



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



**Rafael Amorim Martins**

**Propriedades físicas e mecânicas de um cimento de ionômero de vidro  
modificado por nanopartículas de hidroxiapatita ou por vidros bioativos.  
Tempo de armazenamento e escovação**

**Araraquara  
2018**



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



**Rafael Amorim Martins**

**Propriedades físicas e mecânicas de um cimento de ionômero de vidro  
modificado por nanopartículas de hidroxiapatita ou por vidros bioativos.  
Tempo de armazenamento e escovação**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP), para obtenção do título de Mestre em Ciências Odontológicas, na Área de Odontopediatria.

**Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Angela Cristina  
Cilense Zuanon**

**Araraquara  
2018**

Martins, Rafael Amorim

Propriedades físicas e mecânicas de um cimento de ionômero de vidro modificado por nanopartículas de hidroxiapatita ou por vidros bioativos: tempo de armazenamento e escovação / Rafael Amorim Martins. – Araraquara: [s.n.], 2018

61 f. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado em Ciências Odontológicas) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientadora: Profa. Dra. Angela Cristina Cilense Zuanon

1. Cimentos de ionômeros de vidro 2. Nanopartículas  
3. Propriedades físicas 4. Testes de dureza I. Título

**Propriedades físicas e mecânicas de um cimento de ionômero de vidro  
modificado por nanopartículas de hidroxiapatita ou por vidros bioativos.  
Tempo de armazenamento e escovação**

**Comissão julgadora**

**Dissertação para obtenção do título de Mestre em Ciências Odontológicas, na  
Área de Odontopediatria**

Presidente e orientador Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Angela Cristina Cilense Zuanon

2º Examinador Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Alessandra Nara de Souza Rastelli

3º Examinador Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Cristina Magnani Felício

Araraquara, 08 de março de 2018.

## **DADOS CURRICULARES**

**Rafael Amorim Martins**

NASCIMENTO: 21/03/1992 – Araraquara - SP

FILIAÇÃO: Marcos Cristiano Martins

Teresinha Oliveira Amorim Martins

2011/2015 Graduação Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

2012/2015 Bolsista Grupo PET Odonto – UNESP Araraquara

2013/2014 Iniciação Científica Sem Bolsa – Área Odontopediatria / Trabalho: Propriedades físicas e mecânica de um CIV modificado por diacetato de clorexidina ou nanopartículas de óxido de zinco.

2014/2015 Iniciação Científica Sem Bolsa – Área Odontopediatria / Trabalho: Distribuição de nanopartículas de óxido de zinco em um cimento de ionômero de vidro.

2015/2015 Monitoria sem bolsa na disciplina de Odontopediatria.

2016/2018 Curso de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, Área de Concentração Odontopediatria, nível Mestrado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr – UNESP.

# DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha família, **Mãe, Pai e meu Irmão**, que ao longo desses anos se tornaram uma base ainda mais sólida do que já éramos. Todo mundo passa por dificuldades, enfrenta grandes obstáculos, e frente a eles pensamos que não podemos, que não temos forças suficientes, mas o amor e o suporte da minha família me mostraram que unidos podemos mover e ser maiores que todas as montanhas do caminho!

A minha **vó Eunice** que foi o maior exemplo de ser humano e mulher que já conheci. Palavras não descrevem o tamanho da minha admiração e orgulho de quem essa senhora foi. Nossa convivência foi interrompida quando comecei a caminhar em direção ao sonho da Odontologia, mas não teve um só dia que ela não foi *meu pensamento e minha força!* Bastava lembrar de tudo que sempre me disse e da confiança que possuía em mim. O que estou me tornando hoje devo a essa mulher, *“Dona Nice”!*

*“A morte é apenas uma travessia do mundo, tal como os amigos, que atravessam o mar, e permanecem vivos uns nos outros. Porque sentem necessidades de estar presentes, para amar e viver o que é onipresente...”*

*(William Penn)*

Dedico este trabalho também aquele menino que um dia eu fui, pequeno, mas com grandes sonhos, cheio de medos, mas com muita coragem para encará-los, com dúvidas, mas também com as certezas de que um dia tudo seria melhor. Hoje ele teria muito orgulho do “cara” que se tornou!

Querida **Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Angela Cristina Cilense Zuanon** ou somente “Cris”, este trabalho é fruto do que você gerou em mim, do amor, do cuidado, da sua dedicação e esforço em me ensinar e estar ao meu lado em todos os momentos dessa caminhada, por isso e muito mais também dedico este trabalho a você! São incontáveis as histórias dessa nossa convivência junta, mais de seis anos compartilhando o dia a dia com você... Ah! Parece que todo tempo é pouco quando aprendemos e estamos com alguém tão especial. Me tornar seu aluno, ter você como tutora do programa PET, como orientadora de iniciação científica, orientadora na clínica de Odontopediatria, e finalmente orientadora da pós-graduação é sem dúvida o grande presente dessa caminhada na Odontologia! E saber separar o relacionamento pessoal do profissional foi um fator imenso na grandiosidade dessa nossa jornada, também por isso devo muito a você, que me moldou, quando era necessário puxou a orelha, e me fez um aspirante a professor e pesquisador, mostrando sempre a importância de cada coisa e seu momento, e colocando em mim muita vontade de crescer e ser melhor! Todos os obrigados serão poucos a você, sempre, que se tornou além de tudo uma amiga preciosa, um porto-seguro em momentos de desespero, e um abraço amigo nos momentos de angústia. Espero poder caminhar sempre ao seu lado, continuar me inspirando e aprendendo com a profissional que você é, mas principalmente com o ser humano, e que essa nossa parceria continue rendendo bons frutos, bons trabalhos, aprendizados, e um tanto de risadas gostosas! Obrigado, obrigado, obrigado e obrigado eternamente!

*“Para conseguir a amizade de uma pessoa digna é preciso desenvolvermos em nós mesmos as qualidades que naquela admiramos.”  
(Sócrates)*

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Meu primeiro agradecimento será sempre a **DEUS**, minha maior força, meu amparo diário, e o meu porto seguro! Aquele para quem entrego minha vida, meu caminho e meus sonhos. A quem recorro quando tudo parece não fazer sentido, ou quando os medos são maiores que qualquer coisa. Aquele que me deu força e coragem para ser quem eu sou e buscar tudo o que quero!

*“Descobri a alegria de te ter, de correr pelos campos  
com você... És meu amigo, estás tão perto!”*

*(Flávio Vitor de Maria)*

À **minha família** que tanto me inspira, ajuda, e me dá o suporte necessário para continuar na caminhada diária rumo a realização de grandes sonhos e vontades. Vocês são a razão de tudo! Obrigado Mãe, Pai e Pedro!

Aos **meus tios e primos**, obrigado por sempre acreditarem em mim e me encorajarem demonstrando sempre tanto carinho e amor. Nessa caminhada vocês foram essenciais para que eu buscasse tudo que sempre quis! Obrigado por estarem ao meu lado sempre!

À amiga **Juliana Sardella** que foi o grande presente da vida acadêmica. Uma dupla, uma amiga, e uma parceira, sempre disposta a me ajudar, a me ouvir (quantos e quantos horas de áudios foram trocados, rs). Um exemplo de pessoa e profissional que eu tive o prazer de encontrar e trazer para minha vida. Obrigado pela amizade e parceria desses dois anos, que tenho certeza que será para uma vida toda. Obrigado por tudo que me ensinou e o tanto que fez dessa caminhada leve e feliz!

À **Carol Mendes** por toda a ajuda e incontáveis horas de laboratório, muitas vezes horas de desespero, mas sempre com muitas risadas e uma companhia

excelente! Obrigado por toda a ajuda para dar vida a esse trabalho, aqui existe muito de você! E obrigado pela amizade que construímos, pelas viagens, e muitas histórias.

À **Luana Marti**, que indiretamente neste trabalho, mas diretamente na minha vida trouxe sempre uma grande contribuição. Obrigado pela amizade, pela parceria, e por toda co-orientação! Meu socorro sempre que alguma coisa parece que não vai dar certo, e com toda a calma do mundo consegue me tranquilizar. Te levo sempre no coração e com a certeza de ter em você sempre alguém para contar.

Aos colegas e amigos do Departamento de Clínica Infantil: **Pati, Nati, Ju, Carolzinha, Vini, Lana, Thamy, Paula, Isadora, Camila, Aline, Luis Felipe, Manuel, Diego, Marco Túlio, Yasmin**, e a todos os que não citei, mas de alguma maneira se fizeram presente nesses dias. Muito obrigado por toda a ajuda, risadas, os cafezinhos na copa, as viagens para congresso e serem uma alegria em meio a tanto trabalho!

Ao **Miguel**, presente trazido a minha vida pela amiga Joaquina, e que trouxe alegrias e sorrisos para o meu dia a dia e da minha família. O tio morre de orgulho e meu coração se enche diariamente com seu companheirismo e seu jeito de ver a vida. Hoje você não se dá conta do tamanho do meu amor, mas um dia tenho certeza que entenderá e eu contarei todas as nossas aventuras, inclusive deste momento, que escrevendo esses agradecimentos você está sentado do meu lado na cama, dizendo a cada 5 minutos “te amo tio Rafa” e também pedindo para escrever seu nome no computador. Ele está aqui, e estará para sempre no meu coração!

*“We keep this love in a photograph  
We made these memories for ourselves”*

*(Ed Sheeran)*

À **Camila Fragelli** por dedicar parte do seu tempo a estatística desse trabalho, colaborando com muito conhecimento e informações preciosas. Obrigado pela

disponibilidade, pela pronta ajuda, e por tudo que compartilhou e ensinou comigo nesse tempo que nos aproximamos!

À professora **Alessandra Rastelli** por toda a ajuda e colaboração com as sempre pertinentes correções, comentários e ajuda. E também pela ajuda com o fornecimento de parte dos materiais para a realização dessa pesquisa.

À aluna **Julia Masieiro** por confiar a mim sua co-orientação para o TCC, passar de amiga a aluna de iniciação científica e contribuir muito para a realização desse trabalho, com sua imensa disponibilidade (mesmo que com alguns atrasos, rs) e sua alegria compartilhada! Muito orgulho de você!

E aos **amigos queridos**, muitos amigos da vida, amigos que são família, amigos que chegaram um pouco depois, amigos da graduação, enfim, impossível de citar nomes. Eles estiveram comigo durante toda essa caminhada, e que mesmo sem conhecer a vida de um pós-graduando entenderam que a ausência era por um motivo maior, e permaneceram mesmo assim ao meu lado, dando forças, me incentivando e fazendo com que qualquer dificuldade parecesse pequena.

*“Cada um que passa em nossa vida, passa sozinho, pois cada pessoa é única e nenhuma substitui outra. Cada um que passa em nossa vida, passa sozinho, mas não vai só nem nos deixa sós. Leva um pouco de nós mesmos, deixa um pouco de si mesmo. Há os que levam muito, mas há os que não levam nada. Essa é a maior responsabilidade de nossa vida, e a prova de que duas almas não se encontram ao acaso.”*

*(Antoine de Saint-Exupéry)*

# AGRADECIMENTOS

A Universidade Estadual Paulista – “Júlio de Mesquita Filho”, em nome do magnífico Reitor Prof. Dr. Sandro Roberto Valentini e Vice-Reitor Prof. Dr. Sergio Roberto Nobre.

A Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, representada pela digníssima Diretora Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Elaine Maria Sgavioli Massucato e pelo Vice-Diretor Prof. Dr. Edson Alves de Campos.

Ao Departamento de Clínica Infantil da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP representado pelo Chefe de Departamento Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Lídia Parsekian Martins e Vice-Chefe Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Elisa Maria Aparecida Giro.

Aos Professores da disciplina de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, Ângela Cristina Cilense Zuanon, Cyneu Aguiar Pansani, Fábio Cesar Braga de Abreu e Lima, Elisa Maria Aparecida Giro, Fernanda Lourenção Brighenti, Josimeri Hebling, Lourdes Aparecida Martins dos Santos-Pinto, Rita de Cássia Loyola Cordeiro e Fabiano Jeremias por todo o conhecimento passado adiante, por serem exemplos de profissionais e pessoas, e por toda a contribuição na minha formação e amor pela Odontopediatria.

A Coordenação de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, representada pelos Professores Dra. Fernanda Lourenção Brighenti - Coordenadora e Profa. Alessandra Nara de Souza Rastelli - Vice-Coordenadora.

Aos funcionários da Secretaria de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, José Alexandre Garcia e Cristiano Afonso Lamounier, por estarem sempre prontos para tirar todas as dúvidas e ajudar nos momentos de desespero. Obrigado por tudo!

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela concessão de bolsa de estudos durante a realização deste mestrado.

Aos Laboratórios de Pesquisa da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP: Laboratório de pesquisa em Bioquímica e Microbiológica, representado pelo Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Fernanda Lourenção Brighenti, Laboratório de Pesquisa Odontopediatria, representado pela Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Josimeri Hebling, e ao Laboratório de Biomateriais, Imagens e Tecnologias Fotônicas, representado pelo Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Junior, e todos os colegas integrantes, pela disponibilidade de equipamentos e estrutura, e por permitirem ampliar o conhecimento sempre com muita generosidade.

Ao Instituto de Química desta Universidade, por me permitir utilizar o Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear, representado pelo Prof. Dr. Sidney José Lima Ribeiro, e principalmente a técnica Silvia Santagneli por me ajudar na realização das imagens do perfil dos materiais, me ensinar com calma e muita paciência.

Aos funcionários do Departamento de Clínica Infantil da Faculdade Odontologia de Araraquara – UNESP, Flávia, Dulce, Soninha, Pedro, Diego, Totó, Marcia e Cris por toda ajuda e atenção.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais, da Universidade Federal de São Carlos – UFSCAr, e ao Laboratório de Materiais Vítreos - LAMAV, representado pelo Prof. Dr. Edgar Dutra Zanotto e a pós-doutoranda Dra. Marina Trevelin pelo fornecimento dos vidros bioativos usados nessa pesquisa.

A todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

Martins RA. Propriedades físicas e mecânicas de um cimento de ionômero de vidro modificado por nanopartículas de hidroxiapatita ou por vidros bioativos. Tempo de armazenamento e escovação. [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2018.

## RESUMO

O cimento de ionômero de vidro (CIV) apresenta características favoráveis como ação antimicrobiana e capacidade de remineralização. A fim de potencializar essas propriedades, sua associação com outros materiais como as nanopartículas (NP) e os vidros bioativos (VB) é estudada e muita atenção deve ser voltada às possíveis alterações que podem ocorrer em suas propriedades físicas, mecânicas e químicas. O objetivo deste estudo foi avaliar propriedades físicas e mecânicas do CIV associado a NP de hidroxiapatita (HPa) a 5% e ao VB 45S5 a 10%, antes e após teste de escovação, em diferentes tempos de armazenamento. Foram avaliadas rugosidade superficial com auxílio de rugosímetro, dureza Vickers por meio de microdurômetro, e variação de massa do material medida por pesagens em balança analítica, além da análise qualitativa de sua superfície, por meio de perfilômetro, nos tempos de 1, 7, 15, 30 e 60 dias, antes e após o teste de escovação. Os dados obtidos foram analisados estatisticamente quanto à normalidade e a homogeneidade. A distribuição foi não normal e os testes não-paramétricos de Wilcoxon, e de Kruskal Wallis seguido pelo de Dunn foram realizados, todos com um nível de significância de 5%. Pode-se observar maiores valores para a perda de massa no primeiro dia de experimento para todos os grupos. A rugosidade superficial foi menor nos grupos Controle e NP aos 30 dias de experimento após o ensaio de escovação. A análise qualitativa por meio do perfil dos materiais confirma a esses achados. Valores maiores para a dureza superficial foram encontradas no grupo Controle e menores para NP, após a escovação. Os grupos Controle e VB ao longo do tempo apresentaram diminuição dessa propriedade. Quando se comparou os valores entre os grupos, o NP apresentou os maiores valores antes de escovação, enquanto o Controle apresentou os maiores valores após a escovação. Conclui-se que a associação do CIV a NP e ao VB geraram alterações importantes nas propriedades físicas e mecânicas estudadas, sendo o CIV não associado às NP ou VB, ainda a melhor opção para uso clínico.

**Palavras-chave:** Cimentos de ionômeros de vidro. Nanopartículas. Propriedades físicas. Testes de dureza.

Martins RA. Physical and mechanical properties of a glass ionomer cement modified by hydroxyapatite nanoparticles or by bioactive glasses. Storage and brushing time. [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2018.

## **ABSTRACT**

The glass ionomer cement (GIC) has favorable characteristics such as antimicrobial action and remineralization capacity. In order to potentiate these properties, its association with other materials such as nanoparticles (NP) and bioactive glasses (BAG) is studied, and a great deal of attention must be given to the possible changes that may occur in the physical, mechanical and chemical properties. The objective of this study was to evaluate the physical and mechanical properties of GIC associated with 5% of hydroxyapatite NP (NHPa) and of 10% BAG 45S5 before and after brushing test at different storage times. The surface roughness was evaluated using a rugosimeter, Vickers hardness by microdurometer, and mass variation of the material measured by analytical weighing, as well as the qualitative analysis of its surface by means of a profilometer at the times of 1, 7, 15, 30 and 60 days, before and after the brushing test. The data obtained were statistically analyzed for normality and homogeneity. The distribution was non-normal and the non-parametric Wilcoxon and Kruskal Wallis followed by Dunn's tests were performed, all with a significance level of 5%. It is possible to observe higher values for the loss of mass in the first day of experiment for all the groups. The surface roughness was lower in the control and NP groups at 30 days of experiment after the brushing test. The qualitative analysis through the profile of the materials confirms these findings. Larger values for superficial hardness were found in the control group and smaller for NP, after brushing. The control and BAG groups over time showed a decrease in this property. When the values between the groups were compared, NP presented the highest values before toothbrushing, while the control had the highest values after brushing. It was concluded that the association of GIC to NP and BAG generated important alterations in the physical and mechanical properties studied, being the GIC not associated with NP or BAG, still the best option for clinical use.

**Keywords:** Glass ionomer cement. Nanoparticles. Physical properties. Hardness tests.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	14
<b>2 PROPOSIÇÃO</b> .....	17
<b>2.1 Proposição Geral</b> .....	17
<b>2.2 Proposição Específica</b> .....	17
<b>3 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	18
<b>4 MATERIAL E MÉTODO</b> .....	32
<b>4.1 Delineamento Amostral</b> .....	32
<b>4.2 Confeção de Corpos de Prova</b> .....	32
<b>4.3 Variação de Massa</b> .....	34
<b>4.4 Rugosidade Superficial</b> .....	34
<b>4.5 Dureza Vickers</b> .....	34
<b>4.6 Ensaio de Escovação</b> .....	34
<b>4.7 Análise do Perfil dos Materiais</b> .....	36
<b>4.8 Análise Estatística</b> .....	36
<b>5 RESULTADOS</b> .....	37
<b>5.1 Variação de Massa</b> .....	37
<b>5.2 Rugosidade Superficial</b> .....	38
<b>5.3 Dureza Vickers</b> .....	40
<b>5.4 Perfil dos Materiais</b> .....	43
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	48
<b>7 CONCLUSÃO</b> .....	53
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	54

## 1 INTRODUÇÃO

O cimento de ionômero de vidro (CIV) apresenta muitas vantagens, como a grande versatilidade e efetividade clínica<sup>5</sup>. Foi introduzido inicialmente por Wilson e Kent<sup>56</sup> em 1971, e possui mecanismo de troca iônica com as estruturas dentais, a qual permite adesão química tanto ao esmalte quanto à dentina<sup>31</sup>. Além disso possui boas características como a biocompatibilidade, capacidade de liberação e reincorporação de flúor do meio bucal e coeficiente de expansão térmica linear semelhante ao da dentina<sup>30,41,52</sup>.

As propriedades do CIV, o torna muito favorável para utilização na clínica de Odontopediatria, uma vez que a liberação de flúor é importante no meio bucal de crianças com alto risco ao desenvolvimento da lesão de cárie<sup>55</sup>. É capaz de induzir à remineralização da dentina e do esmalte<sup>28</sup>, além de ser considerado o material de eleição para a realização do tratamento restaurador atraumático, pois apresenta comprovada ação sobre o controle da lesão de cárie<sup>7,19</sup>.

Takahashi et al.<sup>50</sup>, Jedrychowski et al.<sup>24</sup> e Palmer et al.<sup>38</sup> associaram o CIV à clorexidina, a fim de potencializar a propriedade antibacteriana do material. Estes pesquisadores encontraram bons resultados, porém sem considerar possíveis mudanças nas propriedades físicas e mecânicas do material, em função da modificação de sua composição original. Estudo recente de Yan et al.<sup>59</sup> (2017) indicou que 1% de clorexidina modificada com sílica mesoporosa associada ao CIV resulta em melhora na atividade antibacteriana do material, sem afetar suas propriedades mecânicas como resistência a compressão, dureza superficial, módulo de elasticidade, solubilidade e absorção de água.

As nanopartículas (NP) também foram associadas aos materiais restauradores, como as resinas compostas, em busca de melhorias em suas propriedades mecânicas<sup>49,57</sup>, físicas e antibacterianas<sup>13,34,43</sup>. Possuem tamanho extremamente reduzido que resulta em grande área superficial e maior contato com o meio em que se encontram. Em função da forte ligação que mantém com as membranas celulares bacterianas, as NP aumentam sua permeabilidade, assim como a saída do fluxo do conteúdo citoplasmático da célula. Desta forma, sua penetração no microrganismo é facilitada, levando a destruição dos lipídios e proteínas celulares do mesmo<sup>6,8,16,22,40</sup>.

A NP de hidroxiapatita (NPHAp), também estudada em associação com materiais odontológicos<sup>2</sup>, quando adicionada ao CIV demonstrou aumento da resistência à flexão e na liberação de íons fluoretos, atuando não apenas como um reforço do material, mas também como um componente adsorvente e um agente que proporciona troca de íons, resultando em melhores propriedades químicas e mecânicas do CIV. Moshaverinia et al.<sup>34</sup> também demonstraram que a incorporação de NPHAp ao CIV proporcionou melhoras em suas propriedades mecânicas como a resistência à compressão e à tração diametral. A hidroxiapatita [HAp:  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}_2$ ] apresenta biocompatibilidade, composição e estrutura de cristais semelhantes a apatita, a qual está presente nas estruturas dentais em humanos e em tecidos ósseos.

Pesquisadores<sup>60,62</sup> têm estudado também a adição de vidros bioativos (VB) ao CIV na busca da potencialização de suas propriedades remineralizadoras. Os VB foram introduzidos inicialmente por Hentch et al.<sup>18</sup> em 1972, e possuem capacidade de ligar-se quimicamente aos minerais ósseos<sup>60</sup>. Os VB são compostos de óxidos de cálcio, fósforo, silício e sódio em diferentes proporções<sup>48</sup>, os quais se precipitam e conferem ação remineralizadora quando em contato com a dentina. De acordo com Bakry et al.<sup>3</sup>, os VB possuem a capacidade de penetrar nos túbulos dentinários.

Os VB, quando em ambientes aquosos, formam uma camada de apatita em sua superfície, tanto em *in vitro*<sup>36</sup>, como *in vivo*<sup>26,27</sup>. Purton e Rodda<sup>44</sup>, em 1988, apontaram que não somente íons de fluoreto foram liberados do CIV, mas também íons cálcio e fosfato, quando o material foi associado ao VB. Além da capacidade remineralizadora e antibacteriana, que pode ser atribuída ao seu alto valor de pH quando em meio aquoso<sup>21,63</sup>, pode gerar modificações nas propriedades mecânicas do material, como redução da dureza superficial ou aumento da resistência a flexão<sup>53</sup>.

O desempenho clínico de CIV associado à NP ou aos VB depende, portanto, da manutenção das características originais destes materiais, e da qualidade de sua superfície, que possui papel fundamental por estar em contato com o meio bucal e suas intempéries. Uma vez que alterações indesejáveis aconteçam, como aumento da rugosidade superficial, a colonização de microrganismos se torna mais fácil e rápida<sup>45</sup>. O desgaste do material também resulta em rugosidade aumentada, o qual ocorre, dentre outros motivos, em função da escovação dental e depende da qualidade do dentífrico, quantidade de abrasivo em sua composição, qualidade da escova dental e pressão exercida sobre a mesma, além da frequência de escovação<sup>17</sup>. Fatores inerentes do material como a integridade entre a matriz e as partículas de

vidro, o tamanho, forma das partículas, e porosidade também devem ser considerados<sup>58</sup>.

Sabe-se que muitos trabalhos encontrados na literatura demonstram capacidade remineralizadora e antibacteriana dos VB e das NP respectivamente quando associados à diferentes materiais restauradores<sup>2,34,60,63</sup>. Além disso, pesquisas nesta área voltadas para o CIV são escassas e este material é amplamente utilizado na clínica odontológica, principalmente na Odontopediatria. Assim, torna-se importante o desenvolvimento de pesquisas que sanem as dúvidas ainda presentes quanto às possíveis alterações nas propriedades físicas, químicas e mecânicas quando os VB e as NP são associados ao CIV, além de alterações que possam sofrer em função da escovação.

## **2 PROPOSIÇÃO**

### **2.1 Proposição Geral**

Avaliar propriedades físicas e mecânicas de um CIV quando associado a 5% de NPHPa e a 10% de VB 45S5, antes e após a escovação em diferentes tempos de armazenamento.

### **2.2 Proposição Específica**

1. Avaliar a rugosidade superficial de um CIV quando associado às NPHPa e ao VB 45S5 antes e após a escovação em diferentes tempos de armazenamento.
2. Avaliar a dureza Vickers de um CIV quando associado às NPHPa e ao VB 45S5 antes e após a escovação, em diferentes tempos de armazenamento.
3. Avaliar a variação de massa de um CIV modificado por NPHPa e VB 45S5 antes e após a escovação, em diferentes tempos de armazenamento.
4. Analisar a superfície de um CIV quando associado às NPHPa e ao VB 45S5 antes e após teste de escovação em perfilômetro, em diferentes tempos de armazenamento.

### 3 REVISÃO DE LITERATURA

Jedrychowski et al.<sup>24</sup> (1983) avaliaram a resistência à compressão, à tração, ao cisalhamento e à atividade antibacteriana após adição de 1, 2, 3, 5 e 10% de gluconato de CLX ou de dihidroclorato de CLX a uma resina e a um CIV. A atividade antibacteriana foi medida por meio da inibição do crescimento de alguns microrganismos durante 4 dias. A adição de gluconato e de dihidroclorato de CLX aumentou a atividade antibacteriana dos materiais testados, sendo o último capaz de manter as propriedades mecânicas mais próximas daquelas apresentadas pelo grupo controle. Como resultados observaram prejuízo nas propriedades de resistência à tração, compressão e forças de cisalhamento com a adição do gluconato de CLX nas concentrações superiores a 3%. Como conclusão os autores indicaram que a adição de pequenas concentrações de CLX aumentaram a atividade antibacteriana sem comprometer as propriedades testadas de ambos os materiais.

Ohtsuki et al.<sup>36</sup> (1992) mostraram que uma condição essencial para a ligação de VB ou cerâmicas a base de VB ao osso vivo é a formação de uma camada de apatita na superfície do mesmo. Alguns tipos de VB formam essa camada ( $\text{CaO-SiO}_2$ ), e outros não ( $\text{CaO-P}_2\text{O}_5$ ). Os que formam essa camada possuem taxa de nucleação de apatita maior atribuída à menor energia da interface, além de formar um hidrogel de sílica antes da formação da camada de apatita, favorecendo o depósito de sílica hidratada em locais favoráveis e específicos.

Wandera et al.<sup>54</sup> (1996) avaliaram a liberação de flúor em água destilada e saliva artificial e as alterações no peso e volume de um CIV fotoativado (Photac-Fil), um CIV quimicamente ativado (Ketac-Fil) e um CIV reforçado por metal (Ketac-Silver). A liberação de flúor nas soluções foi medida inicialmente, às 24h e depois, semanalmente, de 1 a 9 semanas. Volumes e pesos foram registrados no início e no final do experimento. O CIV quimicamente ativado apresentou maior liberação de flúor que os demais em água destilada. Na saliva artificial tanto o CIV foto quanto o quimicamente ativado apresentaram maior liberação de flúor que o reforçado por metal. Em relação ao volume, o CIV foto apresentou os maiores valores em água destilada e saliva artificial, enquanto que o CIV quimicamente ativado e o reforçado

por metais, apresentaram aumento de volume apenas saliva artificial. O único material que demonstrou aumento significativo de peso foi o CIV reforçado por metais na saliva artificial. Os autores apontaram os melhores resultados para Ketac-Fil, o qual exibiu liberação de flúor significativamente maior em água destilada do que os outros materiais, e na saliva artificial, Ketac-Fil e Photac-Fil apresentaram liberação de flúor comparável. Os autores sugeriram ainda que as mudanças dimensionais, avaliadas por diferenças de volume e peso, também foram afetadas pelo meio de armazenamento.

Com o objetivo de avaliar alterações superficiais em CIVs convencional e modificado por resina, quando submetidos ao ensaio de escovação com dentífrico abrasivo, Momi et al.<sup>33</sup> 1997, mediram por meio de perfilômetro a perda vertical do material, analisaram as características da superfície por meio de imagens em MEV e avaliaram a dureza superficial. Com auxílio do MEV encontraram superfície mais rugosa para todos os CIVs após escovação. Com relação à resistência a abrasão e dureza superficial, após ensaio de escovação, o CIV modificado por resina apresentou valores inferiores comparado ao CIV convencionais.

Stoor et al.<sup>48</sup> (1998) avaliaram a ação do VB S53P4 sobre microrganismos supra e subgingival como *A. actinomycetemcomitans*, *Porphyromonas gingivalis*, *Actinomyces naeslundii*, *Streptococcus mutans* e *Streptococcus sanguis*. Cada microrganismo foi incubado em suspensão na presença do VB em forma de pó. *A. naeslundii* perdeu sua viabilidade dentro de 10 minutos sob as condições experimentais. *A. actinomycetemcomitans*, *P. gingivalis* e *S. mutans* perderam a sua viabilidade dentro de 60 min. Também para *S. sanguis*, uma perda significativa de viabilidade foi observada dentro de 60 minutos, mas foi o único microrganismo que apresentou células viáveis após 60 min. Assim, em soluções aquosas, o vidro bioativo S53P4 em pó parece ter um amplo efeito antimicrobiano sobre os microrganismos da placa supra e subgingival. Conseqüentemente, pode ser útil em associação a materiais odontológicos que podem ter efeitos benéficos sobre a saúde bucal, tanto do ponto de vista cariológico como periodontal.

Após imersão em água, a variação de peso de um CIV fotoativado, assim como outros materiais restauradores, foi avaliada por Iwami et al.<sup>23</sup> (1998). Os autores

observaram que a mudança de peso da resina Photac-Fil Aplicap foi maior, e houve diferenças significativas entre os materiais ( $p < 0,05$ ). A mudança de peso após 6 semanas de imersão em água foi observada na seguinte ordem decrescente: Ionômero Fuji Tipo II LC, Vitremer, Fuji Ionômero Tipo II, VariGlass VLC, Geristore V e Clearfil AP-X. Sugere-se que a quantidade de sorção de água dos CIV ativados pela luz é maior do que a das resinas compostas modificadas com poliácidos.

Xie et al.<sup>58</sup> (2000) estudaram propriedades mecânicas como a resistência à flexão, à compressão, à tração diametral, ao desgaste e dureza Knoop de um CIV modificados por resina e CIV convencionais. Os autores observaram que a relação entre composição, estrutura e propriedade mecânicas dos CIV apontaram que microestruturas mais integradas com melhor ligação entre matriz e partículas de vidro resultaram em valores mais altos de resistência à flexão, tração diametral e ao desgaste. Os CIV modificados por resina apresentaram valores maiores de resistência a flexão e a tração diametral, e os convencionais, valores mais altos de dureza e resistência ao desgaste. Observaram também que a resistência ao desgaste aumentou na presença de partículas de vidro maiores, já que as partículas de vidro menores foram relacionadas com menor porosidade microestrutural.

Rios et al.<sup>45</sup> (2002) avaliaram o desgaste e a rugosidade superficial de diferentes tipos de CIV antes e depois de ensaio de escovação. Observaram que os CIV restauradores como o Ketac Molar e o Vitremer apresentaram menor desgaste quando comparados aos CIV indicados para cimentação ou selamento, como o Fuji Plus ou o Vitremer diluído. Em relação a rugosidade superficial o mesmo foi encontrado, valores menores de rugosidade para o Ketac Molar e o Vitremer em comparação com Fuji Plus e Vitremer diluído. Os autores concluíram que as melhores propriedades foram representadas pelos CIV restauradores.

Botelho<sup>8</sup> (2003) realizou um estudo com o objetivo de investigar, ao longo do tempo, a eficácia antimicrobiana do cloridrato de clorexidina, cloreto de cetilpiridínio, cetemida e cloreto de benzalcônio a 0, 1, 2 e 4%, quando combinados a um CIV. Os espécimes antibacterianos de CIV foram colocados em placas de ágar inoculadas com uma das seis espécies bacterianas (*Streptococcus*, *Lactobacillus* e *Actinomyces*, duas a cada) e a área de inibição calculada após 24 h de incubação. Os espécimes do

grupo controle não produziram inibição bacteriana. Os grupos experimentais mostraram atividade antibacteriana significativa que diminuiu em taxas diferentes ao longo do período de teste. Na décima primeira semana de estudo, após o desgaste dos espécimes, pôde-se observar aumento da ação antibacteriana, semelhante aos níveis produzidos na primeira semana. O CIV acrescido de cloreto de cetilpiridínio mostrou o maior efeito inibitório ( $p < 0,005$ ) ao longo do período experimental para 4 de 6 bactérias. O autor concluiu que a adição de agentes antibacterianos ao CIV resulta em um material com ação antimicrobiana significativa quando estudados *in vitro* e que depende da concentração e do tipo de agente antibacteriano, observado principalmente pela liberação do mesmo a partir da camada superficial do espécime.

Yli-Urpo et al.<sup>63</sup> (2003) avaliaram os efeitos antimicrobianos dos CIVs, GC Fuji II e Fuji II LC, associados ao VB S53P4 (0%, 10% e 30%), sobre *Streptococcus mutans* e *Candida albicans* *in vitro*. Em teste de difusão em ágar, apenas os CIVs contendo 30% em peso de VB inibiram o crescimento de *S. mutans*. Quando os materiais foram testados em meio de cultura, não foram detectados efeitos inibitórios sobre *S. mutans*. Os únicos materiais que foram capazes de inibir a produção de ácido a partir de *S. mutans* foram os CIV sem VB. Além disso, eles também tiveram atividade antibacteriana contra *S. mutans* quando testados como pós. Poucos efeitos dos materiais testados foram encontrados em *C. albicans*. O único material com efeito antimicrobiano sobre *C. albicans* foi o VB isolado quando incubado numa suspensão. Os autores indicaram que ao associar VB ao CIV, a estrutura do material tornou-se mais frágil do que a estrutura sem VB. Neste estudo os melhores resultados foram encontrados nos CIV sem associação ou associado a 30% de exercendo um efeito antibacteriano sobre *S. mutans*.

Aliping-Mckenzie et al.<sup>1</sup>, (2003) avaliaram a influência da sorção de água na dureza superficial de materiais odontológicos (CIV, CIV modificado por resina e resina modificada por poliácidos), quando imersos em saliva natural, artificial ou água por até 1 ano. Foi observado para todos os materiais, quando armazenadas em saliva artificial, menor dureza superficial, enquanto que em água e salivas naturais não foi observada diferenças estatísticas. Em relação a sorção de água pelos materiais, não foram observadas alterações significativas. Os autores apontaram que o emprego

somente de água para o armazenamento de espécimes dos materiais estudados *in vitro* é aceitável.

Mitra et al.<sup>32</sup> (2003), avaliaram a resistência à compressão, tração diametral, resistência a flexão, desgaste, resistência à fratura, polimento e a morfologia da superfície de nanocompósitos a base NP ou aglomerados de NP, após a ensaio de escovação. Observaram que a resistência à compressão, à fratura e à tração diametral foram superiores em ambos nanocompósitos quando comparados a resinas comerciais. O mesmo resultado foi encontrado após desgaste por meio de simulação da mastigação. O polimento da superfície também foi melhorado quando o nanocompósito foi desenvolvido a base de NP. Os autores concluíram que a utilização dos nanocompósitos testados pode ser uma boa opção para o uso clínico em restaurações anteriores e posteriores.

Palmer et al.<sup>38</sup> (2004) observaram liberação de diacetato de CLX em concentrações que variaram de 0,5% a 13% quando associado a um CIV. A liberação de concentrações mais altas ocorreu até 20 dias após o início do experimento. Nas primeiras 22 h de estudo ocorreu liberação de toda CLX mensurável, sendo esta quantidade inferior a 10% da massa total incorporada aos espécimes. Concluíram que a maior parte da CLX adicionada ficou retida no espécime, que sofreu aumento no tempo de presa e diminuição da resistência à compressão.

A partir de um CIV convencional e CIV modificado por resina, contendo diferentes quantidades de VB, Yli-Urpo H et al.<sup>61</sup> (2004) examinaram a liberação de sílica (Si), cálcio (Ca), fósforo (P) e fluoreto (F), além da biomineralização *in vitro* da dentina. A liberação de Si aumentou com o aumento do tempo de imersão dos espécimes contendo VB, enquanto que a quantidade de Ca e P diminuiu, indicando bioatividade *in vitro* dos materiais. O CIV modificado por resina com 30% em peso de VB apresentou maior bioatividade, precipitação semelhante ao CaP na superfície das amostras e nos discos dentinários. Os autores concluíram que um material restaurador dentário composto por CIV e VB é bioativo e pode iniciar a biomineralização na superfície dentinária *in vitro*.

Em 2005, Yli-Urpo et al.<sup>62</sup>, teve como objetivo determinar a resistência à compressão, módulo de elasticidade Young e a dureza Vickers, de CIVs convencionais e de resina composta após a adição de partículas de VB. Os espécimes eram compostos da associação com 10 e 30% de VB e imersos em água por 1, 3, 7, 14, 30 e 180 dias antes dos testes mecânicos. Foi observada diminuição da resistência à compressão diretamente proporcional ao aumentado a concentração de VB. Durante a imersão, a resistência à compressão do CIV modificado com resina aumentou, mas permaneceu em nível inferior ao dos outros materiais. Os CIV convencionais tinham, em média, dureza Vickers de 55% superior à dos materiais modificados com resina. Foi realizada caracterização das amostras onde detectou-se mais Ca nos materiais contendo VB do que nos CIVs puros. A quantidade de F foi significativamente maior em todos os materiais modificados com resina, sendo o mais alto em CIV modificado com resina e VB a 30% após 180 dias de imersão. Os autores concluíram que a adição de VB ao CIV comprometeu as propriedades mecânicas dos materiais até certo ponto. Assim, seu uso clínico deve ser restrito a aplicações em que sua bioatividade pode ser benéfica, e onde a resistência à compressão não é extremamente necessária.

Keyf e Yalçın<sup>25</sup> (2005) realizam um estudo que mediu a variação de peso de sete diferentes materiais restauradores (resinas de diferentes tipos), um compômero de ionômero de poliácido e um CIV fotoativado, após armazenamento em curto (diariamente) e longo prazo (após seis semanas) em água. O aumento de peso mostrou-se diretamente proporcional ao tempo de armazenamento em água. A maior mudança de peso ocorreu no CIV (Ionoliner) seguido, em ordem decrescente, pelos materiais Dyract AP, Opticor Flow, Charisma, Solitare 2, Filtek Z250, Filtek P60, TPH Spectrum.

Takahashi et al.<sup>50</sup> (2006) avaliaram a resistência à compressão, tempo de presa, adesão à dentina e a atividade antibacteriana de um CIV modificado por diacetato de CLX e combinado com dihidrocloro de CLX, nas concentrações de 0, 1%, 2% e 3%. Observaram que todos os grupos estudados apresentaram halo de inibição significativa e que a concentração de CLX liberada não foi dose dependente. Valores superiores a 2% levaram a diminuição da resistência a compressão e prejudicaram a adesão à dentina. Como conclusão os autores apontam como a melhor

opção a adição de CLX a 1% porque de maneira geral, favoreceu as propriedades estudadas.

Prentice et al.<sup>43</sup> (2006) avaliaram os efeitos da adição de NP de fluoreto de ytterbium ( $\text{YbF}_3$ ) e sulfato de bário ( $\text{BaSO}_4$ ) a 1, 2, 5, 10, 15 e 25% sobre a força e reatividade de um CIV. Os autores observaram que os tempos de trabalho e de presa inicial foram reduzidos com a adição de NP de  $\text{YbF}_3$  e de NP de  $\text{BaSO}_4$  em baixas concentrações. A resistência à compressão diminuiu tanto com a adição de  $\text{YbF}_3$  como de  $\text{BaSO}_4$ . Os autores concluíram que as NP modificaram o tempo de presa, diminuindo a resistência e a dureza da superfície do CIV.

Um estudo realizado por da Silva e Zuanon<sup>46</sup> (2006) avaliaram a rugosidade superficial de quatro CIV quimicamente ativados (Fuji IX, Ketac Molar, Vidrion R e Vitromolar). As comparações duas a duas mostraram diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) entre todos os materiais, exceto Ketac Molar e Vidrion R, que apresentaram resultados estaticamente similares ( $p > 0,05$ ). Em relação a rugosidade superficial, os materiais foram apresentados em ordem crescente que segue Ketac Molar, Vidrion R, Fuji IX e Vitromolar. A partir dos CIV analisados, Fuji IX, Ketac Molar e Vidrion R apresentaram rugosidade superficial aceitável após a reação de presa, enquanto o Vitromolar mostrou uma rugosidade superficial significativamente maior.

Panigrahi et al.<sup>39</sup>, (2006) avaliaram a liberação de flúor de um CIV incorporado com HPa, após a recarga com dentifrícios com baixo teor de flúor. Foi adicionada HPa a 8% ao pó do CIV e preparados os espécimes que foram suspensos em água desionizada. A recarga de espécimes envelhecidos foi realizada com dentifrícios contendo 500 ppm de fluoreto, duas vezes por dia e a água foi reabastecida a cada 24 horas. A liberação de flúor foi analisada diariamente durante 7 dias e, semanalmente até 21 dias. Observou-se aumento significativo na liberação de flúor em ambos os materiais após o regime de recarga. Os autores relataram que a recarga e o relançamento de flúor no meio não são afetados pela adição da hidroxiapatita ao material e, portanto, pode ser utilizado na tentativa de melhorar suas propriedades mecânicas.

Turkun et al.<sup>52</sup> (2008) associaram gluconato diacetato de CLX a um CIV nas concentrações de 0,5%, 1,25%, 2,5% e avaliaram propriedades físicas, mecânicas e antibacterianas. Observaram que o maior efeito antibacteriano foi apresentado pelo grupo modificado com diacetato de CLX a 2,5%, sendo este efeito efetivo até 90 dias para *Streptococcus mutans* e de até 60 dias para *Lactobacillus acidophilus*. Embora esta associação tenha demonstrado melhora no efeito antibacteriano, levou a diminuição da resistência à compressão. Os autores indicaram a concentração de 1,25% de diacetato de CLX a mais apropriada para associação com o CIV, pois aumentou o efeito antibacteriano do material sem prejudicar suas propriedades físicas e mecânicas estudadas.

Após associação de NP de fluorapatita a um CIV convencional, Moshaverinia et al.<sup>34</sup> (2008) observaram, que tanto após 24h como uma semana, houve aumento da dureza para o grupo associado à NP. A liberação de flúor foi avaliada por 28 dias e não demonstrou diferença estatística entre os grupos teste e controle. A atividade metabólica bacteriana não apresentou redução no grupo teste e a associação entre os materiais mostrou ser biocompatível.

O objetivo de Thomassewski et al.<sup>51</sup> (2009) foi avaliar a perda de massa dos CIVs Vitro Fil LC (CIV modificado por resina), Fuji IX (CIV de alta viscosidade), Vitro Molar (CIV de alta viscosidade), Maxxion R (CIV convencional) e controle (resina composta - Filtek Z100) após ensaio de escovação. Os resultados mostraram diferenças estatísticas entre os valores iniciais e finais da perda de massa em todos os materiais. A perda de massa, em ordem decrescente, foi: Vitro Fil LC, Maxxion R, Vitro Molar, Filtek Z100 e Fuji IX. Desgaste semelhante foi observado quando se comparou a resina composta com o CIV de alta viscosidade, sendo o último considerados adequado para o TRA.

Hu et al.<sup>21</sup> (2009) avaliaram o efeito e o mecanismo antibacteriano do VB 45S5 sobre *S. aureus*, *S. epidermidis* e *E. coli* e seu mecanismo, uma vez que estudos anteriores mostraram que os VB possuíam efeito antibacteriano sobre bactérias comuns devido ao aumento de pH causado pela dissolução dos mesmos. Os autores observaram que o VB 45S5 exibiu forte efeito antibacteriano contra as bactérias estudadas, e que a sensibilidade das gram-negativas era diferente das gram-positivas.

Além disso, notaram adesão bacteriana dose-dependente em partículas do VB e a formação de detritos semelhantes a agulhas, o que resultou no dano das paredes celulares e inativação de bactérias. Os autores concluíram que o alto pH e os detritos de VB na superfície das bactérias podem ser os possíveis mecanismos do efeito antibacteriano dessas partículas.

Bonifácio et al.<sup>7</sup> (2009) avaliaram a resistência ao desgaste, dureza Knoop, resistência a flexão e a compressão dos CIVs Riva Self Cure (RVA), Fuji IX (FIX), Hi Dense (HD), Vitro Molar (VM), Maxxion R (MXR) e Ketac Molar Easymix (KME). Para o desgaste avaliaram os espécimes após 1, 4, 63 e 365 dias. O tipo de cimento e tempo tiveram efeito significativo no desgaste. Em termos de desgaste inicial, Kh, KME e FIX apresentaram o melhor desempenho. No desgaste em longo prazo, Fs e Cs, KME, FIX e HD apresentaram o melhor desempenho. Como conclusão os autores apontaram que o KME e o FIX apresentaram o melhor desempenho in vitro.

O poder de remineralização em dentina e dureza Vickers de dois CIVs (convencional e modificado por resina) modificados por VB foram avaliados por Prabhakar et al.<sup>42</sup> (2010). O CIV modificado com resina contendo VB mostrou uma camada mais uniforme e espessa de remineralização na interface restauração-dentina. O CIV convencional apresentou maior dureza superficial do que os materiais modificados com resina e com VB. Os autores concluíram que a adição de VB ao CIV compromete a dureza superficial do CIV, devendo esta associação ser utilizada apenas em casos em que houver necessidade de remineralização.

Elsaka et al.<sup>13</sup> (2011) avaliaram a resistência à compressão, à fratura, à flexão, a microdureza superficial, o tempo de presa, a liberação de flúor e a atividade antibacteriana de um CIV modificado por NP de dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) a 3%, 5% e 7%. Efeito antibacteriano eficaz foi observado em todas as concentrações das NP associadas ao CIV. No entanto, nas concentrações de 5% e 7% as propriedades físicas apresentaram prejuízos. Os autores apontam que o CIV contendo 3% de  $\text{NPTiO}_2$  mostrou ser um material restaurador promissor, com melhoras em suas propriedades mecânicas e antibacterianas e eficaz para restaurações em regiões de maior estresse, como classes I e II.

Para estudar a importância da nanotecnologia nas potenciais aplicações terapêuticas e preventivas da administração de materiais associados a nanotecnologia em doenças infecciosas, Blecher et al.<sup>6</sup> (2011) realizaram revisão de literatura sobre a produção e aplicação de materiais na faixa de nanoescala (1-100nm) na área da saúde. Os autores apontaram que os nanomateriais fornecem benefícios adicionais devido ao seu tamanho reduzido, o qual os conferem maior capacidade de ultrapassar a maioria das barreiras fisiológicas para atingir seus objetivos. A relação área-volume superficial, também permitem aumentar o potencial de interação com membranas patogênicas e paredes celulares.

Ao adicionarem HAp a 8% com diferentes características e tamanhos a um CIV convencional, Arita et al.<sup>2</sup> (2011), investigaram as alterações nas propriedades mecânicas e químicas do material. Os autores observaram que a adição de partículas de HAp possuem propriedades altamente reativas e podem aumentar a resistência à flexão e melhorar as propriedades de liberação de íons fluoretos do CIV restaurador convencional. Os autores concluíram que o HAp funciona como um componente adsorvente e permutável por íons, resultando em melhores propriedades mecânicas e químicas do CIV.

Em revisão de literatura realizada em 2012, Hajipour et al.<sup>16</sup> buscaram esclarecer as propriedades antibacterianas das NP. Encontraram que a dependência dessa atividade se dá pelas propriedades físico-químicas das NP e o tipo de bactéria alvo. Relataram também que existem boas correlações dessa atividade, como por exemplo NP e biofilme, mas ainda são necessários muitos estudos para generalizar essa ação, uma vez que se usa muito o que já está disponível e não existem experiências com segmentação das NP e atuação em bactérias específicas. Os autores apontaram também problemas nas caracterizações das NPs, que quando feitas de maneira não adequada afetam suas propriedades físico-químicas.

Um estudo de Bala et al.<sup>4</sup> (2012) avaliaram a rugosidade superficial e dureza Vickers de diferentes tipos de CIV (nanoparticulado, modificado por resina, convencionais e reforçado por metal). Os corpos de prova foram armazenados por 24h em água destilada, e logo após os testes foram realizados antes e após polimento com discos de óxido de alumínio em diferentes granulações. Os autores observaram

menor rugosidade para todos os grupos experimentais após o polimento, sendo que o grupo do CIV nanoparticulado apresentou melhor acabamento superficial. E em relação a dureza o grupo que apresentou melhores resultados foi o reforçado por metal. Com esse estudo os autores concluíram que diferentes composições do CIV afetam diretamente a rugosidade superficial e a dureza.

Carvalho et al.<sup>10</sup> (2012) avaliaram a rugosidade superficial dos CIV nanoparticulados, convencional, modificado por resina e resina composta nanoparticulada após diferentes ciclos de pH e ensaio de escovação. Os ciclos, que ocorreram durante 10 dias, consistiram em imersão em solução de desmineralização durante seis horas (pH 4,3) e após armazenamento em solução de remineralização durante 18 horas (pH 7,0), seguidos de avaliação de rugosidade, ensaio de escovação e nova avaliação da rugosidade. Após ensaio de escovação, o CIV convencional, modificado por resina e nanoparticulado apresentaram valores de rugosidade maior quando comparados com a resina composta. O CIV nanoparticulado, foi considerado um material intermediário quando comparado aos demais.

Oliveira et al.<sup>37</sup> (2013) avaliaram a rugosidade superficial e dureza Vickers de dois CIV após ensaio de escovação. Os autores não encontrando diferença estatística significativa entre os materiais, sendo que, após o ensaio de escovação houve aumento da rugosidade superficial e um aumento da dureza também.

Com o objetivo de criar um CIV com efeito antimicrobiano duradouro sem prejudicar suas propriedades, Hook et. al.<sup>20</sup> (2014), adicionaram ao mesmo NP de hexametáfosfato de clorexidina, nas concentrações de 1, 2, 5, 10 e 20%. Avaliaram a liberação de clorexidina, após 1h, 8h, e 8, 15, e 33 dias quando encontraram aumento considerável de liberação de clorexidina com o passar dos tempos, sem prejuízo para as outras propriedades do material. Os autores não encontraram diferença estatística entre os grupos não modificado e modificado por 1% e 2% de NP de hexametáfosfato de clorexidina. Com relação a liberação do flúor, foi observado que não houve prejuízo a liberação. Os autores concluíram que esse material pode ser aplicado no desenvolvimento de uma nova geração de nanomateriais dentários antimicrobianos.

Bakry et al.<sup>3</sup> (2014) compararam o efeito de uma pasta composta de VB 45S5 com a aplicação de flúor tópico por 5 min e 24h sobre discos de esmalte que foram submetidos a um processo de erosão. Foi avaliada principalmente a mudança química na superfície do esmalte erodido. Os espécimes foram divididos em quatro grupos: o grupo de pasta de VB 45S5, grupo de gel de fluoreto (aplicação de 5 min), grupo de gel de fluoreto (aplicação de 24h) e grupo controle. Após erosão da porção superior do esmalte da coroa dental, os autores, utilizando MEV e EDX observaram que o uso de pasta de VB 45S5 melhorou significativamente a sub-superfície do esmalte erodido quando comparado com espécimes dos grupos que utilizaram flúor tópico e grupo controle. Concluíram que a pasta de VB 45S5 é um potente agente remineralizador de lesões de esmalte sub-superficiais resultantes de desafios erosivos, levando também a melhora da microdureza da sub-superfície do esmalte erodido.

Lazaridou et al.<sup>29</sup> (2015) avaliaram a resistência ao desgaste de diferentes materiais, como amálgama, CIV convencional, CIV modificados por resina e compômeros após simulação de mastigação. Observaram que o amálgama apresentou maior resistência ao desgaste, seguido pelos compômeros e CIV. Entre os CIV, aqueles modificados por resina apresentaram menor resistência ao desgaste. Assim, os autores concluíram que os compômeros e alguns CIV que apresentam resistência moderada ao desgaste podem ser indicados para restaurações oclusais em dentições decíduas.

Garcia-Contreras et al.<sup>14</sup> (2015) investigaram as propriedades físicas e antibacterianas de um CIV modificado com 3 e 5% de NP de TiO<sub>2</sub>. Observaram aumento significativo na microdureza, resistência à flexão e na resistência à compressão, sem diferença estatisticamente significativa para a resistência ao cisalhamento. A atividade antibacteriana foi avaliada em relação ao *Streptococcus mutans*, quando encontraram maior atividade quando da associação tanto de 3 quanto de 5% de NP de TiO<sub>2</sub>. Os autores concluíram que esta associação representa grande potencial, uma vez que resultou em melhora na atividade antibacteriana e maior resistência às forças mastigatórias.

Após associar um CIV modificado por resina à um VB em concentrações de 3, 5, 10, 15 e 20%, Valanezhad et al.<sup>53</sup> (2016), avaliaram a resistência a flexão, após

imersão dos corpos de prova em solução tampão de fosfato durante 28 dias. Os CIV modificados por 3, 5 e 10% de VB apresentaram melhora na resistência a flexão quando comparado com o grupo controle, e com os grupos modificados por 15 e 20% de VB. Este estudo também indicou maior viabilidade celular e melhor morfologia celular dos grupos modificados por VB.

Moshaverinia et al.<sup>35</sup> (2016) avaliaram os efeitos da adição de NP de fluorapatita na microdureza e liberação de flúor de um CIV, após 24h e uma semana de experimento. Os achados indicaram maiores valores de microdureza para o CIV modificado por NP em ambos os tempos experimentais. Foi realizado também o teste de XTT onde não foram encontradas diferenças para a inibição da proliferação celular e atividade metabólica dos diferentes grupos. Em relação a liberação de flúor também não foram encontradas diferenças significativas. Os autores concluíram que o CIV acrescido de NP é biocompatível e apresentou dureza superficial melhorada.

Caluwé et al.<sup>9</sup> (2017) avaliaram as propriedades físico-químicas e a biocompatibilidade de um CIV associado aos VB 45S5F e CF9. Avaliaram também a adição de  $Al_3^+$  à composição do VB e o uso de partículas menores na composição dos mesmos. Observaram que a adição de VB melhorou a bioatividade do CIV, observada pela formação de uma camada de apatita, especialmente no CIV contendo o VB CF9. Notaram também que esta melhora na bioatividade foi diretamente proporcional a maior quantidade de VB, porém diminui a resistência a compressão. A adição de  $Al_3^+$  à composição VB melhorou a resistência a compressão, mas diminui a bioatividade. E VB com tamanhos de partículas menores não têm efeito na bioatividade e diminuem a resistência a compressão. Como conclusão os autores apontam que os CIV modificados com VB podem ter várias vantagens em relação aos convencionais, como remineralização do tecido desmineralizado, adesão e proliferação de células ósseas e dentárias, permitindo a integração no tecido circundante. A combinações do VB CF9 contendo máximo de 10% de  $Al_3^+$  são mais promissoras quando acrescentadas ao CIV.

A partir da análise da perda de massa após ensaio de escovação, Souza et al.<sup>47</sup> (2017) avaliaram a resistência ao desgaste de CIV convencional, modificado por resina e encapsulados. Os resultados apontaram que todas os espécimes sofreram perda de massa estatisticamente significativa, sendo a maior perda observada nos

CIV modificado por resina, seguidos pelo convencional e o encapsulado. Os autores concluíram que melhor resistência ao desgaste se consegue ao utilizar o sistema pó/líquido.

Cibim et al.<sup>11</sup> (2017) avaliaram um CIV modificado por NP de TiO<sub>2</sub> (concentração de 3, 5 e 7%), quanto a sua rugosidade superficial, microdureza, liberação de flúor, citotoxicidade, morfologia celular e composição de matriz extracelular. Em todas as concentrações de NP, nenhum efeito significativo foi encontrado em relação a rugosidade superficial. Apenas o CIV modificado por 7% de NP apresentou valores diminuídos de microdureza, enquanto os outros grupos apresentaram aumento. A liberação de flúor foi prolongada quando foram adicionados 5 e 7% de NP. A morfologia, proliferação celular e a composição da matriz foram melhoradas quando da associação a 5% de NP. Os autores concluíram que NP adicionadas ao CIV afetaram a composição de matriz extracelular, e apontaram como um fator importante para aumentar a microdureza e a liberação de flúor, sugerindo o seu uso para restaurações em regiões de alto estresse.

## 4 MATERIAL E MÉTODO

### 4.1 Delineamento Amostral

Trata-se de um estudo experimental do tipo laboratorial.

Variáveis dependentes: - Rugosidade superficial  
- Dureza Vickers  
- Variação de massa  
- Escovação  
- Tempo

Variáveis independentes: - CIV  
- VB 45S5 (10%)  
- NHPa (5%)

A hipótese nula a ser testada é que não existe diferenças estatisticamente significativas na rugosidade superficial, dureza Vickers e variação de massa do CIV associado às NHPa e aos VB, antes e após o teste de escovação em diferentes tempos de armazenamento.

### 4.2 Confeção dos Corpos de Prova

Os corpos de provas foram confeccionados com o CIV Ketac Molar EasyMix (3M ESPE, Campinas-SP, Brasil), e divididos em 3 grupos experimentais, com 50 espécimes em cada um, analisados posteriormente em diferentes tempos de armazenamento (Figura 1).

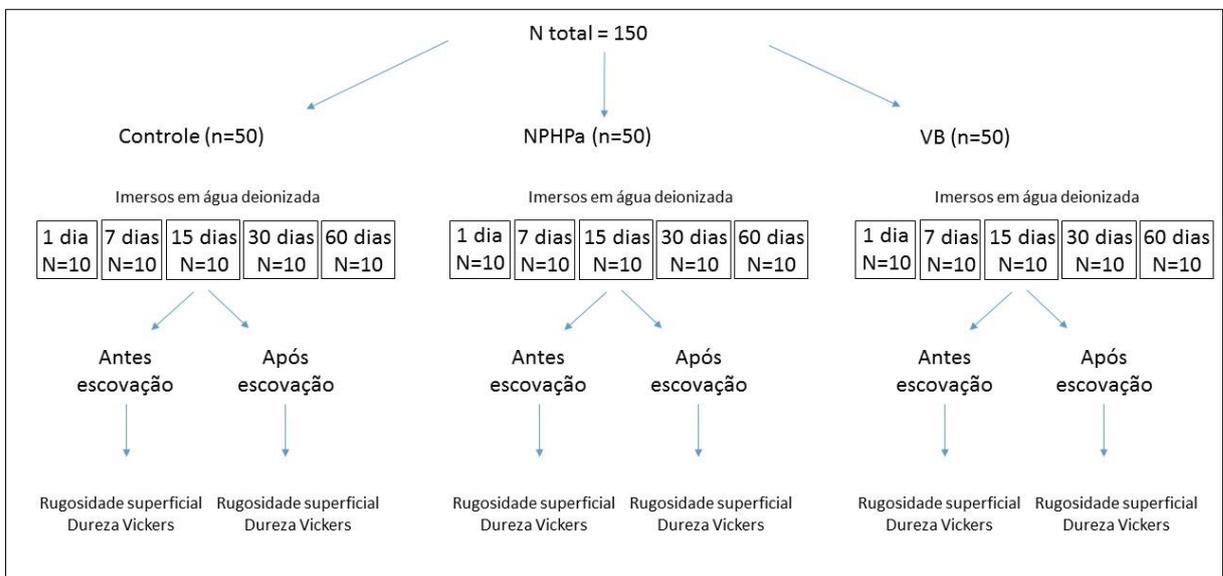
Foram utilizados o VB 45S5 (Confeccionadas na Universidade Federal de São Carlos – UFSCAr, Departamento de Engenharia de Materiais, Laboratório de Materiais Vitreos) a 10%<sup>62,63</sup> e a NHPa a 5%<sup>34</sup> (SIGMA-ALDRICH; ref.: 677418 – 10g; lote: MKBW9108V), os quais foram adicionados ao CIV após cálculo da porcentagem em peso. Com auxílio de espátula plástica e bloco de espatulação, tanto o VB como as NP foram misturadas ao pó do CIV com movimentos em todas as direções durante 3 minutos. Uma porção desta mistura foi manipulada com uma gota de líquido do CIV,

a qual foi dispensada sobre o bloco de espatulação com o frasco posicionado verticalmente. Tanto a proporção quanto a manipulação do material foram realizadas de acordo com as instruções do fabricante em temperatura ambiente.

Com auxílio de seringa Centrix (DFL e Comércio S.A. Rio de Janeiro, RJ, Brasil), o CIV associado à NP ou ao VB foi inserido em matrizes de 3 mm de altura por 6 mm de diâmetro, e sobre as mesmas foi acomodada tira de poliéster, lâmina de vidro de 1 mm de espessura e peso de 100 g, por período de 30 s, para planificação e eliminação dos excessos de material. Para completa reação de presa do material, foram aguardados 5 minutos, os espécimes foram armazenados em recipiente apropriado com umidade relativa do ar de aproximadamente 100%, a 37°C por 24 horas.

Logo após, os espécimes foram submetidos aos testes de variação de massa, dureza Vickers e rugosidade superficial, antes e após ensaio de escovação por diferentes períodos de tempo (Figura 1). Foi também realizada a análise em perfilômetro (FormTracer – modelo SV – C525).

Figura 1 - Organograma dos grupos controle e experimentais, materiais, períodos experimentais e testes laboratoriais.



Fonte: Elaboração própria

### **4.3 Variação de Massa**

Após as primeiras 24 horas da confecção dos espécimes, estes foram pesados diariamente por meio de balança analítica (Gehaka Ltda- modelo BG 440), uma vez ao dia, até a estabilização de sua massa inicial, quando foi obtido o valor MI. Após a realização da escovação dos espécimes, nova sequência de pesagem foi realizada, da forma descrita acima, para a determinação da massa final (MF). Durante todos os tempos experimentais os espécimes foram mantidos imersos individualmente em 20ml de água deionizada por 1, 7, 15, 30 e 60 dias, em temperatura ambiente.

### **4.4 Rugosidade Superficial**

Foi realizada a leitura da rugosidade superficial dos espécimes, sendo os valores (Ra) obtidos por meio de média aritmética entre os picos e vales registrados pelo rugosímetro (Surfcorder SE 1700 ; Kosaka Laboratório Ltd, Kosaka, Japão). Foi utilizado um *cut-off* de 0,25 mm, necessário para maximizar a filtragem da ondulação superficial. Em cada superfície, foram efetuadas três leituras em diferentes posições, sendo estas iniciadas 2 mm aquém da borda do espécimes, passando sempre pelo seu centro<sup>46</sup>.

### **4.5 Dureza Vickers**

A leitura da dureza Vickers foi realizada por um único operador em microdurômetro digital (Micromet 2100 - Buehler Ltda., Lake Bluff, Illinois, EUA), aplicando-se carga de 50 kgf durante 30 segundos sobre a superfície dos espécimes<sup>56</sup>. Em cada espécime foram realizadas seis endentações, em pontos equidistantes. Os resultados foram inicialmente expressos em micrometros ( $\mu\text{m}$ ) e transformados em valores de dureza Vickers (VHN) diretamente pela máquina de teste.

### **4.6 Ensaio de Escovação**

O ensaio de escovação foi realizado em máquina de simulação de escovação (MEV-2T – Odeme Dental Research) com sistema propulsor o qual emite, para cada

escova dental um curso linear de 60 mm de extensão em 2 segundos. Os espécimes foram acomodados em matrizes confeccionadas com silicona de condensação (Zetaplus – Zhermack) com sua superfície exposta 1 mm além da matriz (Figura 2), e então, encaixados dentro de cubas plásticas fixadas na máquina de escovação (Figura 3).



Figura 2. Espécimes acomodados em matriz de silicona com 1mm de exposição.



Figura 3. Cubas plásticas com as matrizes acomodadas, encaixadas na máquina de escovação.

Foram utilizadas escovas dentais com cerdas macias (Escova Dental PowerDent Classic Power, PowerDent). As cabeças das escovas foram removidas dos cabos com auxílio de pontas maxicut (Labordental Ltda. Ref.: 1509) acopladas a peça de mão em baixa rotação e fixadas com resina acrílica nos dispositivos porta escovas, de modo a ficarem com o longo eixo das cerdas perpendicular às superfícies dos espécimes. Em seguida, 6g de dentífrício “Creme Dental Colgate Máxima

Proteção Anticáries” (Colgate, 90 gramas com 1450ppm de flúor – Colgate-Palmolive Industrial LTDA.), foi pesado em balança analítica, misturado a 6ml de água<sup>11</sup> e a mistura foi vertida nas cubas plásticas da máquina de escovação. Somente um lado do espécime foi submetido a 30.000 ciclos de movimentos lineares de escovação, simulando período de 3 anos de escovação<sup>15</sup>. As escovas e a mistura de dentífrício e água foram substituídas a cada troca de espécime. Após completar o ciclo de escovação, os espécimes foram lavados com água deionizada e conservados a temperatura ambiente de aproximadamente 100% até, novamente realizar-se os testes propostos.

#### **4.7 Análise do Perfil dos Materiais**

Uma área superficial de 2 mm<sup>2</sup> dos espécimes (n=5) foram analisadas em perfilômetro (FormTracer – modelo SV – C525) a fim de ilustrar o perfil da superfície dos materiais. As imagens foram obtidas no início do experimento, antes e após a escovação para cada teste proposto nos diferentes tempos experimentais.

#### **4.8 Análise Estatística**

Os dados obtidos foram analisados estatisticamente, utilizando o pacote estatístico SPSS 22.0 (SPSS In, Chicago, IL, EUA), quanto à normalidade através do teste de Kolmogorov-Smirnov onde foi observado uma distribuição não normal. Para a análise da Rugosidade superficial e Dureza Vickers comparando valores antes e após a escovação para cada intervalo de tempo, em cada grupo experimental, foi realizado o teste não-paramétrico de Wilcoxon. E para a análise da Rugosidade superficial e Dureza Vickers ao longo do tempo, divididos antes e após o ensaio de escovação, em cada grupo experimental e também para comparação entre os grupos nos variados tempos foi realizado o teste não-paramétricos de Kruskal Wallis seguido pelo teste de Dunn. Para a análise da Variação de massa ao longo do tempo foi realizado também o teste não-paramétrico de Kruskal Wallis seguido pelo teste de Dunn utilizando a média da subtração da massa inicial dos corpos de prova, pesados antes da imersão, e a massa final de cada corpo de prova após a realização dos testes. Todos foram realizados com um nível de significância de 5%.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Variação de Massa

A variação de massa mostrou diferença estatisticamente significativa quando considerado cada grupo experimental separadamente (Tabela 1). Nos grupos Controle e VB, perda de massa significativa foi observada no primeiro dia de experimento e para o grupo da NPHPa, até o sétimo dia.

Tabela 1 - Variação de Massa (g) ao longo do tempo (dias) – Média da massa perdida após a escovação (Desvio padrão).

	1 dia	7 dias	15 dias	30 dias	60 dias	
Controle	0,00445 <sup>a,AB</sup> (0,000617)	0,00064 <sup>b</sup> (0,001267)	0,00008 <sup>b</sup> (0,000355)	-0,00003 <sup>b, A</sup> (0,000418)	-0,00010 <sup>b,A</sup> (0,000533)	<b>p = 0,000*</b>
NPHPa	0,00348 <sup>a,A</sup> (0,003099)	0,00055 <sup>a</sup> (0,001742)	-0,00054 <sup>ab</sup> (0,000628)	-0,00358 <sup>ab,A</sup> (0,013017)	-0,00205 <sup>b,B</sup> (0,000682)	<b>p = 0,000*</b>
VB	0,00524 <sup>a,B</sup> (0,000981)	0,00110 <sup>ab</sup> (0,004984)	-0,00051 <sup>b</sup> (0,008022)	0,00200 <sup>ab,B</sup> (0,001679)	0,00009 <sup>b,A</sup> (0,000796)	<b>p = 0,000*</b>
	<b>p = 0,016*</b>	p = 0,067	p = 0,054	<b>p = 0,000*</b>	<b>p = 0,000*</b>	

Nota: Médias nas colunas acompanhadas de letras iguais maiúsculas e nas linhas acompanhadas por letras iguais minúsculas não apresentam diferença significativa pelo teste Kruskal Wallis ( $p > 0,05$ ), pós teste de Dunn ( $p > 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria

Ainda na Tabela 1 observa-se que houve diferença estatística entre os grupos nos tempos de 1, 30 e 60 dias. No primeiro dia, esta diferença foi representativa entre os grupos NPHPa e VB, com maior perda de massa para o último. No tempo de 30 dias o grupo VB mostrou-se com maior perda de massa estatisticamente significativa comparada aos demais grupos. E no tempo de 60 o grupo NPHPa apresentou maior massa, sendo estatisticamente diferente dos grupos Controle e VB.

## 5.2 Rugosidade Superficial

A rugosidade superficial, antes e após o ensaio de escovação, para cada intervalo de tempo mostrou diferença estatisticamente significativa para o tempo de 30 dias, quando os grupos Controle e NPHPa apresentaram o menor valor de rugosidade após o ensaio de escovação (Tabela 2).

Tabela 2 - Rugosidade superficial (Ra) antes e após o ensaio de escovação para cada intervalo de tempo (dias), para cada grupo experimental – Média (Desvio padrão). AE- Antes da escovação. DE-Depois da escovação.

	1 dia		7 dias		15 dias		30 dias		60 dias	
	AE	DE	AE	DE	AE	DE	AE	DE	AE	DE
Controle	0.49	0.39	0.51	0.46	0.58	0.54	0.77	0.62	0.82	0.99
	(0.38)	(0.29)	(0.29)	(0.23)	(0.28)	(0.26)	(0.30)	(0.20)	(0.40)	(0.41)
	p=0.285		p=0.508		p=0.508		<b>p=0.011*</b>		p=0.221	
NPHPa	1.95	1.75	1.97	1.46	1.26	1.09	1.65	1.23	0.98	1.17
	(1.36)	(1.21)	(0.92)	(0.92)	(1.10)	(0.82)	(1.48)	(1.06)	(0.99)	(0.98)
	p=0.333		p=0.059		p=0.241		<b>p=0.037*</b>		p=0.508	
VB	2.37	1.82	2.67	2.57	1.29	1.00	1.38	1.40	1.41	1.85
	(1.29)	(0.59)	(1.76)	(1.87)	(0.85)	(0.80)	(0.96)	(0.88)	(1.28)	(1.83)
	p=0.139		p=0.959		p=0.203		p=0.799		p=0.575	

Nota: Médias com diferença estatisticamente significativa pelo teste de Wilcoxon ( $p < 0,05$ ). \*

Fonte: Elaboração própria

Ao comparar a rugosidade superficial ao longo dos tempos em um mesmo grupo experimental, observa-se diferença estatisticamente significativa apenas depois da escovação no grupo Controle, sendo os tempos 1/7 dias diferentes de 60 dias, quando observou-se maior valor para o último.

Tabela 3 - Rugosidade Superficial (Ra) ao longo do tempo (dias), antes e após ensaio de escovação, para cada grupo experimental – média (desvio padrão).

	1 dia	7 dias	15 dias	30 dias	60 dias	
Antes da Escovação						
Controle	0.49 <sup>A</sup> (0.38)	0.51 <sup>A</sup> (0.29)	0.58 (0.28)	0.77 (0.30)	0.82 (0.40)	p=0.099
NPHPa	1.95 <sup>AB</sup> (1.36)	1.97 <sup>B</sup> (0.92)	1.26 (1.10)	1.65 (1.48)	0.98 (0.99)	p=0.440
VB	2.37 <sup>B</sup> (1.29)	2.67 <sup>B</sup> (1.76)	1.29 (0.85)	1.38 (0.96)	1.41 (1.28)	p=0.187
	<b>p=0.006*</b>	<b>p=0.004*</b>	p=0.114	p=0.632	p=0.525	
Depois da Escovação						
Controle	0.39 <sup>a,A</sup> (0.29)	0.46 <sup>a,A</sup> (0.23)	0.54 <sup>ab</sup> (0.26)	0.62 <sup>ab</sup> (0.20)	0.99 <sup>b</sup> (0.41)	<b>p=0.006*</b>
NPHPa	1.75 <sup>B</sup> (1.21)	1.46 <sup>AB</sup> (0.92)	1.09 (0.82)	1.23 (1.06)	1.17 (0.98)	p=0.731
VB	1.82 <sup>B</sup> (0.59)	2.57 <sup>B</sup> (1.87)	1.00 (0.80)	1.40 (0.88)	1.85 (1.83)	p=0.073
	<b>p=0.003*</b>	<b>p=0.003*</b>	p=0.238	p=0.109	p=0.506	

Nota: Médias nas colunas acompanhadas de letras iguais maiúsculas e nas linhas acompanhadas por letras iguais minúsculas não apresentam diferença significativa pelo teste Kruskal Wallis ( $p > 0,05$ ), pós teste de Dunn ( $p > 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria

Observou-se também que ao longo do tempo, quando se considera os valores entre os grupos experimentais antes da escovação, houve diferença estatisticamente significativa nos tempos de 1 e 7 dias. Com um dia maior valor de rugosidade foi apresentado pelo grupo VB. Aos 7 dias tanto o grupo NPHPa como VB apresentaram maiores valores de rugosidade superficial. Depois do ensaio de escovação os dias 1 e 7 também foram os que apresentaram diferença estatística, sendo que no primeiro o grupo Controle teve menor rugosidade superficial e no sétimo o grupo Controle apresentou menor rugosidade quando comparado com o grupo VB (Tabela 3).

### 5.3 Dureza Vickers

Tabela 4 - Dureza Vickers (Mpa) antes e após a escovação para cada intervalo de tempo (dias), para cada agrupo experimental – Média (desvio padrão). AE- Antes da escovação. DE- Depois da escovação.

	1 dia		7 dias		15 dias		30 dias	
	AE	DE	AE	DE	AE	DE	AE	DE
<i>Controle</i>	36.70	48.85	43.94	50.44	42.21	40.28	34.70	50.96
	(7.00)	(7.62)	(6.26)	(10.22)	(8.04)	(9.54)	(5.72)	(12.98)
	<b>p=0.007*</b>		<b>p=0.047*</b>		p=0.241		<b>p=0.008*</b>	
<i>NPHPa</i>	83.92	51.97	70.99	52.58	70.40	56.08	53.52	41.19
	(36.90)	(22.34)	(31.45)	(17.69)	(26.62)	(24.54)	(30.52)	(11.04)
	p=0.074		<b>p=0.009*</b>		p=0.093		p=0.386	
<i>VB</i>	66.86	80.99	53.63	57.09	39.27	49.46	31.43	37.15
	(23.68)	(37.97)	(18.22)	(22.70)	(14.80)	(15.40)	(12.57)	(9.85)
	p=0.575		p=0.799		p=0.241		p=0.169	

Nota: Médias com diferença estatisticamente significativa pelo teste de Wilcoxon ( $p < 0,05$ ). \*

Fonte: Elaboração própria

Observou-se que o grupo Controle apresentou aumento da dureza Vickers estatisticamente significativa para os tempos de 1, 7 e 30 dias, após o ensaio de escovação. Para o grupo NPHPa houve diminuição da dureza superficial estatisticamente significativa apenas para o tempo de 7 dias, após o ensaio de escovação. Para o grupo VB não foram encontradas diferenças significativas (Tabela 4).

Tabela 5 - Análise da Dureza Vickers ao longo do tempo, divididos antes e após a escovação, em cada grupo estudado – Médias em Mpa (desvio padrão)

	1 dia	7 dias	15 dias	30 dias	
	Antes da Escovação				
Controle	36.70 <sup>ab,A</sup> (7.00)	43.94 <sup>a</sup> (6.26)	42.21 <sup>ab,AB</sup> (8.04)	34.70 <sup>b,AB</sup> (5.72)	<b>p=0.010*</b>
NPHPa	83.92 <sup>B</sup> (36.90)	70.99 (31.45)	70.40 <sup>A</sup> (26.62)	53.52 <sup>A</sup> (30.52)	p=0.173
VB	66.86 <sup>a,AB</sup> (23.68)	53.63 <sup>ab</sup> (18.22)	39.27 <sup>ab,B</sup> (14.80)	31.43 <sup>b,B</sup> (12.57)	<b>p=0.002*</b>
	<b>p=0.004*</b>	p=0.051	<b>p=0.006*</b>	<b>p=0.048*</b>	
	Depois da Escovação				
Controle	48.85 (7.62)	50.44 (10.22)	40.28 (9.54)	50.96 <sup>A</sup> (12.98)	p=0.138
NPHPa	51.97 (22.34)	52.58 (17.69)	56.08 (24.54)	41.19 <sup>AB</sup> (11.04)	p=0.249
VB	80.99 <sup>a</sup> (37.97)	57.09 <sup>ab</sup> (22.70)	49.46 <sup>ab</sup> (15.40)	37.15 <sup>b,B</sup> (9.85)	<b>p=0.009*</b>
	p=0.076	p=0.802	p=0.179	<b>p=0.031*</b>	

Nota: Médias nas colunas acompanhadas de letras iguais maiúsculas e nas linhas acompanhadas por letras iguais minúsculas não apresentam diferença significativa pelo teste Kruskal Wallis ( $p > 0,05$ ), pós teste de Dunn ( $p > 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria

Ao comparar a Dureza Vickers ao longo dos tempos em um mesmo grupo (Tabela 5), observou-se que no grupo Controle houve diferença apenas entre os tempos de 7 e 30 dias, com maior valor para o tempo de 7 dias, antes da escovação. Para o grupo VB houve diferença somente entre 1 e 30 dias, com o maior valor de Dureza Vickers para o primeiro, tanto antes como depois da escovação (Tabela 5).

Ao comparar a Dureza Vickers ao longo do tempo entre os diferentes grupos experimentais, antes da escovação, observou-se diferença estatística no tempo de 1 dia entre Controle e NPHPa e nos tempos de 15 e 30 dias entre os grupos NPHPa e

VB, com maiores valores para o grupo do NPHAp. Depois da escovação apenas no tempo de 30 dias houve diferença estatística entre os grupos controle e VB, tendo o grupo Controle maiores valores de Dureza Vickers.

## 5.4 Perfil dos Materiais

### 5.4.1 Tempo: 1 dia de experimento

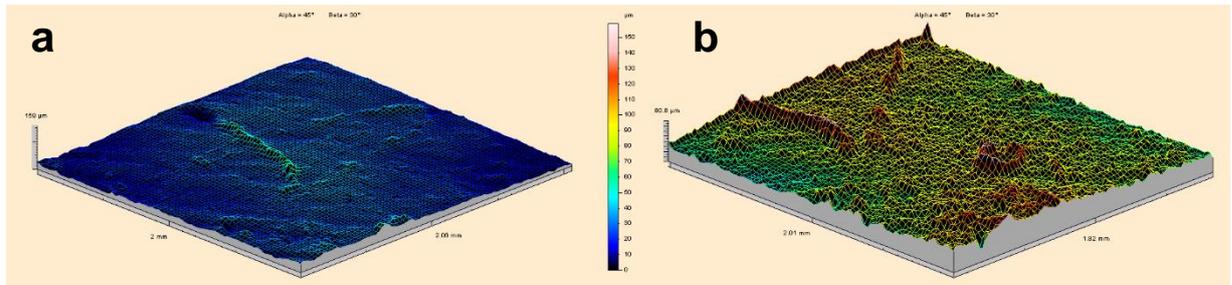


Figura 4 - Grupo Controle antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

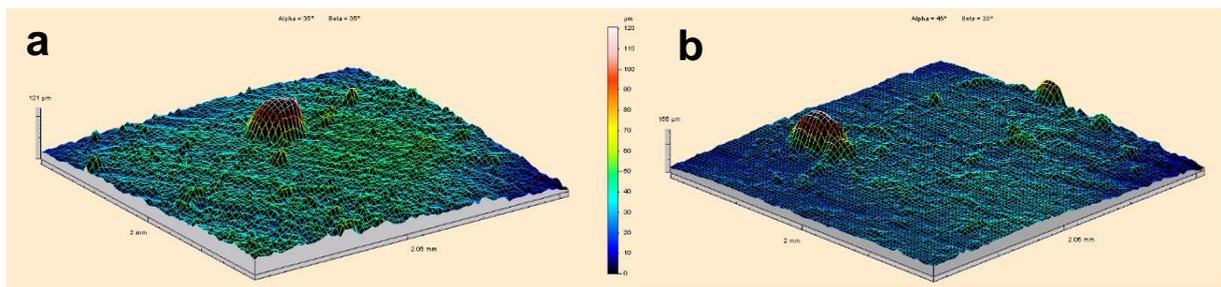


Figura 5 - Grupo NPHPa antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

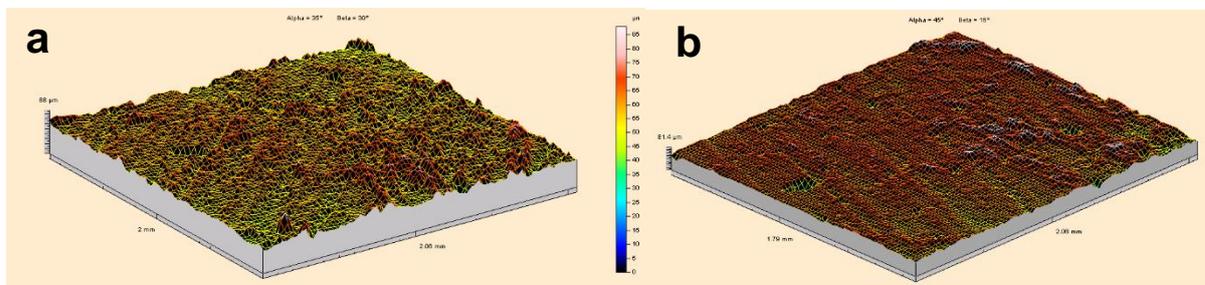


Figura 6 - Grupo VB antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

### 5.4.2 Tempo: 7 dias de experimento

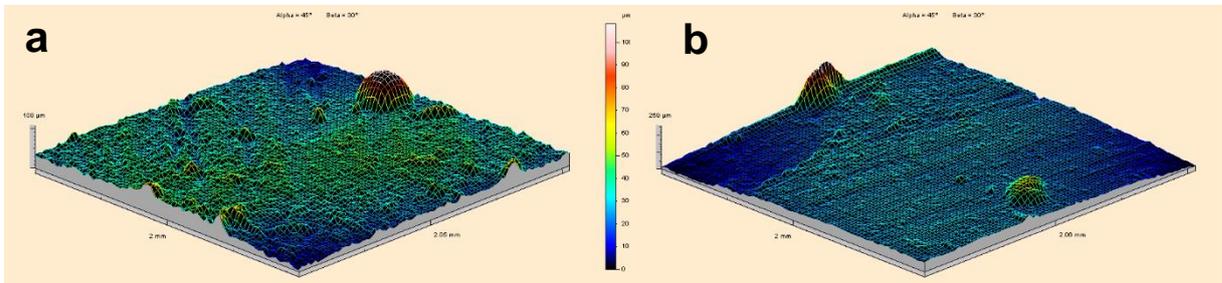


Figura 7- Grupo Controle antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

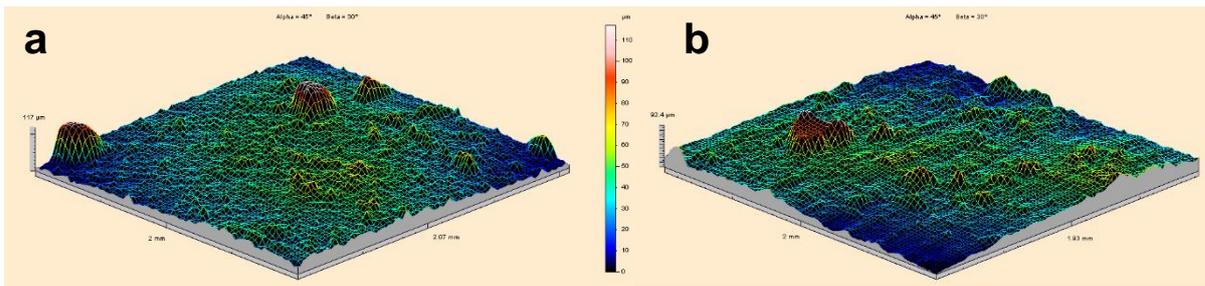


Figura 8- Grupo NPHPa antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

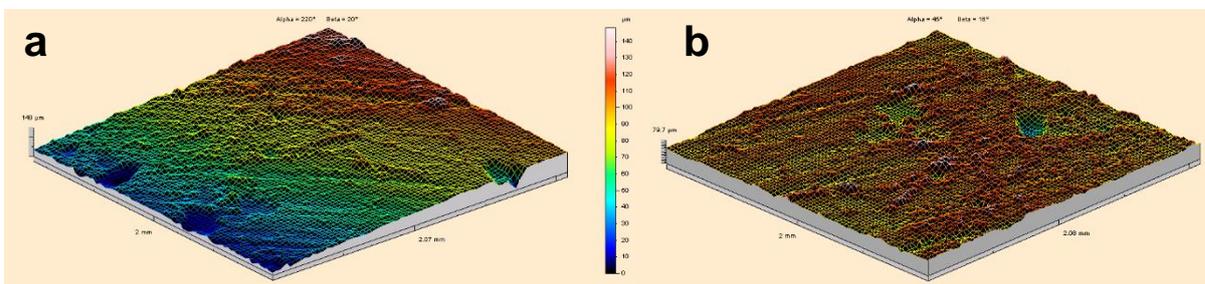


Figura 9- Grupo VB antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

### 5.4.3 Tempo: 15 dias de experimento

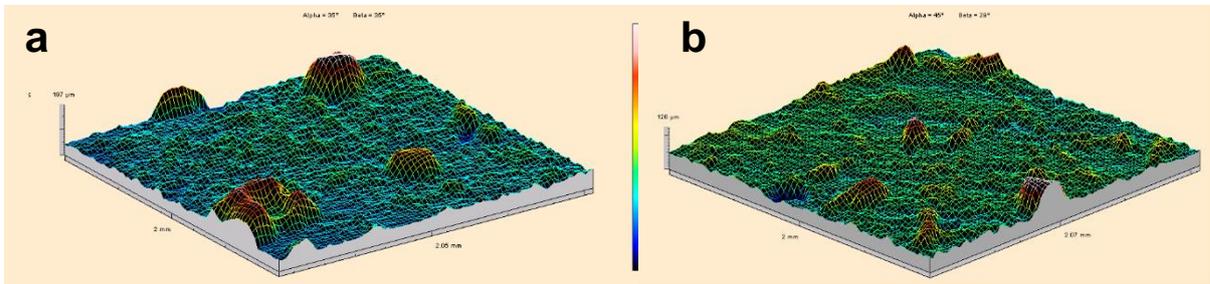


Figura 10 - Grupo Controle antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

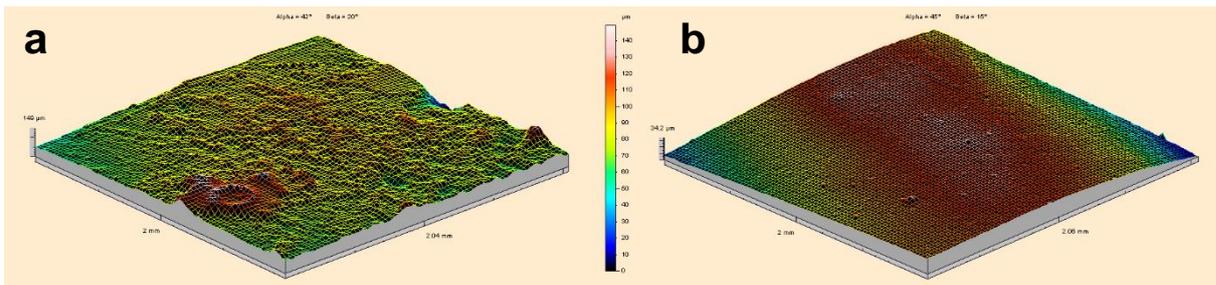


Figura 11 - Grupo NPHPa antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

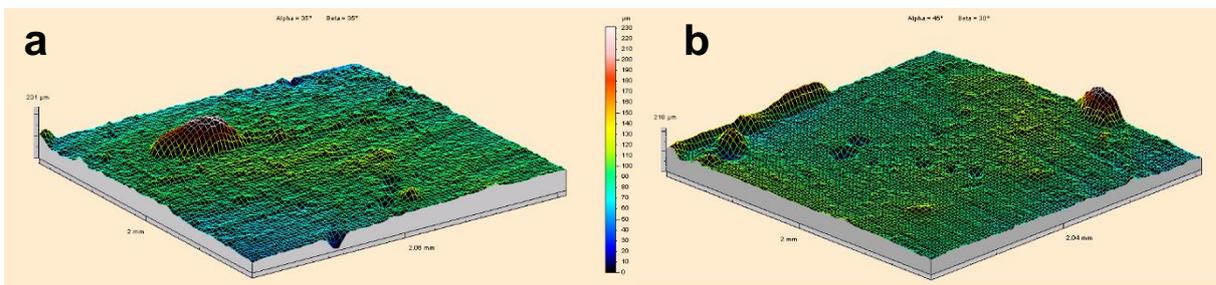


Figura 12 - Grupo VB antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

#### 5.4.4 Tempo: 30 dias de experimento

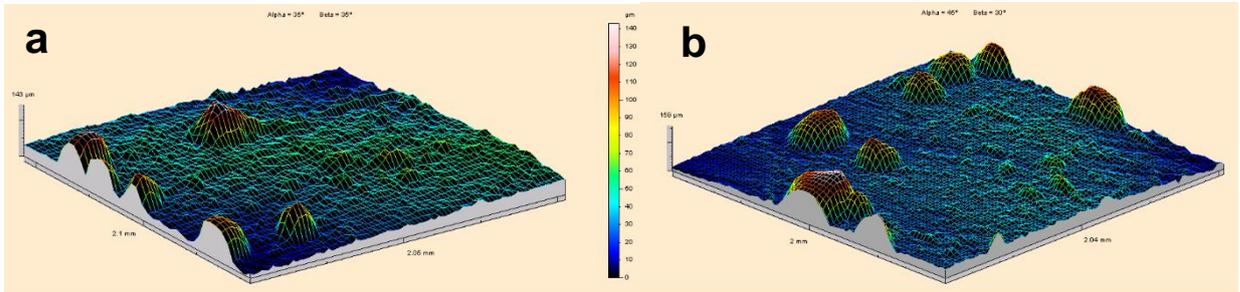


Figura 13 - Grupo Controle antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

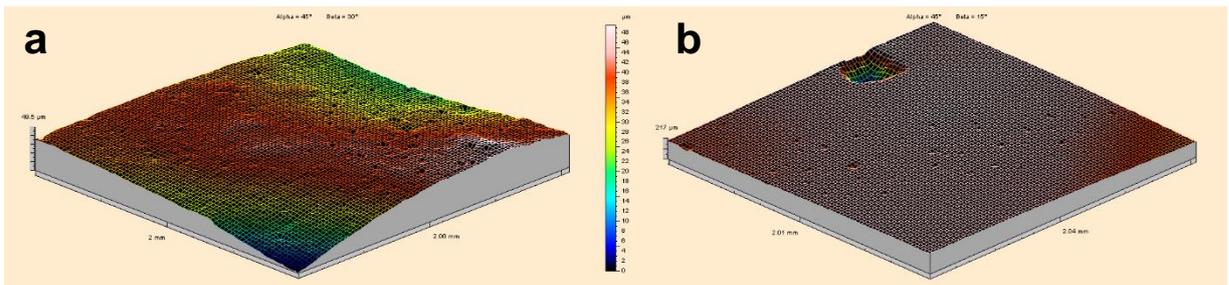


Figura 14 - Grupo NPHPa antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

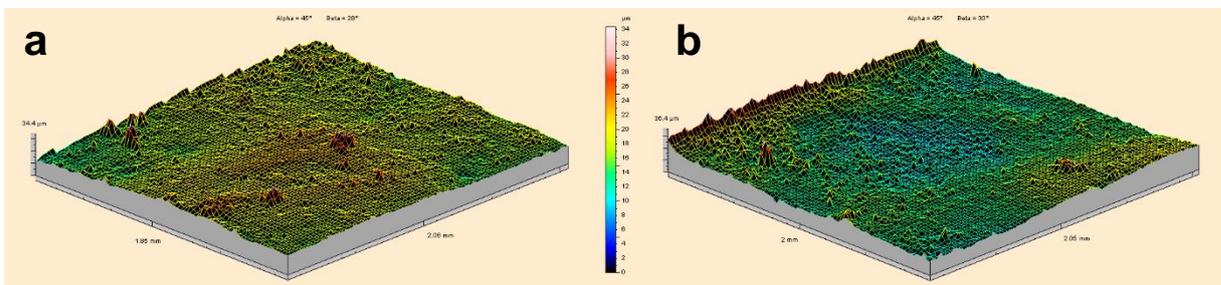


Figura 15 - Grupo VB antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

### 5.4.5 Tempo: 60 dias de experimento

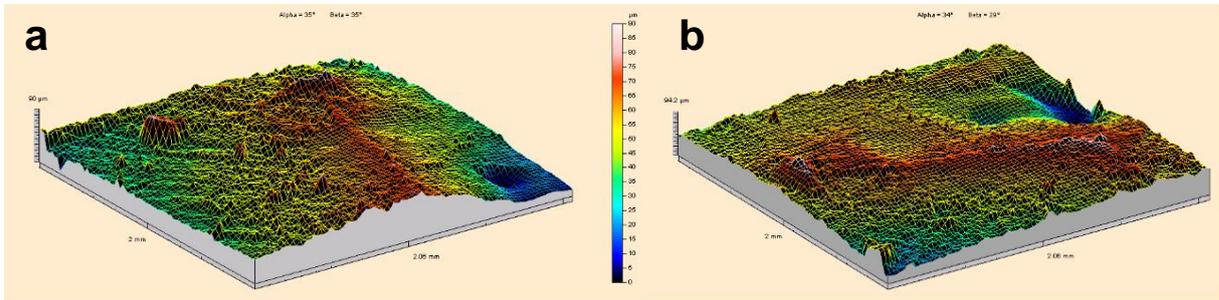


Figura 16 - Grupo Controle antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

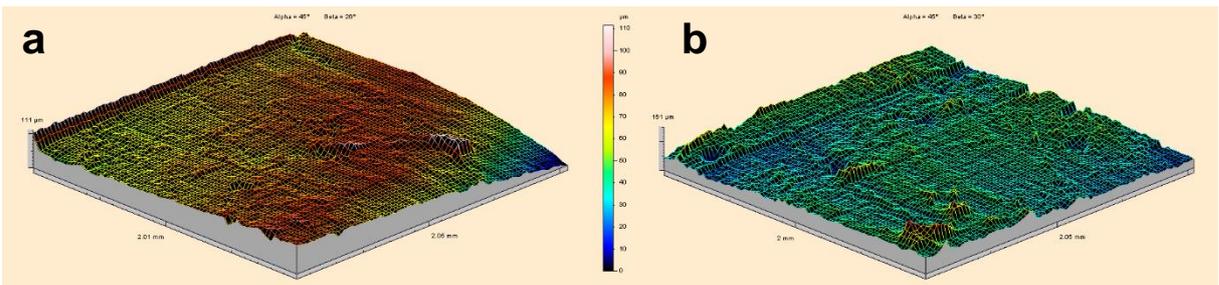


Figura 17 - Grupo NPHPa antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

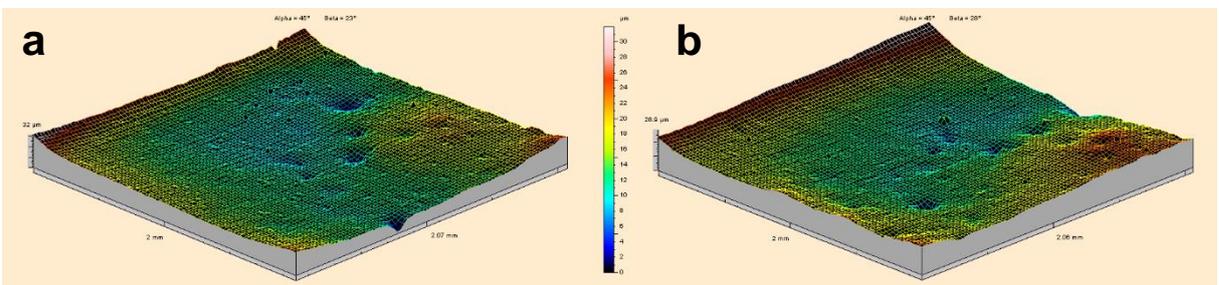


Figura 18 - Grupo VB antes (a) e após (b) ensaio de escovação.

## 6 DISCUSSÃO

A associação de materiais odontológicos com VB ou NP tem sido investigada por muitos pesquisadores<sup>2,34,60,63</sup> com a proposta de melhorar suas características, como a remineralização e atividade antibacteriana, sem contudo, alterar suas propriedades físicas, químicas ou mecânicas. Porém, assim como outros trabalhos da literatura<sup>11,14,32,34,35,43,53,58,62</sup>, este estudo encontrou diferenças estatisticamente significantes nas propriedades físicas e mecânicas do CIV Ketac Molar EasyMix quando associado à VB ou NP, apontando a necessidade de cautela e aprofundamento de pesquisas.

A perda de massa, que indica a quantidade de desgaste do material<sup>45,51</sup>, é uma propriedade que quando alterada, pode trazer sérios prejuízos à longevidade da restauração. Fatores como, reação ácido base do CIV, presença de bolhas de ar em seu interior, proporção e tamanho das partículas de vidro estão relacionados com a variação desta propriedade, pois a diminuição das partículas de vidro pode aumentar sua susceptibilidade à erosão, causando deslocamento pronunciado de partículas inorgânicas e maior exposição de bolhas de ar incorporadas durante a mistura<sup>45,47</sup>. Considerando também, que a composição do CIV tem como base a água, sua sinérese e/ou embebição também deve ser observada<sup>33</sup>.

Neste estudo pode-se observar maior perda de massa nos grupos controle e VB no primeiro dia, e para o grupo NPHPa, nos primeiro e sétimo dias. Sabe-se que os primeiros dias são críticos para a completa maturação do CIV<sup>35</sup>, e a submissão deste material ao ensaio de escovação após estes períodos de armazenamento pode ter levado às maiores alterações em sua superfície, como perda de partículas de vidro e/ou matriz orgânica, resultando em menor massa e conseqüentemente em maior desgaste do material (Tabela 1).

Quando comparados entre grupos, a maior perda de massa foi notada no grupo VB (Tabela 1), provavelmente devido maior dissolução do componente orgânico do CIV, o qual tem grande capacidade de absorção de água, resultando em fraca ligação entre as partículas de VB e a matriz do CIV<sup>62</sup>. Thomassewski et al.<sup>51</sup> encontraram diferenças estatisticamente significantes na variação de massa de alguns tipos de CIV, relacionando este fato à diferença na quantidade de água no interior dos materiais antes de suas pesagens.

Na tabela 1 pode-se observar também que, em alguns casos, houve aumento da massa, o qual pode ser explicado pelo possível recarregamento de flúor pelo CIV, quando em contato com o creme dental durante o ensaio de escovação. Panigrahi et al.<sup>39</sup> observaram que após associação de um CIV com um material remineralizador (HPa) houve maior liberação de flúor, e conseqüentemente maior incorporação destes íons. Semelhante resultado foi observado por Yli-Urpo et al.<sup>62</sup> em 2005, porém após associação de um CIV com VB.

A degradação dos materiais restauradores também pode estar relacionada a queda de pH da cavidade bucal, sorção de água e erosão desses materiais, os quais resultam na degradação da matriz e da interface de sua superfície, podendo resultar também em maior rugosidade superficial<sup>10</sup>. Além do acúmulo de biofilme na superfície do material, também resulta em alterações na estética, aparecimento de trincas, mudança na coloração e reflexão da luz<sup>17,30</sup> e conseqüente diminuição na longevidade da restauração decorrente de lesões de cárie, inflamação gengival, entre outras<sup>47</sup>.

A perda de massa observada na tabela 1, decorrente do desgaste provocado pelo ensaio de escovação, também é um fator importante a ser considerado quando se avalia a rugosidade superficial.

Após submetidos ao ensaio de escovação, os grupos Controle e NP apresentaram diminuição da rugosidade superficial aos 30 dias (Tabela 2). Considerando que houve simulação de três anos de escovação (total de 30.000 ciclos por corpo de prova)<sup>15</sup> pode-se inferir que o desgaste superficial do material, resultou em polimento desta superfície. Bala et al.<sup>4</sup> avaliaram a rugosidade superficial de um CIV nanoparticulado em comparação com CIVs convencionais, e encontraram menores valores de rugosidade para o primeiro, após o polimento dessas superfícies.

Embora tenha apresentado os menores valores de rugosidade superficial quando comparado aos outros grupos experimentais, o grupo controle, isoladamente, apresentou aumento desta propriedade, diretamente proporcional ao tempo (Tabela 3).

Corroborando este trabalho, Cibim et al.<sup>11</sup> também avaliaram a rugosidade superficial de um CIV modificado por NP de TiO<sub>2</sub> e encontraram que independente da concentração de NP, estas não afetaram a distribuição e ligação entre partículas de NP e a matriz do CIV. Os autores relataram também que o tamanho das partículas afeta a rugosidade superficial, e que partículas nanométricas podem favorecer esta propriedade.

Mitra et al.<sup>32</sup> apontaram a tendência de formação de aglomerados de NP quando associado a um material odontológico, o qual, quando submetido à abrasão causada pela escovação, pode ter os aglomerados superficiais desprendidos, deixando a superfície do material restaurador com defeitos menores, resultando em melhores propriedades ópticas.

Ao incorporar VB a um CIV, Valanezhad et al.<sup>53</sup> (2016) encontraram rachaduras na superfície do material, ocasionadas provavelmente em função das tensões geradas durante a preparação da amostra e dispersão inadequada das partículas de VB no interior da matriz do CIV. Relataram então que as partículas de VB representavam centros de concentração de estresse, onde as fissuras se iniciavam. Este relato suporta os dados obtidos neste estudo, que demonstraram os maiores valores de rugosidade superficial para os VB (Tabela 3). Os autores também observaram dissolução da matriz do CIV após imersão do material em PBS, com aumento da aspereza superficial.

Thomassewski et al.<sup>51</sup> observaram que todos os CIV não associados às NP ou VB, sofreram desgaste após a escovação simulada e consequente aumento de rugosidade. Neste estudo também pode-se observar aumento de rugosidade do grupo controle após a escovação, diretamente proporcional ao tempo de armazenamento (Tabela 3).

A análise qualitativa do perfil da superfície do material realizada nesse estudo se assemelha aos seus valores quantitativos encontrados no teste de rugosidade superficial antes (Figuras de 4 a 12 a) e após a escovação (Figuras de 4 a 12 b). Observa-se que os valores diminuíram para todos os grupos experimentais, após o ensaio de escovação, até o tempo de 30 dias, com a representação nas imagens de superfícies mais regulares.

A avaliação da dureza superficial também é importante quando consideramos o sucesso de uma restauração, sendo esta propriedade alterada por diversos fatores, como exposição à água, à saliva<sup>1</sup>, além da composição do ácido poliacrílico que compõe o CIV<sup>12</sup>. Este estudo encontrou aumento estatisticamente significativo nos valores dessa propriedade no grupo Controle e diminuição no grupo NP após o ensaio de escovação (Tabela 4). Analisando cada grupo separadamente ao longo do tempo, os grupos Controle e VB apresentaram diminuição dos valores de dureza superficial antes do ensaio de escovação (Tabela 5).

As NP apresentaram maiores valores de dureza antes do ensaio de escovação, e o Grupo Controle, após o mesmo quando comparado ao VB (Tabela 5). De acordo com Xie et al.<sup>58</sup> (2000) a presença de partículas de vidro dispersas na matriz polimérica, pode resultar em valores mais altos de dureza superficial.

Prentice et al.<sup>43</sup> sugeriram que a adição de NP aos CIV resulta em menor quantidade de partículas de vidro na superfície do material, proporcionando reação ácida mais intensa e alteração de sua dureza, com possível diminuição da mesma. Garcia-Contreras et al.<sup>14</sup> (2015) e Moshaverinia et al.<sup>34</sup> (2008) porém, observaram aumento da dureza superficial quando associaram CIV a NP de TiO<sub>2</sub> e fluorapatita respectivamente, corroborando os valores obtidos neste estudo, antes do ensaio de escovação.

Aumento nos valores de dureza superficial foram encontrados também por Moshaverinia et al.<sup>35</sup> em 2016, após uma semana de armazenamento em água destilada de um CIV modificado por NP de fluorapatita. Os autores relataram possível aumento de intensidade da reação ácido-base do CIV decorrente da baixa liberação de íons de cálcio das NP de fluorapatita. Desta forma, pôde-se formar maior número de pontes com alta concentração de íons fosfato e cálcio, que reforçaram a matriz, melhorando a interação entre as redes orgânicas e inorgânicas. De acordo com os autores a medida que o cimento envelhece em água destilada, promove mais ligações cruzadas, levando ao aumento dos valores de dureza superficial.

Valanezhad et al.<sup>53</sup> em 2016, também avaliaram a dureza superficial de um CIV modificado por VB após imersão em PBS por variados períodos de tempos, e encontraram, assim como este estudo, diminuição dos valores desta propriedade, provavelmente devido a presença de rachaduras no material. Em ambiente aquoso o CIV absorve água resultando em fraca ligação entre as partículas de VB a matriz do CIV, o que leva à diminuição da dureza superficial do material, além do VB liberar íons que precipitam sobre as partículas de vidro<sup>42</sup>. Yli-Urpo et al.<sup>62</sup> obtiveram resultados semelhantes, e observaram que quando imersos em água deionizada, CIV associado ao VB apresentaram diminuição de valores da dureza. A dissolução e precipitação de componentes podem alterar a morfologia da superfície do material, levando assim a variações em suas propriedades<sup>62,53,42</sup>.

Na busca por um material odontológico com melhores propriedades para uso clínico e diante da diversidade dos mesmos que encontramos no mercado, é interessante a análise das propriedades e composição dos mesmos, garantindo

atividade antibacteriana adequada e maior longevidade das restaurações, sem sofrer desgastes excessivos. Assim, este estudo apresenta dados importantes relacionados às variações que ocorrem no CIV quando associados às NPHPa ou VB, os quais apontam que o uso de CIV convencional isolado é adequado para restaurações quando consideramos as propriedades estudadas e o custo para o paciente.

## 7 CONCLUSÃO

Considerando as propriedades, os protocolos, a NPHPa e o VB estudados, a associação de NP ao CIV mostra-se a mais promissora, uma vez que apresentou valores satisfatórios para dureza superficial. Contudo o CIV convencional não associado às NPHPa ou ao VB ainda é a melhor opção encontrada in vitro, uma vez que apresentou os melhores resultados, já se encontra no mercado e é economicamente a opção mais viável.

## REFERÊNCIAS\*

1. Aliping-McKenzie M, Linden RWA, Nicholson JW. The effect of saliva on surface hardness and water sorption of glass-ionomers and “compomers”. *J Mater Sci Mater Med*. 2003; 14: 869–73.
2. Arita K, Yamamoto A, Shinonaga Y, Harada K, Abe Y, Nakagawa K, et al. Hydroxyapatite particle characteristics influence the enhancement of the mechanical and chemical properties of conventional restorative glass ionomer cement. *Dent Mater J*. 2011; 30(5): 672–83.
3. 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.
4. Bala O, Arisu HD, Yikilgan I, Arslan S, Gullu A. Evaluation of surface roughness and hardness of different glass ionomer cements. *Eur J Dent*. 2012; 6(1): 79-86.
5. Berg JH, Croll TP. Glass ionomer restorative cement systems: an update. *Pediat Dent*. 2015; 37(2): 116-24.
6. Blecher K, Nasir A, Friedman A. The growing role of nanotechnology in combating infectious disease. *Virulence*. 2011; 2(5): 395–401.
7. Bonifácio CC, Kleverlaan CJ, Raggio DP, Werner A, Carvalho RCR, van Amerongen WE. Physical-mechanical properties of glass ionomer cements indicated for atraumatic restorative treatment. *Aust Dental J*. 2009; 54(3): 233–7.
8. Botelho MG. Inhibitory effects on selected oral bacteria of antibacterial agents incorporated in a glass ionomer cement. *Caries Res*. 2003; 37(2): 108–14.
9. Caluwé T, Vercruyse CWJ, Ladik I, Convents R, Declercq H, Martens LC, et al. Addition of bioactive glass to glass ionomer cements: effect on the physico-chemical properties and biocompatibility. *Dent Mater J*. 2017; 33(4): 186-203.

\* 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>

10. Carvalho FG, Sampaio CS, Fucio SBP, Carlo HL, Correr-Sobrinho L, Puppin-Rontani RM. Effect of chemical and mechanical degradation on surface roughness of three glass ionomers and a nanofilled resin composite. *Oper Dent.* 2012; 37(5): 509-17.
11. Cibim DD, Saito MT, Giovani PA, et al., Borges AFS, Pecorari VGA, et al. Novel Nanotechnology of TiO<sub>2</sub> Improves physical-chemical and biological properties of glass ionomer cement. *Int J Biomat.* 2017; 2017: 11.
12. Culertson BM, Dotrong MH. Preparation and evaluation of acrylic acid, itaconic acid, and *N*-methacryloylglutamic acid copolymers for use in glass-ionomer type dental restoratives. *J Macromol Sci Pure.* 2000; 37: 419–31.
13. Elsaka SE, Hamouda IM, Swain MV. Titanium dioxide nanoparticles addition to a conventional glass-ionomer restorative: influence on physical and antibacterial properties. *J Dent.* 2011; 39(9): 589-98.
14. Garcia-contreras R, Scougall-vilchis RJ, Contreras-bulnes R, Sakagami H, Morales-luckie RA, Nakajima H. Mechanical antibacterial and bond strength properties of nano-titanium-enriched glass ionomer cement. *J. Appl. Oral Sci.* 2015; 23(3): 321-8.
15. Goldstein GR, Lerner T. The effect of toothbrushing on a hybrid composite resin. *J Prosthet Dent.* 1991; 66(4): 498-500.
16. Hajipour MJ, Fromm KM, Ashkarran AA., Aberasturi DJ, Larramendi IRD, Rojo T, et al. Antibacterial properties of nanoparticles. *Trends Biotechnol.* 2012; 30(10): 499–511.
17. Heath JR, Wilson HJ. Abrasion of restorative materials by toothpaste. *J Oral Rehabil.* 1976;3(2):121-38.
18. Hench L, Splinter R, Allen W, Greenlee TJ. Bonding Mechanisms at the Interface of Ceramic Prosthetic Materials, *J Biomed Mat Res Symp.* 1972; 2: 117.
19. Holmgren CJ, Roux D, Doméjean S. Minimal intervention dentistry: part 5. Atraumatic restorative treatment (ART) - a minimum intervention and minimally invasive approach for the management of dental caries. *Br Dent J.* 2013; 214(1): 11-8.
20. Hook ER, Owen OJ, Bellis CA, Holder JA, O'Sullivan DJ, Barbour ME. Development of a novel antimicrobial releasing glass ionomer cement

- functionalized with chlorhexidine hexametaphosphate nanoparticles. *Journal of Nanobiotechnology*. 2014; 12: 3.
21. Hu S, Chang J, Liu M, Ning C. Study on antibacterial effect of 45S5 Bioglass. *J Mater Sci Mater Med*. 2009; 20: 281–6.
  22. Huh A.J., Kwon Y.J., “Nanoantibiotics”: a new paradigm for treating infectious diseases using nanomaterials in the antibiotics resistant era. *J. Control. Release*. 2011; 156(2): 128–45.
  23. Iwami Y, Yamamoto H, Sato W, Kawai K, Torii M, Ebisu S. Weight change of various light-cured restorative materials after water immersion. *Oper Dent*. 1998; 23(3): 132-7.
  24. Jedrychowski JR, Caputo AA, Kerper S. Antibacterial and mechanical properties of restorative materials combined with chlorhexidines. *J Oral Rehabil*. 1983; 10(5): 373- 81.
  25. Keyf F, Yalçın F. The weight change of various light-cured restorative materials stored in water. *J Contemp Dent Pract*. 2005; 6(2):72-9.
  26. Kokubo T. Bioactive glass ceramics: properties and applications. *Biomaterials*. 1991; 12: 155–63.
  27. Kokubo T. Surface chemistry of bioactive glass ceramics. *J Non-Cryst Solids*. 1990; 120: 138–51.
  28. Komatsu H. Properties and characteristics of glass ionomer cement, glass ionomer dental cement: the materials and their clinical use. Tokyo: Ishiyaku EuroAmerica; 1993.
  29. Lazaridou D, Belli R, Kramer N, Petschelt A, Lohbauer U. Dental materials for primary dentition: are they suitable for occlusal restorations? A two-body wear study. *Eur Arch Paediatr Dent*. 2015; 16(2): 165–172.
  30. Mhaville R, Van Amerongen WE, Mandari G. Residual caries and marginal integrity in relation to Class II glass ionomer restorations in primary molars. *Eur Arch Paediatr Dent*. 2006; 7(2): 81-4.
  31. Mickenautsch S, Mount G, Yengopal V. Therapeutic effect of glass-ionomers: an overview of evidence. *Aust Dent J*. 2011; 56(1): 10–5.
  32. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Associ*. 2003; 134(10): 1382-90.
  33. Momoi Y, Hirosakil K, Kohnol A, McCabe JE. In vitro toothbrush-dentifrice abrasion of resin-modified glass ionomers. *Dent Mater*. 1997; 13(2): 82-8.

34. Moshaverinia A, Ansari S, Movasaghi Z, Billington RW, Darr JA, Rehman IU. Modification of conventional glass-ionomer cements with N-vinylpyrrolidone containing polyacids, nano-hydroxy and fluoroapatite to improve mechanical properties. *Dent Mater J*. 2008; 24 (10):1381-90.
35. Moshaverinia M, Borzabadi-Farahani A, Sameni A, Moshaverinia A, Ansari S. Effects of incorporation of nano fluorapatite particles on microhardness, fluoride releasing properties, and biocompatibility of a conventional glass ionomer cement (GIC). *Dental Mater J*. 2016; 35(5): 817–21
36. Ohtsuki C, Kokubo T, Yamamuro T. Mechanism of HA formation of CaO–SiO<sub>2</sub>–P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> glasses in simulated body fluid. *J Non-Cryst Solids* 1992; 143: 84–92.
37. Oliveira ALBM, Pinheiro MC, Silva RC, Aquino SG, Santos-Pinto LAM, Zuanon ACC. Hardness and surface roughness of glass ionomer cements after simulated toothbrushing. *J Health Sci Inst*. 2013; 31(3): 244-7.
38. Palmer G, Jones FH, Billington RW, Pearson GJ. Chlorhexidine release from an experimental glass ionomer cement. *Biomaterials*. 2004; 25(23): 5423-31.
39. Panigrahi A, Sudeep S, Sharma S, Mohanty S. Comparative evaluation of fluoride recharge ability of conventional and hydroxyapatite modified glass ionomer cement with daily low fluoride exposure - an invitro study. *J Clin Diag Resc*. 2016; 10(2): 53-5.
40. Park HJ, Roh J, Kim S, Choi K, Yi J, Kim Y, et al. Biofilm-inactivating activity of silver nanoparticles: a comparison with silver ions. *J. Ind Eng Chem*. 2013; 19:614–9.
41. Pellegrinetti MB, Imparato JCP, Bressan MC, Pinheiro SL, Echeverria SR. Avaliação da retenção do cimento de ionômero de vidro em cavidades atípicas restauradas pela técnica restauradora atraumática. *Pesqui Bras Odontopediatria Integr*. 2005; 5(3): 209.
42. Prabhakar A, Paul M J, Basappa N. Comparative evaluation of the remineralizing effects and surface micro hardness of glass ionomer cements containing bioactive glass (S53P4): an in vitro study. *Int J Clin Pediat Dent*. 2010; 3(2): 69-77.
43. Prentice LH, Tyas MJ, Burrow MF. The effect of ytterbium fluoride and barium sulphate nanoparticles on the reactivity and strength of a glass-ionomer cement. *Dent Mater*. 2006; 22(8): 746- 51.

44. Purton DG, Rodda JC. Artificial caries around restorations in roots. *J Dent Res.* 1988; 67(5): 817–21.
45. Rios D, Honório HM, Araújo PA, Machado MAAM. Wear and superficial roughness of glass ionomer cements used as sealants, after simulated tooth brushing. *Pesqui Odontol Bras* 2002;16(4):343-8.
46. Silva RC, Zuanon ACC. Surface roughness of glass ionomer cements indicated for atraumatic restorative treatment (ART). *Braz Dent J.* 2006; 17(2): 106-9.
47. Sousa LSA, Amorim DMG, Messias AM, Caldas SGFR, Galvão MR. Comparative study in vitro wear resistance between powder/liquid glass ionomer cement and encapsulated. *Rev Odontol UNESP.* 2017; 46(1): 51-5
48. Stoor P, Söderling E, Salonen J. Antibacterial effects of a bioactive glass paste on oral microorganisms. *Acta Odontol Scand.* 1998; 56(3): 161–5.
49. Sun J, Forster AM, Johnson PM, Eidelman N, Quinn G, Schumacher G, et al. Improving performance of dental resins by adding titanium dioxide nanoparticles. *Dent Mater.* 2011; 27(10): 972-82
50. Takahashi Y, Imazato S, Kaneshiro AV, Ebisu S, Frencken JE, Tay FR. Antibacterial effects and physical properties of glass-ionomer cements containing chlorhexidine for the ART approach. *Dent Mater.* 2006; 22(7): 647–52.
51. Thomassewski MHD, Santos FA, Wambier DS. Wear of glass ionomer cement indicated atraumatic restorative treatment after simulated toothbrushing. *Rev Odontol UNESP.* 2009; 38(3): 135-42.
52. Türkun LS, Turkun M, Ertugrul F, Ates M, Brugger S. Long-term antibacterial effects and physical properties of a chlorhexidine-containing glass ionomer cement. *J Esthet Restor Dent.* 2008; 20(1): 29-44.
53. Valanezhad A, Odatsu T, Udoh K, Shiraishi T, Sawase T, Watanabe I. Modification of resin modified glass ionomer cement by addition of bioactive glass nanoparticles. *J Mater Sci: Mater Med.* 2016; 27:3.
54. Wandera A, Spencer P, Bohaty B. In vitro comparative fluoride release, and weight and volume change in light-curing and self-curing glass ionomer materials. *Pediatr Dent.* 1996; 18(3): 210-4.
55. Wilson AD, Groffman DM, Kuhn AT. The release of fluoride and other chemical species from a glass-ionomer cement. *Biomaterials.* 1985; 6: 431-3.

56. Wilson AD, Kent BE. A new translucent cement for dentistry. The glass ionomer cement. *Br Dent J.* 1972; 132(4):133-5.
57. Xia Y, Zhang F, Xie H, Gu N. Nanoparticle-reinforced resin-based dental composites. *J Dent.* 2008; 36(6): 450-5.
58. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2000; 16(2): 129-38.
59. Yan H, Yang H, Li K, Yu J, Huang C. Effects of chlorhexidine-encapsulated mesoporous silica nanoparticles on the anti-biofilm and mechanical properties of glass ionomer cement. *Molecules.* 2017; 22(7): 1225.
60. Yap AUJ, Pek YS, Kumar RA, Cheang P, Khor KA. Experimental studies on a new bioactive material: HA ionomer cements. *Biomaterials.* 2002; 23: 955-62.
61. Yli-Urpo H, Forsback AP, Väkiparta M, Vallittu PK, Närhi TO. Release of silica, calcium, phosphorus and fluoride from glass ionomer cement containing bioactive glass. *J Biomater Appl.* 2004; 19: 5-20.
62. Yli-Urpo H, Lassila LV, Närhi 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.
63. Yli-Urpo H, Närhi T, 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.

**Não autorizo a reprodução deste trabalho até 08/03/2020.**

**(Direitos de publicação reservado ao autor)**

**Araraquara, 08 de março de 2018.**

**Rafael Amorim Martins**