3	1,44 (0,81) ^b	34,5(6,28) ^a	4,0 (1,88) ^b	8,74 (4,6) ^b
G4	0,43 (0,15) ^a	31,5 (8,35) ^a	2,3 (0,82) ^a	21,38 (12,82) ^a
G5	1,02 (0,33) ^b	23,3 (5,88) ^a	4,0 (1,23) ^b	10,12 (0,13) ^b

Nota: Médias nas colunas acompanhadas de letras iguais não apresentam diferença significativa pelo teste de Tukey ($p>0,05$).

Elaboração própria.

Não foi observada diferença estatisticamente significativa entre os grupos para os valores de ângulo de contato. O trabalho de adesão, necessário para separar o líquido (gota de água destilada) do sólido (superfície do material de acordo com o grupo experimental), apresentou valores inversamente proporcionais ao ângulo de contato (Tabela 2).

No teste de microdureza Vickers, G4 apresentou o maior valor, sem diferença estatisticamente significativa de G1 e G2 (Tabela 2).

Tabela 2- Médias (desvios padrão) da Microdureza Vickers (HV), Ângulo de Contato (°) e Trabalho de Adesão (mJ.m^{-2}) de acordo com os grupos experimentais

Grupos	Microdureza Vickers (HV)	Ângulo de Contato (°)	Trabalho de Adesão (mJ.m^{-2})
G1	27,42 (3,13) ^{ab}	59,91(10,21) ^a	111,74*
G2	28,16 (5,35) ^{ab}	73,22 (5,64) ^a	93,81*
G3	24,93 (2,33) ^a	69,55 (7,66) ^a	98,22*
G4	29,52 (3,51) ^b	70,24(7,30) ^a	97,40*
G5	24,62 (1,60) ^a	62,86(3,62) ^a	106,00*

Nota: Médias nas colunas acompanhadas de letras iguais não apresentam diferença significativa pelo teste de Tukey ($p>0,05$)

*teste experimental sem análise estatística por se tratar de uma complementação de resultado, calculado em cima dos valores de ângulo de contato.

Elaboração própria

Não houve diferença estatística entre os grupos nas análises microbiológicas após 1, 7 e 21 dias. Após 14 dias porém, os grupos G4 e G5 apresentaram menores valores para a atividade antibiofilme, com diferença estatisticamente significativa quando comparado ao G1. Entre os grupos G4 e G5 não houve diferença estatisticamente significativa (Tabela 3).

Tabela 3- Médias (desvio padrão) da atividade antibiofilme em logaritmos de UFC/mL após crescimento por 1, 7, 14 e 21 dias

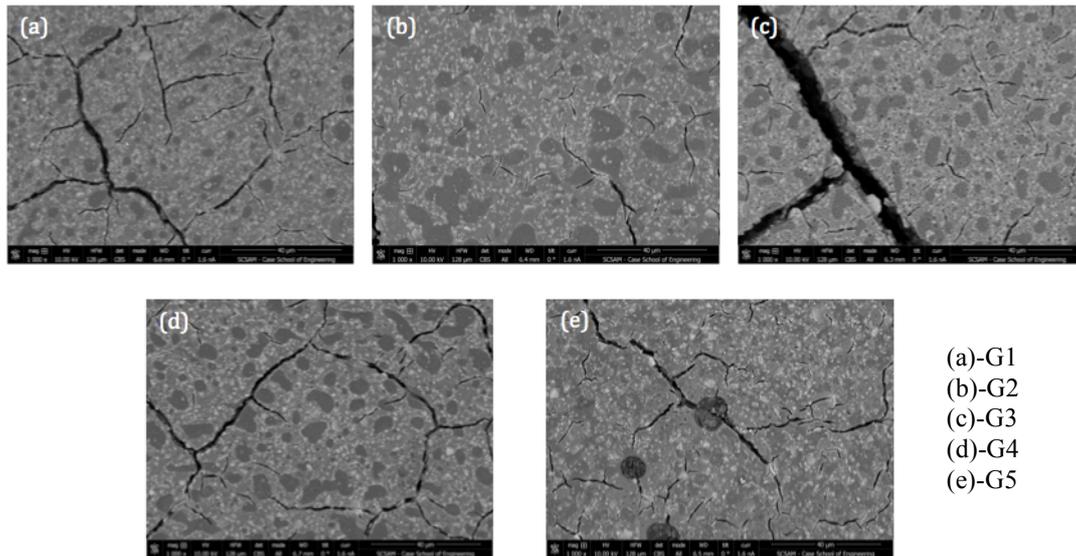
Grupos	1 dia	7 dias	14 dias	21 dias
G1	7,14 (0,34) ^a	7,63 (1,57) ^a	7,52 (0,55) ^a	7,78 (0,23) ^a
G2	7,20 (0,26) ^a	7,82 (1,04) ^a	8,15 (0,67) ^{ab}	8,13 (0,27) ^a
G3	7,16 (0,21) ^a	7,97 (1,00) ^a	7,71 (0,18) ^{ab}	8,39 (1,36) ^a
G4	7,12 (0,41) ^a	8,93 (0,42) ^a	8,33 (0,13) ^b	8,17 (0,38) ^a
G5	7,16 (0,29) ^a	8,39 (0,83) ^a	8,65 (0,28) ^b	8,03 (0,73) ^a

Nota: Médias nas colunas acompanhadas de letras iguais não apresentam diferença significativa pelo teste de Tukey ($p>0,05$).

Elaboração própria

Análise em MEV mostrou distribuição homogênea das partículas em todos os grupos experimentais (Figura 4). Pode-se também observar trincas e rachaduras resultantes de artefato de técnica

Figura 4 - Imagem em MEV dos diferentes grupos experimentais



Elaboração própria

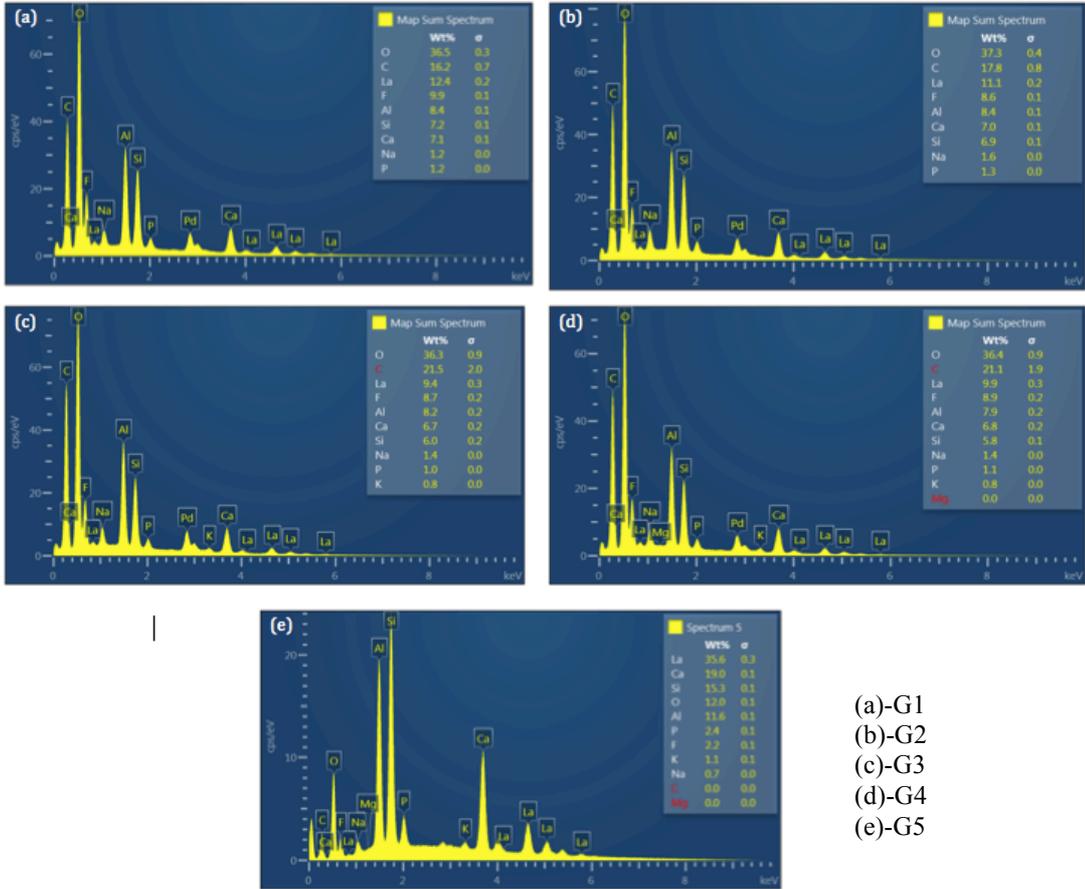
Em análise em EDX, todos os grupos apresentaram íons F, Na, Al, Si, P, Ca e La. Houve redução na porcentagem de íons F, Al, La e Si nos grupos experimentais, comparados a G1. Observou-se também redução na porcentagem de íons Si. Íons P, Ca e Na apresentaram pequena variação entre os grupos. Pequena concentração de Mg (0,1%) foi encontrada em G5 (Tabela 4 e Figura 5).

Tabela 4 – Porcentagem em peso (wt%) dos elementos químicos identificados por análise EDX

Elementos Químicos	G1	G2	G3	G4	G5
La	12,4	11,1	9,4	9,9	9,6
F	9,9	8,6	8,7	8,9	8,8
Al	8,4	8,4	8,2	7,9	7,4
Si	7,2	6,9	6,0	5,8	6,8
P	1,2	1,3	1,0	1,1	1,2
Na	1,2	1,6	1,4	1,4	1,6
K	-	-	0,8	0,8	1,0
Mg	-	-	-	-	0,1
O	36,5	37,3	36,3	36,4	34,5
C	16,2	17,8	21,5	21,1	21,0
Ca	7,1	7,0	6,7	6,8	7,1

Elaboração própria

Figura 5 - Espectrogramas gerados por EDX



- (a)-G1
- (b)-G2
- (c)-G3
- (d)-G4
- (e)-G5

Elaboração própria

6 DISCUSSÃO

O VB, biomaterial à base de silicato de cálcio, com capacidade osteocondutora e altamente biocompatível^{20,23}, leva a osseointegração pela formação de uma camada de hidroxiapatita, quando em ambiente aquoso. Desta forma, pesquisadores se voltaram para o estudo de sua provável ação remineralizadora sobre a estrutura dental e observaram resultados positivos^{12,15,18,22}. Relataram que isto acontece pela formação de uma camada de fosfato de cálcio, a qual interage com íons hidroxila, carbonato e flúor presentes na cavidade bucal, levando a reparação, por meio da formação de uma camada superficial de apatita¹⁹. O VB dificulta também a aderência de bactérias nas superfícies dentais devido a sua ligação química direta com estes tecido²⁶.

Sabendo-se da ação antibacteriana inerente ao CIV, devido a presença de íons flúor em sua formulação^{10,15,17,34}, e a capacidade remineralizadora inerente aos VB^{10,35}, este estudo buscou avaliar possíveis alterações que podem ocorrer nas propriedades mecânicas, físicas e microbiológicas de um CIV convencional após adição de VB, podendo afetar diretamente o sucesso de seu uso clínico. De acordo com Yoshihara et al.³⁶, apesar dos VB exibirem efeitos antibacterianos, podem apresentar integridade superficial instável, resultando em superfícies de restauração mais ásperas e conseqüente com maior adesão bacteriana³⁶. Portanto, ao associar diferentes materiais em busca da potencialização de algumas propriedades de interesse clínico, não deve-se esquecer da avaliação do mesmo de maneira integral, pois outras propriedades poderão sofrer alterações.

Baseando-se no fato de que esta associação de materiais poderia levar ao aumento da porosidade do produto final, realizou-se neste trabalho a avaliação desta propriedade, uma vez que bolhas de ar contidas no interior e principalmente na superfície do material restaurador, aumentam sua porosidade e diminuem sua resistência^{11,18}, tornando-o mais susceptível à fraturas e colonização bacteriana¹⁸. Desta forma, sua longevidade e sucesso clínico estariam certamente comprometidos.

Precaução deve-se tomar quando estudos voltam-se para a alteração de um CIV convencional, pois sua manipulação, manual ou mecânica, assim como sua inserção na cavidade da estrutura dental, promovem a incorporação de ar em seu interior^{7,11,13}. Utilizando diferentes métodos de inserção do CIV em corpos de prova, Da Mata et al.¹³ observaram que, com auxílio de espátula, seringa Centrix ou seringa de baixo custo (hipodérmica), não houve diferença estatística significativa no número e na área ocupada pelos poros no interior do material.

Este estudo não observou diferença estatisticamente significativa no número de poros para nenhum grupo experimental (Tabela 1). Encontrou-se porém, aumento da área ocupada pelos mesmos quando adicionou-se 10% de VB (G3 e G5) (Tabela 1). Considerando que o mesmo número de poros ocupou maior área, pode-se inferir que houve aumento de seus tamanhos, não desejável para a durabilidade clínica da restauração devido aos prejuízos citados acima. Em busca da redução no número e tamanho dos poros no interior do CIV, Coldebella et al.²⁴, alcançaram este objetivo após submeterem o material à vibração com ponta ultrassônica logo em seu estágio inicial de reação de presa. Assim, considerando o número e tamanho de poros e sua relação com a durabilidade clínica da restauração, este estudo apontou que a concentração de 5% de VB (G2 e G4) apresentou-se como a melhor opção para a associação destes materiais, pois não resultou em diferença estatisticamente significativa quando comparado ao G1 (Tabela 1).

Sabendo-se que a rugosidade superficial do material restaurador pode estar diretamente ligada à sua porosidade, esta propriedade também foi avaliada neste estudo. Pôde-se observar maiores valores para os grupos G3 e G5, os quais apresentam maiores concentrações de VB e poros com maiores tamanhos (Tabela 1). Sabe-se que superfícies mais rugosas favorecem a colonização bacteriana e consequente desenvolvimento de lesões de cárie³¹. Silva et al.³¹ relataram que o aumento da rugosidade resulta também em alterações nas propriedades reflexivas do material, prejudicando sua estética. Ainda, preocupados com esta propriedade, Korkut et al.³³ não observaram diferenças quanto a rugosidade superficial de uma resina composta associada a VB (S53P4) em concentrações de 5, 10 e 30%.

Outro aspecto importante a ser considerado, é a microdureza inerente ao material, importante indicador de longevidade clínica. Yli-Urpo et al.³⁰, observaram diminuição da microdureza do CIV convencional quando associado ao VB. Neste estudo, encontrou-se aumento nos valores desta propriedade para o G4, sem diferença estatisticamente significativa para G1 e G2 (Tabela 2), indicando que a menor porcentagem de ambos os VB utilizados, trouxe melhores resultados. Deve-se considerar ainda, a estreita relação desta propriedade com as demais descritas acima, pois maior microdureza esteve presente nos grupos com poros de menor tamanho (G1, G2 e G4) (Tabela 2).

Quando da alteração da composição do CIV convencional por meio da inserção de VB, também deve-se levar em conta possíveis alterações em sua resistência à compressão a qual, neste estudo, também foi dependente da concentração de VB, pois apresentou menores resultados nos grupos G3 e G5 (Tabela 1), os quais, além de outros fatores, possuíam a porosidade mais expressiva com relação ao tamanho dos poros. O mesmo resultado foi

encontrado por Yli-Urpo et al.³⁰ quando utilizaram VB experimental nesta mesma concentração. Ana et al.¹⁰, também observaram queda nos valores de resistência à compressão de um CIV convencional quando da adição das maiores concentrações de VB (33% e 50%).

Yli-Urpo et al.³⁰, encontraram, após imersão de um CIV convencional (Fuji II LC) associado a 10% de VB em água deionizada por 30 dias, valores de resistência a compressão aumentados. Melhoras nas propriedades mecânicas foram encontradas quando da adição de VB aos CIV considerando avaliações em longo prazo³⁵. Choi et al.¹⁵ observaram em MEV formação de uma camada de apatita após 14 dias de imersão de CIV associado a 30% de VB. De acordo com Caluwé et al.³⁵, propriedades mecânicas do CIV podem melhorar em longo prazo devido as reações de sua superfície com os íons liberados pelos VB. De acordo com os autores, a diminuição inicial da resistência à compressão ocorre devido à redução na quantidade de íons Al^{3+} do CIV, uma vez que este é parcialmente substituído por íons do VB. Além disso, íons cálcio presentes no VB reagem com o grupo carboxilato do ácido poliácrico, resultando em menor número de ligações cruzadas entre carboxilato e íons alumínio, contribuindo para a redução da resistência mecânica. Após associação de um CIV com VB em diferentes concentrações, pôde-se observar que a concentração de VB e a resistência à compressão do CIV foram inversamente proporcionais, enquanto que esta relação tornou-se diretamente proporcional na presença de maior concentração de Al^{35} .

Outra propriedade importante que deve-se considerar é a molhabilidade do material restaurador sobre o substrato, que deve ter valores significativos quando alterações físicas são impostas ao mesmo. Quanto maior a molhabilidade, menor é o ângulo de contato formado entre o material restaurador e a superfície dentária, indicando que o mesmo possui capacidade de maior espalhamento (ou molhamento) sobre a mesma, grande contato superficial e maior número de interações física e química entre o material restaurador e a superfície dentária³². Menores valores desta propriedade resultam em maior trabalho de adesão, representado pelo trabalho necessário para remover o material da superfície dentária. Assim, é desejável que o material restaurador apresente baixos valores de ângulo de contato com a água, ou seja, alta molhabilidade. Neste estudo, a adição de VB ao CIV não sinalizou prejuízo clínico, pois não foi encontrada diferença estatística significativa entre os valores de ângulo de contato dos grupos experimentais e do grupo controle (Tabela 2).

Ao analisar a associação dos materiais em MEV, observou-se neste estudo que não houve diferença nas características topográficas superficiais, além das microfraturas ocasionadas pela intensa desidratação dos materiais (Figuras 4). Choi et al.¹¹ e Silva et al.³¹, também analisaram em MEV um CIV associado a um VB e observaram microfraturas em todos

os corpos de prova. Conhecendo o protocolo de desidratação dos espécimes para posterior análise em MEV, os autores atribuíram esta alteração do material a sua secagem excessiva.

Ainda, para aprofundar os estudos das possíveis alterações causadas no CIV após sua associação com VB, realizou-se análise em EDX, a qual permitiu obter a composição química do material baseada na energia química de seus elementos. Sabendo-se que o EDX é capaz de quantificar elementos químicos da tabela periódica entre B e U, o elemento H não é apresentado em seu resultado. Os espectrogramas obtidos neste estudo por análise em EDX (Figura 5) apresentaram os elementos C, O, La, F, Al, Si, P, Na, K, Mg, Ca e Pd (Tabela 4), sendo que, embora o último não participe da reação química resultante da associação do CIV com o VB, está presente em função de ser utilizado para a cobertura dos espécimes por *sputtering*, para viabilizar a condução de elétrons e consequente observação em MEV.

Os elementos C, O, Al e Si foram os mais representativos e apresentaram-se em maior quantidade em todos os grupos, responsáveis por aproximadamente 70% da composição dos mesmos, uma vez que estes elementos químicos integram a composição do CIV. O Si, apresentou-se com porcentagem reduzida nos grupos experimentais quando comparado ao grupo controle, devido provavelmente a sua baixa solubilidade, somada a restrita área analisada de $20 \times 15 \mu\text{m}$. As menores porcentagens de La, F e Al foram encontradas nos grupos experimentais comparado ao controle, fato que pode ter ocorrido em função da substituição parcial do pó do VB no interior do CIV. Os elementos químicos Na, P e Ca foram encontrados em todos os grupos, enquanto K e Mg, com porcentagem inferior a 2%, em apenas alguns.

Propriedades microbiológicas não devem ser esquecidas durante o estudo da alteração da composição química de um CIV, o qual possui propriedade antibacteriana¹⁰⁻¹⁴, mecanismo este, ainda não esclarecido quando trata-se dos VB²⁷. Korkut et al.³³, sugeriram que a natureza bactericida e/ou bacteriostática dos VB está ligada a seu alto pH, grande pressão osmótica e anatomia em forma de “agulhas” que podem prejudicar a parede celular, inativando as bactérias.

Neste estudo não foi encontrada diferença estatisticamente significativa para a atividade antibiofilme entre os todos os grupos após 1, 7 e 21 dias. Após 2 semanas, G4 e G5 apresentaram maiores valores de UFC, com diferença estatisticamente significativa apenas para G1 (Tabela 2). Souza et al.²⁷, ao utilizarem o VB F18 de maneira isolada, observaram alto efeito bactericida e inibição do crescimento de quatro bactérias patogênicas. Yli-Urpo et al.³⁰ observaram inibição do crescimento de *S. Mutans* quando 30% de VB experimental foi adicionado a um CIV convencional. Ao utilizar 10% de VB (S53P4), Korkut et al.³³ observaram redução estatisticamente significativa na contagem de *S. mutans*, fenômeno não

observado quando utilizaram apenas 5%. Observa-se então que, quando associado a um material restaurador, concentrações de 5 e 10% de VB não são suficientes para potencializar a atividade antibacteriana do CIV. Drago et al.³⁷ citou que o contato do VB com os fluidos corporais resulta no aumento do pH devido a liberação de íons em sua superfície, podendo levar a inibição do crescimento bacteriano e da formação de biofilme, porém, esse efeito pode ser compensado pela queda do pH resultante da ação do CIV.

Uma vez entendida a capacidade dos VB em formar uma camada de hidroxiapatita quando em contato com o ambiente bucal, diversos estudos^{10,12,15,30,35,36} buscaram associa-los a materiais restauradores, na busca de um material capaz de resultar em maiores taxas de remineralização, de forma a compensar a desmineralização frequente ao qual o ambiente bucal está exposto. Porém, poucos avaliaram o efeito dessa associação nas propriedades físicas e mecânicas do material restaurador, fato intimamente ligado ao sucesso do tratamento.

O VB 45S5, considerado padrão-ouro, é frequentemente utilizado, em pesquisas, em altas concentrações, superiores a 10%^{10,12,15,21,30,35}, demonstrando bons resultados, com formação de uma camada de hidroxiapatita no local da sua aplicação e melhorando as taxas de remineralização. Este estudo demonstrou que utilizar o VB 45S5 ou F18 associado ao CIV convencional na concentração de 10% traz prejuízos ao material restaurador, mas sua utilização na menor concentração (5%) não modifica suas propriedades físicas e mecânicas (Tabelas 1 e 2).

Sabendo que os VB possuem boa capacidade remineralizadora e que associados ao CIV na concentração de 5% não trazem prejuízos ao material restaurador, o estudo da remineralização de superfícies dentais cariadas a partir desta associação seria de grande importância para a odontologia, principalmente para a Odontopediatria, onde o CIV é frequentemente utilizado.

7 CONCLUSÃO

Embora tenha-se observado alterações prejudiciais ao CIV após a adição de 10% de VB, a concentração de 5% não trouxe prejuízos às propriedades estudadas. Assim, este trabalho aponta forte indicativo de que os VB 45S5 ou F18 a 5 % devem ser estudados em busca de melhores resultados clínicos quando se considera outras propriedades dos materiais odontológicos.

REFERÊNCIAS*

- 1- Autio-Gold JT, Courts F. Assessing the effect of fluoride varnish on early enamel carious lesions in the primary dentition. *J Am Dent Assoc.* 2001; 132(9): 1247-53.
- 2- Sitthisettapong T, Phantumvanit P, Huebner C, Derouen T. Effect of CPP-ACP paste on dental caries in primary teeth: a randomized trial. *J Dent Res.* 2012; 91(9): 847-52.
- 3- Tenuta LMA, Lima JEO, Cardoso CL, Tabchoury CPM, Cury JA. Effect of plaque accumulation and salivary factors on enamel demineralization and plaque composition in situ. *Pesqui Odontol Bras.* 2003; 17(4): 326-31.
- 4- Featherstone JBD. The continuum of dental caries – evidence for a dynamic disease process. *J Dent Res.* 2004; 83 (Spec No C): C39 – 42.
- 5- Zhang Q, Zou J, Yang R, Zhou X. Remineralization effects of casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate crème on artificial early enamel lesions of primary teeth. *Int J Paediatr Dent.* 2011; 21(5): 374-81.
- 6- Wilson AD, Kent BE. A new translucent cement for dentistry: the glass ionomer cement. *Brit Dent J.* 1972; 132(4): 133-5.
- 7- Giorgievska E, Van Tendeloo G, Nicholson JW, Coleman NJ, Slipper IJ, Booth S. The incorporation of nanoparticles into conventional glass-ionomer dental restorative cements. *Microsc Microanal.* 2015; 21(2): 392-406.
- 8- Wasson EA, Nicholson JW. New aspects of setting of glass-ionomer cements. *J Dent Res.* 1993; 3(6): 936-43.
- 9- Fareed MA, Stamboulis A. Nanoclay addition to a conventional glass ionomer cements: influence on physical properties. *Eur J Dent.* 2014, 8(4): 456-63.
- 10- Ana ID, Matsuya S, Ohata M, Ishikawa K. Effects of added bioactive glass on the setting and mechanical properties of resin-modified glass ionomer cement. *Biomaterials.* 2003; 24(18): 3061-7.
- 11- Coldebella CR, Santos-Pinto L, Zuanon AC. Effect of ultrasonic excitation on the porosity of glass ionomer cement: A scanning electron microscope evaluation. *Microsc Res Tech.* 2011; 74(1): 54-7.
- 12- Khoroushi M, Mousavinasab SM, Keshani F, Hashemi S. Effect of resin-modified glass ionomer containing bioactive glass on the flexural strength and morphology of demineralized dentin. *Oper Dent.* 2013; 38(2): 1-10.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacao-atualizado.pdf>

- 13- Mata M, Santos-Pinto L, Zuanon ACC. Influences of the insertion method in glass ionomer cement porosity. *Microsc Res Tech.* 2012; 75(5): 667–70.
- 14- Paolinelis G, Banerjee A, Watson TF. An in vitro investigation of the effect and retention of bioactive glass air-abrasive on sound and carious dentine. *J Dent.* 2008; 36(3): 214-8.
- 15- Choi JY, Lee HH, Kim HW. Bioactive sol-gel glass added ionomer cement for the regeneration of tooth structure. *J Mater Sci Mater Med.* 2008; 19(10): 3287-94.
- 16- Melo MA, Morais WA, Passos VF, Lima JP, Rodrigues LK. Fluoride releasing and enamel demineralization around orthodontic brackets by fluoride-releasing composite containing nanoparticles. *Clin Oral Investig.* 2014; 18(4): 1343-50.
- 17- Davidson CL. Advances in glass-ionomer cements. *J Appl Oral Sci.* 2006; 14(spec iss): 3-9
- 18- Madan N, Madan N, Sharma V, Pardal D, Madan N. Tooth remineralization using bioactive glass - a novel approach. *J Academy Adv Dental Research.* 2011; 2(2): 45-50.
- 19- Pinheiro HB, Lopes B, Klautau EB, Cardoso J, Silva BR, Cardoso PEC. Influence of bioactive materials used on the dentin surface whitened with carbamide peroxide 16%. *Mater Res.* 2010; 13(2): 273-8.
- 20- Hench LL, Paschall Ha. Direct chemical bond of bioactive glass-ceramic materials to bone and muscle. *J Biomed Mater Res.* 1973; 7(3): 25-42.
- 21- Yli-Urpo H, Soderling E. Antimicrobial effects of glass ionomer cements containing bioactive glass (S53P4) on oral micro-organisms in vitro. *Acta Odontol Scand.* 2003; 61(4): 241-6.
- 22- Vollenweider M, Brunner TJ, Knecht S, Grass RN, Zehnder M, Imfeld T et al. Remineralization of human dentin using ultrafine bioactive glass particles. *Acta Biomater.* 2007; 3(6): 936-43.
- 23- Hench LL. The story of bioglass. *J Mater Sci Mater Med.* 2006; 17(11): 967-78.
- 24- Deng M, Wen HL, Dong XL, Li F, Xu X, Li H, et al. Effects of 45S5 bioglass on surface properties of dental enamel subjected to 35% hydrogen peroxide. *Int J Oral Sci.* 2013; 5(2): 103-10.
- 25- Munukka E, Lepparanta O, Korkeamaki M, Vaahtio M, Peltola T, Zhang D, et al. Bactericidal effects of bioactive glasses on clinically important aerobic bacteria. *J Mater Sci Mater Med.* 2008; 19(1): 27-32.
- 26- Gheysen G, Ducheyne P, Hench LL, de Meester P. Bioglass composites: a potential material for dental application. *Biomaterials.* 1983; 4(2): 81-4.
- 27- Souza Mt, Campanini La, Chinaglia CR, Peitl O, Zanotto ED, Souza CWO. Broad spectrum bactericidal activity of a new bioactive grafting material (F18) against clinically important bacterial strains. *Int J Antimicrob Agents.* 2017; 50(6): 730-3.

- 28-FAPESP – Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo [homepage na internet]. São Paulo: Agência da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo; c2015 [acesso em 2015 out 15]. Disponível em: <http://agencia.fapesp.br/novo-biovidro-reduz-risco-de-falhas-em-implantes-de-titanio/20807/>.
- 29-Bakry AS, Marghalani HY, Amin OA, Tagami J. The effect of a bioglass paste on enamel exposed to erosive challenge. *J Dent.* 2014; 42(11): 1458-63.
- 30-Yli-Urpo H, Lassila LV, Narhi I, Vallittu PK. Compressive strength and surface characterization of glass ionomer cements modified by particles of bioactive glass. *Dent Mater.* 2005; 21(3): 201-9.
- 31-Silva RC, Zuanon ACC. Surface roughness of glass ionomer cements indicated for atraumatic restorative treatment (ART). *Braz Dent J.* 2006; 17(2): 106-9.
- 32-Moshaverinia A, Chee WW, Brantley WA, Schricker SR. Surface properties and bond strength measurements of N-vinylcaprolactam (NVC)-containing glass-ionomer cements. *J Prosthet Dent.* 2010; 105(3): 186-93.
- 33-Korkut E, Torlak E, Altunsoy M. Antimicrobial and mechanical properties of dental resin composite containing bioactive glass. *J Appl Biomater Func.* 2016; 14(3): e296-e301.
- 34-Agha A, Parker S, Patel MP. The properties of experimental resin-modified glass-ionomer luting cements (RMGICs) containing novel monomers. *Dent Mater.* 2017; 33(12): 1331-9.
- 35-Caluwé T, Vercruysea CWJ, Ladika I, Conventsa H, Declercqb H, Martensc LC et al. Addition of bioactive glass to glass ionomer cements: Effect on the physico-chemical properties and biocompatibility. *Dent Mater.* 2017; 33(4): 186-203.
- 36-Yoshihara K, Nagaoka N, Maruo Y, Sano H, Yoshida Y, Van Meerbeek B. Bacterial adhesion not inhibited by ion-releasing bioactive glass filler. *Dent Mater.* 2017; 33(6): 723-34.
- 37-Drago L, Toscano M, Bottagisio M. Recent evidence on bioactive glass antimicrobial and antibiofilm activity: A Mini-Review. *Materials (Basel).* 2018; 11(2): 326.
- 38-Exterkate RA, Crielaard W, Ten Cate JM. Different response to amine fluoride by *Streptococcus mutans* and polymicrobial biofilms in a novel high-throughput active attachment model. *Caries Res.* 2010; 44(4): 372–9.
- 39-Cheng L, Weir MD, Xu HHK, Kraigsley AM, Lin NJ, Lin-Gibson S, et al. Antibacterial and physical properties of calcium–phosphate and calcium–fluoride nanocomposites with chlorhexidine. *Dent Mater.* 2012; 28(5): 573–83.
- 40-Marti LM, Becci ACO, Spolidorio DMP, Brighenti FL, Giro EMA, Zuanon ACC. Incorporation of chlorhexidine gluconate or diacetate into a glass-ionomer cement: porosity, surface roughness, and anti-biofilm activity. *Am J Dent.* 2014; 27(6): 318-22.
- 41-Sanders BJ, Gregory RL, Moore K, Avery DR. Antibacterial and physical properties of resin modified glass-ionomers combined with clorexidine. *J Oral Rehabil.* 2002; 29(6): 553-8.

- 42- Xia Y, Zhang F, Xie H, Gu N. Nanoparticle-reinforced resin-based dental composites. *J Dent.* 2008; 36(6): 450-5.
- 43- Rehman N, Miranda MIG, Rosa SML, Bica CID. Reinforcement of hydroxypropylcellulose films by cellulose nanocrystals in the presence of surfactants. *Chinese J Polym Sci.* 2016; 34(11): 1301-10.

**Autorizo a reprodução deste trabalho
(Direitos de publicação reservados ao autor)**

Araraquara, 20 de março de 2019

Ana Carolina Bosco Mendes