



Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”

Valéria Marisel de Abreu

EFEITO DA INCORPORAÇÃO DO TRIMETAFOSFATO DE SÓDIO
MICROPARTICULADO E NANOPARTICULADO AO CIMENTO DE
IONÔMERO DE VIDRO NAS PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS E
NA DESMINERALIZAÇÃO DO ESMALTE

ARAÇATUBA

2015

Valéria Marisel de Abreu

EFEITO DA INCORPORAÇÃO DO TRIMETAFOSFATO DE SÓDIO
MICROPARTICULADO E NANOPARTICULADO AO CIMENTO DE
IONÔMERO DE VIDRO NAS PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS E
NA DESMINERALIZAÇÃO DO ESMALTE

*Dissertação apresentada à Faculdade de
Odontologia da Universidade Estadual
Paulista “Júlio de Mesquita Filho”,
Campus de Araçatuba, para obtenção do
título de Mestre em Ciência
Odontológica - Área de Concentração:
Biomateriais.*

Orientadora: Prof^a. Adj. Denise Pedrini

Co-orientador: Prof. Titular Alberto Carlos Botazzo Delbem

ARAÇATUBA

2015

Catálogo-na-Publicação (CIP)

Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

A162e Abreu, Valéria Marisel de.
Efeito da incorporação do trimetafosfato de sódio micro-particulado e nanoparticulado ao cimento de ionômero de vidro nas propriedades físico-mecânicas e na desmineralização do dente / Valéria Marisel de Abreu. - Araçatuba, 2015
67 f. : il. ; tab. + 1 CD-ROM

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Odontologia de Araçatuba

Orientadora: Profa. Denise Pedrini Ostini

Coorientador: Prof. Alberto Carlos Botazzo Delbem

1. Cimentos de ionômeros de vidro 2. Desmineralização do dente 3. Força compressiva 4. Fosfatos 5. Nanopartículas
I. Título

Black D2
CDD 617.6

Dados Curriculares

Valéria Marisel de Abreu

Nascimento

12.11.1985 - São Caetano do Sul - SP

Filiação

Mauro Aparecido de Abreu

Selma Cecília Bozeda

2005/2012

Curso de Graduação em Odontologia pela Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP.

2013/2015

Curso de Pós-Graduação em Biomateriais, nível de Mestrado, pela Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP.

2015/Atual

Curso de Especialização em Prótese Dentária, pela Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas - APCD.

Associações

CROSP - Conselho Regional de Odontologia de São Paulo

APCD - Associação Paulista dos Cirurgiões Dentistas

Dedicatória

Dedico este trabalho aos grandes Amores da minha vida

Selma,

Minha fortaleza! Sempre estive ao meu lado me incentivando, me encorajando, me corrigindo e cuidando com muito amor e carinho. Tive sorte em ter uma mãe como você, companheira para todas as horas e aventuras. E quem seria capaz de imaginar que um dia você entraria em um laboratório para ajudar sua filha a fazer corpos-de-prova e triturar amostras? Pois é, e foi assim, com sua ajuda, consegui finalizar mais essa etapa da minha vida. Obrigada por existir.

Amo ver seu sorriso. Amo seus jeitos e trejeitos. Amo você de qualquer jeito!

Elita,

Ah, o meu espelho! A menina cheia de sonhos e idéias mirabolantes que contagia a todos ao seu redor. Alegre, inteligente, corajosa e de muita personalidade. Está sempre me ensinando alguma coisa. Obrigada por acreditar em mim, dedicar parte do seu tempo em me ajudar e principalmente por ser minha irmã.

Te Amo incondicionalmente!

Leonardo,

Amigo, companheiro, conselheiro, compreensivo e paciente. Me faz gostar de viver, buscar novos desafios e nunca me acomodar. Tenho um imenso orgulho de dizer que você faz parte da minha história. Obrigada por me acompanhar, me apoiar e me incentivar nessa caminhada.

Simplesmente Te Amo!

“Só se vê bem com o coração. O essencial é invisível aos olhos.” Antoine de Saint-Exupéry

Agradecimentos Especiais

A Deus,

Sempre presente em minha vida.

À querida orientadora, Prof^a. Adj. Denise Pedrini,

Agradeço a confiança que depositou em mim para o desenvolvimento deste trabalho.

Foi um privilégio ser sua orientada pois tive a oportunidade de conviver com essa pessoa de infinitas qualidades que a Sra. é. Obrigada por compartilhar seu conhecimento, sua bondade, tranquilidade, alegria e principalmente por toda paciência que teve comigo durante esse tempo. Para mim foi mais que uma orientadora, se tornou uma amiga!

Ao co-orientador Prof. Titular Alberto Carlos Botazzo Delbem

Agradeço toda atenção dispensada para realização deste trabalho. Obrigada pelos ensinamentos e pela convivência. Deixo aqui registrada a grande admiração e respeito que tenho por sua pessoa!

Ao Sérgio Murilo Fiamengui,

Meus sinceros agradecimentos por todo apoio e incentivo que me deu nessa jornada.

Sem sua colaboração jamais teria chegado ao fim dessa etapa. Fica aqui registrado o grande apreço e admiração que tenho por você. Serei eternamente grata por tudo que fez por mim!

“Se eu vi mais longe, foi por estar de pé sobre ombro de gigantes.” Isaac Newton.

Agradecimentos

Às minhas tias *Dejanira, Sônia e Lília*, meus tios *Zeze, Gilberto e Antônio* que estão sempre prontos e dispostos a me ouvir e ajudar. Obrigada pela paciência, pelos momentos felizes, por preencherem meus dias, por se preocuparem comigo, enfim, por serem minha família. Deixo registrado todo carinho e respeito que tenho por vocês.

Às primas e primos *Maria Clara, Liliane, Adriana, Luciana, Marcelo, Márcio e Beta* pela agradável e feliz convivência que me proporcionam e por tudo que já fizeram por mim até o presente momento.

Aos amigos de trabalho *Maurício, Heloisa, Maria Fernanda, Carol, Pedro, Célia, Graça, Sueli, Liene, Alice, José Carlos, Glauco* pelo incentivo e paciência que tiveram durante esse período. Sem a ajuda de vocês não teria chegado ao fim deste ciclo. Muito Obrigada!

À amiga *Thais*, responsável pelos momentos de descontração. Obrigada por todo apoio, carinho, respeito, companheirismo e dedicação. Amiga de antes, durante e depois, guardada no coração!

À amiga *Marcelle* que foi participante ativa durante todo o desenvolvimento do trabalho. Obrigada pelos ensinamentos, pelas preciosas ajudas, pelas palavras de conforto, pela paciência que tem com tudo e com todos, pelo apoio, carinho e dedicação.

Aos amigos *Jackeline e José Antônio* por toda ajuda que me deram no desenvolvimento deste trabalho, pelos ensinamentos e experiências compartilhadas.

À amiga *Sâmia* por me ajudar na execução dos experimentos. Sua ajuda foi essencial para finalização deste trabalho. Obrigada!

À aluna de iniciação científica *Alana* pela grande ajuda em parte da fase laboratorial deste trabalho.

Estendo o agradecimento de maneira especial a todos os alunos que frequentam o laboratório. Obrigada por todos os momentos de convívio!

Aos professores *Ana Maria, Ricardo Okida, Mauro Nery, Fellipo e Daniela Micheline* que foram marcantes em minha formação. Sempre afetivos, me incentivaram na busca e finalização dos meus objetivos.

Ao professor da Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP, *Mário Alexandre Coelho Sinhoreti*, por ceder gentilmente a máquina Instron para realização dos ensaios mecânicos.

Ao professor da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Campus de Ilha Solteira, *João Carlos Silos Moraes*, por ceder gentilmente o aparelho FTIR para realização do teste de grau de conversão de monômeros. Agradeço a dedicação, receptividade, o convívio agradável e os ensinamentos.

Ao professor *Erasmu Rodrigues de Camargo* e ao aluno de Doutorado da Universidade Federal de São Carlos, *Francisco Nunes de Souza Neto*. Obrigada pela síntese e caracterização das nanopartículas de trimetafosfato de sódio.

Às professoras *Marcelle Danelon e Adelisa Rodolfo Ferreira Tiveron*, por aceitar prontamente o convite para participar como membro titular da banca da minha defesa de dissertação.

À *Faculdade de Odontologia de Araçatuba*, nas pessoas dos professores Dr^a Ana Maria Pires Soubhia, digníssima Diretora e Dr. Wilson Roberto Poi, digníssimo Vice-Diretor.

Ao *Curso de Pós-Graduação em Ciência Odontológica da Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP*, na pessoa do coordenador Prof. Dr. Luciano Tavares Angelo Cintra.

Aos funcionários do *Departamento de Odontologia Infantil e Social da Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP*, Mario, Luiz e Ricardo, pela ajuda durante esse período.

Aos funcionários da *Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP*, Ana Cláudia, Luzia, Ivone, Cláudio, Maria Cláudia, Luiz, Denise e Izamar pela receptividade e atenção.

À *Valéria, Cristiane e Lilian* da *Seção de Pós-Graduação* da Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP, pelo profissionalismo e atenção.

A todos aqueles que, de alguma forma contribuíram para a elaboração e conclusão
deste trabalho,
Muito Obrigada!

“A gratidão é a memória do coração” Antístenes.

Epígrafe

*“É preciso que eu suporte duas ou três
larvas se quiser conhecer as borboletas.
Dizem que são tão belas! Do contrário
quem virá visitar-me? Tu estarás longe...
Quanto aos bichos grandes, não tenho
medo deles. Eu tenho minhas garras.”*

Antoine de Saint-Exupéry

Resumo

Abreu VM. Efeito da incorporação do trimetafosfato de sódio microparticulado e nanoparticulado ao cimento de ionômero de vidro nas propriedades físico-mecânicas e na desmineralização do esmalte [dissertação]. Araçatuba: Universidade Estadual Paulista; 2015.

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito da incorporação do trimetafosfato de sódio (TMP) microparticulado (m) e nanoparticulado (n) ao cimento de ionômero de vidro (CIV) nas propriedades físico-mecânicas e na desmineralização do esmalte. Foram confeccionados corpos-de-prova (n=54) para cada grupo experimental: CIV sem TMP (CIV), CIV com TMPm 3,5%, 7% e 14% e CIV com TMPn 3,5%, 7% e 14%. Seis corpos-de-prova foram utilizados na determinação da liberação de fluoreto (F) e TMP em soluções de desmineralização e de remineralização durante 15 dias. As propriedades físico-mecânicas avaliadas 24 horas e 7 dias após a confecção foram: resistência à compressão (n=12), resistência à tração diametral (n=12), dureza de superfície do material (n=6) e grau de conversão de monômeros (n=6). Para o estudo da desmineralização do esmalte, corpos-de-prova (n=12) foram adaptados a blocos de esmalte selecionados pelo teste de dureza de superfície inicial (DS₁) e submetidos às ciclagens de pH. A seguir, determinou-se a dureza de superfície final (DS₂), em secção longitudinal (DSL) e a concentração de F no esmalte. Testes paramétricos e não paramétricos foram realizados, após a verificação da homocedasticidade dos dados (p<0,05). A adição de 14% de TMP levou a maior média de liberação de F (p<0,05) e os demais grupos foram similares ao CIV (p>0,05). Maior liberação de TMP foi observada com 14% microparticulado (p<0,05). A incorporação do TMP ao CIV promoveu uma

redução média nas propriedades mecânicas de 21% (tração), 10% (compressão) e 18% (dureza), após 24 horas e em 18%, 23% e 12%, após 7 dias. O grau de conversão foi menor com adição de 14% TMP quando comparado ao CIV após 24 horas ($p<0,05$); no tempo de 7 dias não houve diferença entre os grupos ($p>0,05$). A adição de 7% e 14% de TMP reduziu a perda mineral e aumentou a concentração de F no esmalte, quando comparado ao CIV ($p>0,05$). Pode-se concluir que a incorporação do TMP ao CIV aumenta a liberação de F, promove redução na desmineralização do esmalte mantendo as propriedades físico-mecânicas dentro dos parâmetros para este material.

Palavras-chave: Cimentos de ionômeros de vidro, Desmineralização do dente, Polimerização, Força compressiva, Fosfatos, Nanopartículas.

Abstract

Abreu VM. The effect of microparticle and nanoparticle sodium trimetaphosphate added to the glass ionomer cement on the physico-mechanical properties and enamel demineralization [dissertação]. Araçatuba: Universidade Estadual Paulista; 2015.

The aim of this study was to evaluate the effect of addition of sodium trimetaphosphate (TMP) microparticle (m) and nanoparticle (n) to the glass ionomer cement (GIC) on the physico-mechanical properties and demineralization of the enamel. Specimens (n=54) were fabricated from each experimental group: GIC without TMP (GIC), GIC with 3.5%, 7% and 14% TMPm and GIC with 3.5%, 7% and 14% TMPn. To determine the release of fluoride (F) and TMP it was used six specimens immersed into a demineralization and remineralization solution during 15 days. The physico-mechanical properties evaluated 24 hours and 7 days after fabrication were: compressive strength (n=12), diametral tensile strength (n=12), surface hardness of material (n=6) and the degree of conversion of monomers (n=6). For the study of enamel demineralization, specimens (n=12) were attached to enamel blocks selected by the initial surface hardness test (SH₁) and submitted to the pH-cycling. Following, final surface (SH₂) and cross-sectional (CSH) hardness, as well as enamel F concentration were determined. Parametric and non-parametric tests were performed after checking the data homoscedasticity ($p < 0.05$). The addition of 14% TMP led to higher mean release of F ($p < 0.05$) and the other groups were similar to the GIC ($p > 0.05$). The release of TMP was higher with 14% microparticulate ($p < 0.05$). The addition of TMP at GIC promoted an average reduction of mechanical properties of 21% (tensile), 10% (compressive) and 18% (hardness) after 24 hours and 18%, 23% and 12% after 7 days. The degree of conversion was lower with addition of 14% TMP compared

to the GIC after 24 hours ($p < 0.05$); at 7 days there was no difference between groups ($p > 0.05$). Addition of 7% and 14% TMP reduced mineral loss and increased enamel F concentration when compared to the GIC ($p > 0.05$). It can be concluded that the incorporation of TMP in the GIC increases the release of F, promotes reduction in enamel demineralization maintaining the physico-mechanical properties within the parameters for this material.

Keywords: Glass ionomer cements, Tooth demineralization, Polymerization, Compressive strength, Phosphates, Nanoparticles.

Lista de Abreviaturas

Abs	Absorbância
Al	Alumínio
APCD	Associação Paulista dos Cirurgiões Dentistas
Ca	Cálcio
CEUA	Comissão de ética no uso de animais
C = C	Dupla ligação de carbono
CH ₂ =C-(CH ₃)	Grupamento metacrilato
CIV	Cimento de ionômero de vidro
Co	Company
COO ⁻	Grupamento carboxílico
CROSP	Conselho Regional de Odontologia de São Paulo
c-d-p	Corpo-de-prova
cm ⁻¹	Por centímetro
d	Diâmetro
DES	Desmineralização
DP	Desvio padrão
%DS	Porcentagem de perda da dureza de superfície
DS ₁	Dureza de superfície inicial
DS ₂	Dureza de superfície final
DSL	Dureza em secção longitudinal
DRX	Difração de raios-X
et al.	E colaboradores

F	Fluoreto
Fr	Força
FTIR	Espectroscopia no infravermelho transformada de Fourier
g	Gramas
GC	Grau de conversão
GIC	Glass ionomer cement
h	Hora
HCl	Ácido clorídrico
IL	Illinois
Inc.	Incorporation
i.e.	id est (isto é)
KBr	Brometo de potássio
KCl	Cloreto de potássio
KHN	Dureza Knoop
kN	Quilo newton
LC	Light-Cured
LTDA	Limitada
MA	Massachusetts
MO	Missouri
MPa	Megapascal
mg	Miligrama
mL	Mililitro
mL/mm ²	Mililitro por milímetro quadrado
mm	Milímetro
mm ²	Milímetro quadrado

mm/min	Milímetro por minuto
mmol/ L	Milimolaridade
mol /L	Molaridade
mW/cm ²	Miliwatts por centímetro quadrado
n	Número de amostras
nm	Nanometro
N	Newton
Na	Sódio
NaF	Fluoreto de sódio
NaOH	Hidróxido de sódio
P	Fósforo
p	Nível de significância
pH	Potencial hidrogeniônico
ppm	Parte por milhão
RE	Remineralização
RJ	Rio de Janeiro
rpm	Rotações por minuto
RTD	Resistência à tração diametral
s	Segundo
S.A.	Sociedade anônima
SP	São Paulo
St	Saint
t	Altura
TISAB	Tampão ajustador de força iônica total
TMP	Trimetafosfato de sódio
TMPm	Trimetafosfato de sódio microparticulado

TMPn	Trimetafosfato de sódio nanoparticulado
UNESP	Universidade Estadual Paulista
UNICAMP	Universidade Estadual de Campinas
VT	Vermont
WI	Wisconsin
°C	Grau Celsius
Δ KHN	Perda integrada da dureza de subsuperfície
μm	Micrometro
μg	Micrograma
$\mu\text{g F/cm}^2$	Micrograma de fluoreto por centímetro quadrado
$\mu\text{g F/ml}$	Micrograma de fluoreto por mililitro
$\mu\text{g F/mm}^3$	Micrograma de fluoreto por milímetro cúbico
$\mu\text{g P/ml}$	Micrograma de fósforo por mililitro
$\mu\text{g TMP/cm}^2$	Micrograma de trimetafosfato de sódio por centímetro quadrado
π	Pi = 3,1416
%	Porcentagem
>	Maior
<	Menor
X	Vezes
+	Mais
-	Menos
$\pm$	Mais ou menos
=	Igual
*	Asterisco
/	Dividido por

Lista de Figuras

- | | | |
|----------|---|----|
| Figura 1 | Valores médios de fluoreto liberado nas soluções DES e RE em função do tempo (15 dias). Barras verticais mostram o desvio padrão da média. *Valores médios (DP) de fluoreto total liberado nas soluções DES e RE durante 15 dias. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos (Student-Newman-Keuls, $p<0,05$). | 43 |
| Figura 2 | Valores médios de TMP liberado nas soluções DES e RE em função do tempo (15 dias). Barras verticais mostram o desvio padrão da média. *Valores médios (DP) de TMP total liberado nas soluções DES e RE durante 15 dias. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos (Student-Newman-Keuls, $p<0,05$). | 44 |
| Figura 3 | Valores médios da resistência à compressão em função dos grupos experimentais. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos e o tempo. Barras verticais mostram o desvio padrão da média. | 45 |

Figura 4	Valores médios da resistência à tração diametral em função dos grupos experimentais. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos e o tempo. Barras verticais mostram o desvio padrão da média.	45
Figura 5	Valores médios da dureza de superfície em função dos grupos experimentais. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos e o tempo. Barras verticais mostram o desvio padrão da média.	46
Figura 6	Valores médios do grau de conversão dos monômeros em função dos grupos experimentais. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos e o tempo. Barras verticais mostram o desvio padrão da média.	46

Lista de Tabelas

Tabela 1	Valores médios (DP) obtidos das análises nos blocos de esmalte (n = 12) após a ciclagem de pH de acordo com os grupos	47
----------	---	----

SUMÁRIO

RESUMO	22
INTRODUÇÃO	23
MATERIAL E MÉTODO	24
RESULTADOS	33
DISCUSSÃO	34
CONCLUSÃO	37
REFERÊNCIAS	38
ANEXOS	48

Efeito da Incorporação do Trimetafosfato de Sódio Microparticulado e Nanoparticulado ao Cimento de Ionômero de Vidro nas Propriedades Físico-Mecânicas e na Desmineralização do Esmalte.*

Relevância clínica

A incorporação do trimetafosfato de sódio ao cimento de ionômero de vidro potencializa a redução da desmineralização do esmalte sem grandes perdas nas propriedades físico-mecânicas do material sugerindo sua indicação em pacientes com alta atividade de cárie.

Resumo

O objetivo foi avaliar o efeito da incorporação do trimetafosfato de sódio (TMP) microparticulado (m) e nanoparticulado (n) ao cimento de ionômero de vidro (CIV) sobre as propriedades físico-mecânicas e a desmineralização do esmalte. Foram confeccionados corpos-de-prova para cada grupo experimental: CIV sem TMP (CIV), CIV com TMPm 3,5%, 7% e 14% e CIV com TMPn 3,5%, 7% e 14%. Foram determinadas as liberações de fluoreto (F) e TMP e as propriedades físico-mecânicas (compressão, tração diametral, dureza e grau de conversão) nos tempos de 24 horas e 7 dias. A ciclagem de pH foi realizada para avaliar a perda mineral (dureza de superfície e em secção longitudinal) e a concentração de F no esmalte. A adição de 14% de TMP levou a maior média de liberação de F ($p < 0,05$) e os demais grupos foram similares ao CIV ($p > 0,05$). Maior liberação de TMP foi observada com 14% microparticulado ($p < 0,05$). Houve uma redução média nas propriedades mecânicas de 21% (tração), 10% (compressão) e 18% (dureza), após 24 horas e em 18%, 23% e 12%, após 7 dias. O grau de conversão foi menor com adição de

* De acordo com as instruções aos autores do periódico *Operative Dentistry* (Anexo A).

14% TMP após 24 horas ($p < 0,05$); no tempo de 7 dias não houve diferença entre os grupos ($p > 0,05$). A adição de 7% e 14% de TMP reduziu a perda mineral e aumentou o F no esmalte, quando comparado ao CIV ($p > 0,05$). Concluiu-se que a incorporação do TMP aumenta a liberação de F, reduz a desmineralização do esmalte mantendo as propriedades físico-mecânicas dentro dos parâmetros para este material.

INTRODUÇÃO

Materiais restauradores contendo fluoreto (F) têm como objetivo prevenir a perda mineral na interface material/estrutura dentária, pois o F reduz o processo de desmineralização.¹⁻

³ Os cimentos de ionômero de vidro (CIVs) modificados por resina são exemplos de materiais que liberam F e que de maneira geral apresentam melhores propriedades mecânicas e estéticas quando comparado com os ionômeros convencionais devido à inclusão de monômeros resinosos na sua composição.⁴ Entretanto, a adição de componentes resinosos pode influenciar a liberação de F dependendo da composição do ionômero⁵⁻⁷ e consequentemente o efeito na desmineralização.

Resinas compostas tendem a liberar menos F em comparação aos materiais ionoméricos,⁸ porém a adição de fosfato inorgânico pode melhorar esta liberação em resinas.⁹ A adição de trimetafosfato de sódio (TMP) em resina composta contendo F aumentou a liberação de F em aproximadamente 3 vezes⁹ resultando em redução da perda mineral em 4 vezes.^{9,10} Assim, a adição de TMP em um CIV modificado por resina poderia aumentar a liberação de F e seu potencial anticárie a longo prazo. Entretanto, o estudo de Tiveron et al.⁹ não analisou o efeito da adição do fosfato nas propriedades físico-mecânicas, exceto a dureza do material que mostrou-se com valores dentro da variação para o material utilizado.¹¹ Como o TMP tem afinidade por cátions este pode se ligar ao Ca^{2+} e Al^{+} e alterar a reação ácido-base, presente nos CIVs modificados por

resina, e as propriedades físico-mecânicas. A redução do tamanho das partículas à escala nanométrica poderia proporcionar uma melhor interação mecânica com a matriz polimérica do material¹² e isto minimizaria o efeito nas propriedades físicas e mecânicas do CIV modificado por resina. Somando-se a isto, o aumento da área de superfície pode torná-las mais reativas¹³ e potencializar o efeito anticárie.¹⁴

Nesse sentido, uma vez que não existem produtos comerciais com essas características, considerou-se importante verificar se a incorporação de TMP microparticulado e nanoparticulado nas concentrações de 3,5%, 7% e 14% a um cimento de ionômero de vidro modificado por resina influenciaria as propriedades físico-mecânicas e a desmineralização do esmalte. A hipótese nula do estudo foi que a adição de TMP ao cimento de ionômero de vidro não alteraria a liberação de F, as propriedades físico-mecânicas e o efeito na desmineralização do esmalte.

MATERIAIS E MÉTODOS

Preparo do TMP Microparticulado (TMPm) e Nanoparticulado (TMPn)

Para este estudo foram analisadas duas formas do TMP, microparticulado e nanoparticulado. O tamanho das partículas do TMPm (Sigma-Aldrich Co., St. Louis, MO, USA) foi padronizado em até 53 µm de diâmetro utilizando uma peneira granulométrica acoplada a um agitador eletromagnético (Bertel Indústria Metalúrgica LTDA, Caieiras SP, Brasil) (Anexo B).

A obtenção das partículas de TMPn foi por meio da técnica de moagem. O TMP foi pesado na quantidade necessária para o estudo, e em seguida, armazenado em frascos de polietileno. Ao TMP em associação com isopropanol foram adicionadas esferas de zircônia até o limite em que estas ficassem cobertas pela mistura. Os frascos foram vedados com fita veda rosca e levados ao moinho de bolas e submetidos à moagem por

48 horas. A seguir, o TMP foi submetido à filtragem em peneiras granulométricas para a sua separação das esferas de zircônia. O frasco contendo o TMP foi lavado com isopropanol e o material filtrado foi vedado com papel alumínio e submetido à secagem em estufa à temperatura de 85°C para evaporação do solvente (isopropanol). Após a secagem do TMP, o mesmo foi submetido à trituração até atingir partículas com diâmetro médio de 22,7 nm, em almofariz de ágata, pesado e armazenado em frasco de polietileno. A difração de raios-X (DRX) foi utilizada para a identificação da estrutura cristalina e para estimativa do tamanho médio de TMPm e TMPn¹⁴ (Anexo B).

Preparo da Mistura do CIV com TMP

O CIV utilizado neste estudo foi o Fuji II LC (GC Corporation, Tokyo, Japão). Ao pó do CIV adicionou-se TMPm e TMPn, separadamente, em concentrações de 3,5%, 7% e 14% definidas com base nos resultados obtidos por Tiveron et al.⁹ Moinho de bolas de ágata (Planetary Micro Mill PULVERISETTE 7 classic line, Fritsch GmbH, Idar-Oberstein, Alemanha) foi utilizado para homogeneização da mistura (Anexo C). Foram realizados 5 ciclos (normal/reverso) com duração de 1 minuto cada, a uma velocidade de 100 rpm. Para manipulação do material foi mantida a proporção pó-líquido do CIV recomendada pelo fabricante (3,2 g de pó para 1,0 g de líquido).

Liberação de F e TMP dos CIVs

Confecção dos Corpos-de-Prova

Para cada material testado: CIV sem TMP (CIV), CIV com 3,5%, 7% e 14% de TMPm, CIV com 3,5%, 7% e 14% de TMPn, corpos-de-prova (n=6) foram confeccionados com o auxílio de uma matriz metálica bipartida (5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura). A extremidade de um fio de aço inoxidável de 0,25 mm de diâmetro foi posicionada no

interior da matriz, previamente à inserção dos materiais, para facilitar a manipulação dos corpos-de-prova. A fotopolimerização (Blue Star 2, Microdont, Socorro, SP, Brasil) foi realizada por 20 segundos, nas superfícies superior e inferior.¹⁵ Após a fotopolimerização, os excessos do material foram cuidadosamente removidos (Anexo D).

Ciclagem de pH para Liberação de F e TMP dos CIVs

Corpos-de-prova (n=6) de cada material foram colocados em tubos de ensaio de polipropileno com tampa contendo 2 mL de solução de desmineralização (DES) (Ca e P 2,0 mmol/L em tampão acetato 0,075 mol/L, em pH 4,7) e armazenados por 6 horas. Em seguida, os corpos-de-prova foram transferidos para novos tubos contendo solução de remineralização (RE) (Ca 1,5 mmol/L, P 0,9 mmol/L, KCl 0,15 mol/L em tampão Tris 0,02 mol/L, em pH 7,0) permanecendo por 18 horas.¹⁵ Estes procedimentos foram repetidos durante 15 dias. Os tubos foram mantidos sob agitação constante com frequência de 120 rpm em mesa agitadora (TE-420 Orbital - Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil), à temperatura de 37°C (Anexo D). Antes de serem imersos em nova solução (DES ou RE) os corpos-de-prova foram lavados com água deionizada e secos com papel absorvente. As soluções foram recolhidas diariamente, identificadas e armazenadas em tubos de ensaio de polipropileno a 4°C para leitura do F e TMP liberado.

Análise de F e TMP nas Soluções DES e RE

Para a análise de F das soluções DES e RE foi utilizado eletrodo específico para íon fluoreto (9409-BN, Orion Research, Inc., Beverly, MA, Estados Unidos da América) e microeletrodo de referência, previamente calibrados com soluções padrão de 0,250 a 32 µg F/mL, acoplados a analisador de íons Orion 720 A (Orion Research). Para as dosagens foram pipetadas 0,5 mL das soluções DES ou RE e acrescido 0,5 mL de TISAB II (tampão

ajustador de força iônica total). As leituras foram realizadas sob agitação constante em agitador magnético (TE-081, Tecnal). Esses valores foram convertidos para $\mu\text{g F/cm}^2$ (Anexo E). Para a determinação do TMP liberado pelos materiais, o fósforo (P) foi quantificado nas soluções DES ou RE após hidrólise em meio ácido. Para isto, alíquotas de 0,2 mL das soluções DES ou RE foram acrescidas de 0,2 mL de ácido clorídrico (HCl) a 1,0 mol/L e aquecidas em banho fervente, a 100°C, por 1 hora. Após a hidrólise, a concentração de P nas soluções foi determinada pelo método colorimétrico,¹⁶ em placas de 96 poços (Placa para cultura de células de fundo chato - Modelo 92096 - TPP, Suíça). Alíquotas de 0,02 mL das soluções DES ou RE foram utilizadas para as leituras em leitor de microplacas (PowerWave 340, Biotek, Winooski, VT, Estados Unidos da América), no comprimento de onda de 660 nm (Anexo F). A concentração de P determinada nas soluções DES e RE após hidrólise ácida foi subtraída da quantidade de P existente nas soluções DES ($57,4 \pm 3,2 \mu\text{g P/mL}$) e RE ($25,9 \pm 1,0 \mu\text{g P/mL}$) e o valor final considerado como a proveniente de TMP presente nas soluções. Esses valores foram convertidos para $\mu\text{g TMP/cm}^2$. As concentrações de F e TMP das soluções DES e RE foram determinadas separadamente. Posteriormente, os resultados das soluções DES e RE foram somados (DES + RE), completando um período de 24 horas e um ciclo da metodologia utilizada (ciclagem de pH), nos 15 dias analisados.

Determinação das Propriedades Físico-Mecânicas dos CIVs

Avaliação da Resistência à Compressão

Doze corpos-de-prova foram confeccionados (2 mm de diâmetro x 4 mm de altura)¹⁷ em matrizes de silicone de condensação (Speedex, Vigodent S.A. Indústria e Comércio, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e fotopolimerizados por 20 segundos, nas superfícies superior e inferior.¹⁵ Seis corpos-de-prova foram armazenados por 24 horas e outros seis por 7 dias,

em estufa a 37°C, em ambiente úmido. Em seguida, foram submetidos ao ensaio de resistência à compressão em máquina de ensaio universal Instron (DL3000, Instron Co.), com célula de carga de 5 kN a uma velocidade de 1 mm/min, em posição vertical, até que ocorresse a fratura (Anexo G). A resistência à compressão foi medida em megapascal (MPa).

Avaliação da Resistência à Tração Diametral

Doze corpos-de-prova foram confeccionados (6 mm de diâmetro x 3 mm de altura) em matrizes de silicone de condensação (Speedex) e fotopolimerizados por 20 segundos, nas superfícies superior e inferior.¹⁵ Após os períodos de armazenamento (como descrito anteriormente) foram submetidos ao ensaio de resistência à tração diametral (RTD), com célula de carga de 5 kN a uma velocidade de 1 mm/min, em posição horizontal, até que ocorresse a fratura. Para tanto, foi utilizada uma máquina de ensaio universal Instron (DL3000, Instron Co., Canton, MA, Estados Unidos da América) (Anexo H). A tensão de tração, medida em MPa, foi calculada usando a equação:¹⁷ $RTD = \frac{2 \times Fr}{\pi \times d \times t}$, onde Fr é a força máxima aplicada em newton (N), d é o diâmetro e t é a altura do espécime.

Avaliação da Dureza de Superfície do Material

Foram confeccionados 6 corpos-de-prova com o auxílio de uma matriz metálica bipartida (5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura) e fotopolimerizados por 20 segundos, nas superfícies superior e inferior.¹⁵ Após 24 horas, mantidos em recipiente plástico e em ambiente úmido (37°C), foram submetidos ao teste de dureza de superfície. O teste foi determinado utilizando microdurômetro (Micromet 5114 hardness tester, Buehler, Lake Bluff, IL, Estados Unidos da América), sob carga estática (Knoop) de 100 g por um tempo de 10 segundos. Foram realizadas 5 impressões na superfície do material distantes 500

µm entre si.¹⁵ A seguir, os corpos-de-prova foram armazenados em estufa a 37°C (em ambiente úmido) e após 7 dias foi repetido o teste da dureza, sendo realizadas 5 impressões a 250 µm das realizadas em 24 horas (Anexo I).

Determinação do Grau de Conversão (GC) dos Monômeros dos CIVs

Os CIVs (n=6) foram manipulados, inseridos entre duas lâminas de vidro, pressionados formando um filme de aproximadamente 0,12 ±0,02 mm, e fotopolimerizados por 20 segundos de cada lado da amostra. Em seguida, foram armazenados durante 24 horas e 7 dias, ao abrigo da luz, em estufa a 37°C. Após estes períodos, os filmes de CIVs foram triturados e misturados com brometo de potássio (KBr), na proporção de 1:35 (mg:mg). As misturas foram colocadas na prensa (Pike Technologies, Madison, WI, Estados Unidos da América), sob uma carga de 3 toneladas, para confecção das pastilhas, as quais foram analisadas imediatamente usando a técnica de espectroscopia no infravermelho transformada de Fourier (FTIR) (Anexo J). Os espectros de absorção no infravermelho foram obtidos pelo método de transmissão em espectrofotômetro (Nexus 670, Nicolet Instrument Corporation, Madison, WI, Estados Unidos da América), na região espectral entre 1.400 e 2.000 cm⁻¹, utilizando 128 varreduras e 4 cm⁻¹ de resolução. A determinação do grau de conversão na polimerização dos CIVs foi baseada na medida da diminuição da intensidade da banda de absorção associada ao metacrilato quando o monômero é convertido em polímero. Para o material estudado e as condições de preparo das amostras, foram utilizadas as bandas de absorção associadas a vibrações de estiramento das ligações C = C do monômero e COO⁻ do ácido carboxílico, localizadas aproximadamente em 1640 e 1540 cm⁻¹, respectivamente. O valor do grau de conversão foi determinado utilizando a seguinte equação: $GC (\%) = \left(1 - \frac{[Abs(C=C)/Abs(COO^-)]_{polímero}}{[Abs(C=C)/Abs(COO^-)]_{monômero}}\right) \times 100$.

Ciclagem de Desmineralização e Remineralização

Preparo dos Blocos de Esmalte

Blocos de esmalte (4×4×3 mm) foram obtidos de incisivos bovinos e a seguir suas superfícies dentinárias foram planificadas com lixa de granulação 320 e as superfícies de esmalte foram polidas com lixas de granulação 600, 800 e 1200, carga de 4 libras, sob refrigeração a água, e polidas com feltro (Polishing Cloth Buehler 40-7618, Buehler) e suspensão de diamante (Metadi Monocrystalline Diamond Suspension, 1 micron, Blue Color Polish Spray, Water Base 40-6530 – Buehler). Após o polimento, secções transversais foram realizadas a uma distância de 1 mm da borda do bloco, em cortadeira sob refrigeração a água deionizada, obtendo-se blocos com 4x3x3 mm. Teste de dureza de superfície inicial (DS₁) foi realizado para seleção de 96 blocos de esmalte que apresentassem valores entre 320 a 380 KHN (Anexo L).

Ciclagem de pH (DES > RE)

Oito grupos experimentais (n=12), com dureza média dentro do intervalo de confiança de 346,1 a 352,3 KHN, foram determinados: placebo (sem CIV), CIV, 3,5% TMPm, 7% TMPm, 14% TMPm, 3,5% TMPn, 7% TMPn e 14% TMPn.

Doze corpos-de-prova de cada material (3x2x1 mm) foram justapostos às bordas seccionadas dos blocos de esmalte e fixados com auxílio de cera pegajosa.¹⁸ Os conjuntos blocos/corpos-de-prova foram submetidos a 5 ciclagens de pH,¹⁹ a uma temperatura de 37°C, sendo imersos nas soluções de desmineralização - DES (6 horas - Ca e P 2,0 mmol/L em tampão acetato 0,075 mol/L, 0,04 ppm F em pH 4,7 - 2,2 mL/mm²) e remineralização - RE (18 horas - Ca 1,5 mmol/L, P 0,9 mmol/L, KCl 0,15 mol/L em tampão cacodilato 0,02 mol/L, 0,05 ppm F em pH 7,0 - 1,1 mL/mm²). Após remoção das soluções, os conjuntos foram lavados com jatos de água deionizada por 30 segundos e

secos com papel absorvente. Decorrido o 5º dia, a solução RE foi trocada, e os conjuntos permaneceram nesta nova solução por 48 horas (Anexo M).

Avaliação da Dureza do Esmalte

Para o teste de dureza de superfície inicial (DS₁) foi utilizado o microdurômetro, com penetrador tipo Knoop, Micromet 5114 hardness tester (Buehler e Mitutoyo Corporation, Kanagawa, Japan) e o software Buehler OmniMet (Buehler), carga estática de 25 g e tempo de 10 segundos.²⁰ Foram realizadas 5 impressões no esmalte a uma distância de 300 µm da borda seccionada e 100 µm distantes entre si.¹⁸ Após o término da ciclagem de pH, os materiais unidos aos blocos de esmalte foram removidos, e os blocos foram submetidos ao teste de dureza de superfície final (DS₂), utilizando a mesma metodologia do teste de DS₁. O cálculo da porcentagem de perda da dureza de superfície foi feito utilizando a equação $\%DS = \frac{DS_2 - DS_1}{DS_1} \times 100$.

Para determinar a dureza em secção longitudinal (DSL), metade de cada bloco (2x3x3 mm) foi incluída em resina acrílica (Buehler Transoptic Powder, Lake Bluff, IL, Estados Unidos da América) e a superfície cortada foi exposta e polida. Para o teste de dureza foi utilizada carga de 5 g por 10 segundos. A 300 µm da borda que permaneceu em contato com o material, foram realizadas, em cada bloco, 13 impressões nas profundidades de: 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 70, 90, 110, 220 e 330 µm (Anexo N). A área integrada da dureza (KHN x µm) da lesão até o esmalte hígido foi calculada utilizando a regra trapezoidal (GraphPad Prism, versão 3.02) e subtraída da área integrada da dureza do esmalte hígido obtendo a perda integrada da dureza de subsuperfície (ΔKHN).²¹

Análise de F no Esmalte

A outra metade do bloco foi novamente seccionada para obtenção de um bloco 2x1x3 mm e submetida ao procedimento de microabrasão utilizando lixa auto-adesiva (granulação 400, Silicon-Carbide, Buehler) em frasco de poliestireno cristal (J-10, Injeplast, São Paulo, SP, Brasil), baseado na metodologia proposta por Alves et al.²² Após a remoção de uma camada de aproximadamente 50 µm de esmalte de cada bloco foi acrescentado 0,5 mL de HCl 1,0 mol/L no interior dos frascos. Estes foram mantidos sob agitação constante por 1 hora em mesa agitadora (TE-420 Orbital, Tecnal). Para análise de F foi utilizado o eletrodo específico para íon fluoreto Orion 9409-BN (Orion Research, Inc.), e eletrodo de referência (Orion Research, Inc.), previamente calibrados com soluções padrão (0,16 a 2,56 µg F/mL), acoplados a um analisador de íons Orion 720 A (Orion Research, Inc.) (Anexo O). Para determinação do F uma alíquota de 0,04 mL da amostra foi tamponada com 0,04 mL de TISAB II + NaOH. Os valores foram expressos em µg F/mm³.

Análise Estatística

Para as variáveis concentração de F (µg F/cm²) e TMP (µg TMP/cm²) nas soluções DES e RE, e valores obtidos dos testes físico-mecânicos (tração diametral – MPa, compressão – MPa, dureza dos materiais – KHN e grau de conversão – %) foram considerados como fatores de variação os materiais e o tempo. Para as variáveis obtidas após a ciclagem de pH (DS₂, %DS, ΔKHN e F) foram considerados como fatores de variação os materiais. Os dados de liberação (F e TMP) mostraram distribuição heterogênea e foram submetidos à análise de variância (2-critérios). Os resultados de tração diametral, compressão, dureza e grau de conversão apresentaram distribuição normal (Teste de Shapiro-Wilk) e homocedasticidade (Teste de Cochran) e foram submetidos à análise de variância (2-critérios). Os dados de DS₂, %DS e ΔKHN apresentaram distribuição homogênea e foram

submetidos a análise de variância (1 critério). Os resultados de F apresentaram distribuição heterogênea e foram submetidos à análise de Kruskal-Wallis. O teste utilizado para comparação entre os grupos após as análises foi de Student-Newman-Keuls. Todas as análises foram realizadas com o programa SigmaPlot versão 12.0 com limite de significância de 5%.

RESULTADOS

Os maiores valores de liberação de F foram observados no primeiro dia para todos os grupos ($p < 0,001$), sendo os maiores valores totais apresentados pelos grupos 14% TMPm ($p < 0,001$) seguido do 14% TMPn ($p < 0,001$). A partir do quarto dia todos os grupos apresentaram liberação semelhante ($p > 0,05$) (Figura 1).

Quanto à liberação de TMP pelos materiais nas soluções de ciclagem, o grupo 14% TMPm apresentou maior liberação apenas no primeiro dia ($p < 0,001$). Para o grupo CIV e 3,5% TMPn não houve liberação de TMP considerando os valores totais ($p < 0,001$). Ao longo do tempo houve uma variação da liberação de TMP similar entre os grupos com períodos de aumento e diminuição dos valores (Figura 2).

A resistência à compressão foi maior no tempo de 7 dias quando comparado a 24 horas ($p < 0,009$), com exceção dos grupos com 14% de TMPm e TMPn ($p > 0,312$). No tempo de 24 horas a resistência à compressão foi semelhante entre os grupos CIV e 3,5% TMPm ($p = 0,812$). No tempo de 7 dias houve uma redução na resistência à compressão inversamente proporcional à concentração de TMP para o grupo microparticulado. Levando em consideração o tamanho das partículas, os grupos com TMPm apresentaram maior resistência do que os grupos com TMPn (Figura 3).

A resistência à tração diametral do grupo CIV diferiu apenas dos grupos 7% e 14% TMPn ($p < 0,030$) apresentando menores valores, independente do tempo. A tração

aumentou com o tempo de 7 dias, porém não houve diferença quando comparado ao tempo de 24 horas ($p>0,133$), com exceção dos grupos com 14% TMPm e 3,5% TMPn ($p<0,031$) (Figura 4).

Na análise de dureza de superfície dos materiais, no tempo de 24 horas, o grupo CIV apresentou os maiores valores de dureza ($p<0,001$) quando comparado aos demais grupos. No tempo de 7 dias a dureza aumentou para todos os grupos ($p<0,001$), sendo que os grupos CIV, 3,5% TMPm e 14% TMPm apresentaram dureza similar ($p>0,111$) e superior aos demais grupos ($p<0,007$) (Figura 5).

O grau de conversão foi similar entre os grupos no tempo de 7 dias ($p>0,556$). Os grupos com 14% TMPm e 14% TMPn apresentaram menor grau de conversão quando comparado aos grupos CIV e 3,5% TMP no tempo de 24 horas ($p<0,036$). O grau de conversão dos grupos CIV, 3,5% TMP e 7% TMPn foi similar entre os tempos de análise ($p>0,072$) (Figura 6).

A avaliação da dureza do esmalte após ciclagem de pH mostrou que o grupo placebo apresentou maior perda mineral (DS_2 , %DS e ΔKHN) quando comparado aos demais grupos ($p<0,001$). O CIV apresentou perda mineral similar aos grupos 3,5% TMP ($p>0,05$). A adição de 14% TMP ao CIV levou a menor perda mineral em relação aos demais grupos ($p<0,05$), independente do tamanho da partícula (Tabela 1). O F presente no esmalte foi semelhante entre os grupos CIV e 3,5% TMP ($p>0,05$). Os grupos 7% e 14% TMP apresentaram maiores valores de F presente no esmalte ($p<0,05$) quando comparado aos demais grupos, sendo semelhantes entre si (Tabela 1).

DISCUSSÃO

O delineamento experimental do presente estudo *in vitro* permitiu verificar que a adição do TMPm e TMPn ao CIV aumentou a liberação de F e reduziu suas propriedades físico-

mecânicas e a desmineralização do esmalte. A hipótese nula foi parcialmente rejeitada, pois dependendo da análise e concentração a adição de TMP não levou a mudanças quando comparado ao CIV.

A menor perda mineral na presença de TMP (7 e 14%) pode estar relacionada a maior liberação de F e TMP a partir destes materiais. Isto produz uma proporção TMP:F na interface do esmalte que leva a redução na perda mineral,^{9,10,21,23,24} bem como o aumento de cálcio (Ca) e F no esmalte.^{21,24} No presente estudo a adição de 7% e 14% TMP ao ionômero aumentou em aproximadamente 21% e 29%, respectivamente, a incorporação de F no esmalte em relação ao grupo CIV.

A maior disponibilidade de F observada com a adição de 14% de TMP pode estar relacionada à afinidade do TMP por íons metálicos.²⁵ Durante a aglutinação do pó e líquido, o Ca e o Al reagiriam com o TMP reduzindo a reação destes íons com o F.²⁶ Assim, o F estaria mais disponível para ser liberado podendo aumentar o efeito na desmineralização do esmalte como observado no presente estudo (Tabela 1). Em menores concentrações do TMP esta reatividade com os íons metálicos foi reduzida não interferindo na liberação de F (Figura 1). A capacidade de complexar íons metálicos é dependente do número de fosfatos presente na cadeia cíclica²⁵ o que levaria a maior disponibilidade de F como observado no estudo de Hosida.²⁷ Entretanto, propriedades mecânicas diminuídas também estão associadas com aumento na liberação de F.²⁸

No presente estudo, a adição de TMP resultou em uma diminuição nas propriedades mecânicas, mesmo após sete dias; alterações nas composições do pó e na relação pó-líquido podem ser responsáveis pelo decréscimo na resistência à compressão e tração diametral.²⁹ A redução no tamanho das partículas e a maior concentração de TMP levaram a propriedades reduzidas devido principalmente ao aumento da reatividade das nanopartículas de TMP que está relacionada ao maior número de átomos em sua

superfície.¹³ Isto aumenta a capacidade do TMP em complexar os íons Ca^{2+} e Al^{+} interferindo na reação ácido-base. A adição de nanopartículas de TMP levou a uma redução média de 13% nas propriedades mecânicas em comparação aos microparticulados. Os CIVs aumentam suas propriedades mecânicas com o passar do tempo, e isto é atribuído à reação ácido-base tardia que ocorre com o material.³⁰ A maioria dos valores disponíveis na literatura para tração (15,7 – 35,9 MPa),³¹⁻³⁴ compressão (137,7 – 228,2 MPa)³²⁻³⁵ e dureza (64,7 – 89,4 KHN)^{36,37} foram analisados após 24 horas do preparo da amostra. Os valores obtidos no presente estudo (Figuras 5, 6 e 7) para o CIV apresentam-se dentro da variação para este material, porém com uma redução média com a adição de TMP de 21% (tração), 10% (compressão) e 18% (dureza), após 24 horas e em 18%, 23% e 12%, após 7 dias.

A presença do TMP no CIV pode ter alterado o efeito dos radicais livres após a ativação com a luz nas primeiras 24 horas. Uma hipótese é que a presença de Na^{+} proveniente do TMP possa interferir na reação monomérica, principalmente quando em grande quantidade. É importante saber que o ionômero utilizado no presente estudo é constituído por ácidos poliacrílicos com caráter bifuncional, isto é, possuem grupamentos carboxílicos (COO^{-}) em uma das extremidades e grupamentos metacrilatos [$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)$] na outra. A maior quantidade de TMP reduziu o grau de conversão dos monômeros no tempo de 24 horas, mas foi similar entre os CIVs após 7 dias. Apesar de haver correlação entre o grau de conversão dos monômeros e as análises de compressão e tração, esta foi fraca; com a dureza foi moderada.³⁸ Isto pode indicar que o grau de conversão não afetou diretamente as propriedades mecânicas dos CIVs.

Assim, a capacidade do TMP de complexar cátions durante a reação ácido-base pode ser o principal fator que influenciou as propriedades mecânicas do material e elevou a liberação de F dos CIVs com a adição de 14% de TMP. O presente estudo mostra que

a adição de TMP no ionômero é possível, porém a liberação é menor em baixas concentrações. Mesmo assim, a presença do TMP em menor quantidade juntamente com a liberação de F do ionômero é capaz de levar a um efeito adicional contra a desmineralização do esmalte. No presente estudo, o grupo com 7% de TMP, mesmo não apresentando maior liberação de F quando comparado ao CIV, apresentou menor perda mineral e maior incorporação de F no esmalte quando comparado ao CIV (Tabela 1). Baseado em estudos prévios^{9,10,21,23,24} sabe-se que a associação do TMP ao F reduz a perda mineral e seu efeito é explicado pela sua capacidade de adsorção ao esmalte e substantividade, formando uma barreira que reduz a difusão de ácido evitando a desmineralização.

A adição do TMP levou a poucos efeitos deletérios no ionômero de vidro modificado por resina e aumentou sua capacidade de resistir ao processo de desmineralização. Assim, o resultado do presente estudo pode contribuir no desenvolvimento de novas formulações, modificações ou associações de agentes de prevenção de cárie duplos ativos que possam melhorar o desempenho de materiais restauradores. As análises utilizadas indicam pontos que devem ser pesquisados para desenvolver novos materiais associados a fosfatos inorgânicos em sua formulação.

CONCLUSÃO

Pode-se concluir que a incorporação do TMP ao CIV aumenta a liberação de F, promove redução na desmineralização do esmalte mantendo as propriedades físico-mecânicas dentro dos parâmetros para este material. A redução do tamanho da partícula de TMP não

levou a melhores resultados. O aumento na concentração de TMP aumenta liberação de F e reduz a perda mineral.

REFERÊNCIAS

1. Chan WD, Yang L, Wan W & Rizkalla AS (2006) Fluoride release from dental cements and composites: a mechanistic study *Dental Materials* **22 (4)** 366-373.
2. Gama-Teixeira A, Simionato MR, Elian SN, Sobral MA & Luz MAC (2007) Streptococcus mutans-induced secondary caries adjacent to glass ionomer cement, composite resin and amalgam restorations in vitro *Brazilian Oral Research* **21 (4)** 368-374.
3. Hicks J, Garcia-Godoy F, Donly K & Flaitz C (2003) Fluoride-releasing restorative materials and secondary caries *Journal of the California Dental Association* **31 (3)** 229-245.
4. Loguercio AD, Reis A, Navarro MFL (2007) Materiais híbridos In: Reis A, Loguercio AD (eds) *Materiais Dentários Restauradores Diretos: dos Fundamentos à Aplicação Clínica* Santos, São Paulo 253-273.
5. Silva KG, Pedrini D, Delbem AC & Cannon M (2007) Microhardness and fluoride release of restorative materials in different storage media *Brazilian Dental Journal* **18 (4)** 309-313.
6. Pedrini D, Delbem AC, França JG & Machado TM (2003) Fluoride release by restorative materials before and after a topical application of fluoride gel *Pesquisa Odontológica Brasileira* **17(2)** 137-141.
7. Paschoal MA, Gurgel CV, Rios D, Magalhães AC, Buzalaf MA & Machado MA (2011) Fluoride release profile of a nanofilled resin-modified glass ionomer cement *Brazilian Dental Journal* **22(4)** 275-279.

8. Gururaj M, Shetty R, Nayak M, Shetty S & Kumar CV (2013) Fluoride releasing and uptake capacities of esthetic restorations *The Journal of Contemporary Dental Practice* **14(5)** 887-891.
9. Tiveron AR, Delbem AC, Gaban G, Sasaki KT & Pedrini D (2013) Effect of resin composites with sodium trimetaphosphate with or without fluoride on hardness, ion release and enamel demineralization *American Journal of Dentistry* **26 (4)** 201-206.
10. Tiveron AR, Delbem AC, Gaban G, Sasaki KT & Pedrini D (2015) In vitro enamel remineralization capacity of composite resins containing sodium trimetaphosphate and fluoride *Clinical Oral Investigations* **23** doi 10.1007/s00784-015-1404-9.
11. Chinelatti MA, Chimello DT, Ramos RP & Palma-Dibb RG (2006) Evaluation of the surface hardness of composite resins before and after polishing at different times *Journal of Applied Oral Science* **14 (3)** 188-192.
12. Arcís RW, López-Macipe A, Toledano M, Osorio E, Rodríguez-Clemente R, Murtra J, Fanovich MA & Pascual CD (2002) Mechanical properties of visible light-cured resins reinforced with hydroxyapatite for dental restoration *Dental Materials* **18(1)** 49-57.
13. Xu HH, Weir MD, Sun L, Moreau JL, Takagi S, Chow LC & Antonucci JM (2010) Strong nanocomposites with Ca, PO(4), and F release for caries inhibition *Journal of Dental Research* **89 (1)** 19-28.
14. Danelon M, Pessan JP, Neto FN, Camargo ER & Delbem AC (2015) Effect of toothpaste with nano-sized trimetaphosphate on dental caries: in situ study *Journal of Dentistry* **43 (7)** 806-813.

15. Silva KG, Pedrini D, Delbem AC & Cannon M (2007) Effect of pH variations in a cycling model on the properties of restorative materials *Operative Dentistry* **32** (4) 328-335.
16. Fiske CH & Subbarow Y (1925) The colorimetric determination of phosphorus *The Journal of Biological Chemistry* **66** (2) 375-400.
17. Wang L, D'Alpino PH, Lopes LG & Pereira JC (2003) Mechanical properties of dental restorative materials: relative contribution of laboratory tests *Journal of Applied Oral Science* **11** (3) 162-167.
18. Rodrigues E, Delbem AC, Pedrini D & Oliveira MS (2008) pH-cycling model to verify the efficacy of fluoride-releasing materials in enamel demineralization *Operative Dentistry* **33** (6) 658-665.
19. Vieira AE, Delbem AC, Sasaki KT, Rodrigues E, Cury JA & Cunha RF (2005) Fluoride dose response in pH-cycling models using bovine enamel *Caries Research* **39** (6) 514-520.
20. Argenta RM, Tabchoury CP & Cury JA (2003) A modified pH-cycling model to evaluate fluoride effect on enamel demineralization *Pesquisa Odontológica Brasileira* **17** (3) 241-246.
21. Takeshita EM, Castro LP, Sasaki KT & Delbem AC (2009) In vitro evaluation of dentifrice with low fluoride content supplemented with trimetaphosphate *Caries Research* **43** (1) 50-56.
22. Alves KM, Pessan JP, Brighenti FL, Franco KS, Oliveira FA, Buzalaf MA, Sasaki KT & Delbem AC (2007) In vitro evaluation of the effectiveness of acidic fluoride dentifrices *Caries Research* **41** (4) 263-267.

23. Danelon M, Takeshita EM, Peixoto LC, Sasaki KT & Delbem AC (2014) Effect of fluoride gels supplemented with sodium trimetaphosphate in reducing demineralization *Clinical Oral Investigations* **18 (4)** 1119-1127.
24. Takeshita EM, Danelon M, Castro LP, Sasaki KT & Delbem AC (2015) Effectiveness of a toothpaste with low fluoride content combined with trimetaphosphate on dental biofilm and enamel demineralization in situ *Caries Research* **49(4)** 394-400.
25. van Wazer JR & Campanella DA (1950) Structure and properties of the condensed phosphates. IV. Complex ion formation in polyphosphate solutions *Journal of the American Chemical Society* **72** 655–663.
26. Crisp S, Pringuer MA, Wardleworth D & Wilson AD (1974) Reactions in glass ionomer cements: II. An infrared spectroscopic study *Journal of Dental Research* **53 (6)** 1414–1419.
27. Hosida TY, Delbem AC, Moraes JCS, Camargo ER, Souza JAS, Favretto CO, Silva MER & Pedrini D (2015) Efeito da adição de metafosfato ao cimento de ionômero de vidro nas propriedades físico-mecânicas e de liberação de fluoreto *Brazilian Oral Research* **29 (suppl 1)** Abstract #PN1026 p 399.
28. Khouw-Liu VH, Anstice HM & Pearson GJ (1999) An *in vitro* investigation of a poly (vinyl phosphonic acid) based cement with four conventional glass-ionomer cements. Part 1: Flexural strength and fluoride release *Journal of Dentistry* **27 (5)** 351-357.
29. Al Zraikat H, Palamara JE, Messer HH, Burrow MF & Reynolds EC (2011) The incorporation of casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate into a glass ionomer cement *Dental Materials* **27 (3)** 235–243.

30. De Gee AJ (1999) Physical properties of glass-ionomer cements: setting shrinkage and wear In: Davidson CL, Mjor IA (eds) *Advances in Glass-Ionomer Cements* Quintessence, Illinois 51–65.
31. Valarelli EP (1997) Effect of time on the diametral tensile strength of resin-modified restorative glass-ionomer cements *Journal of Dental Research* **76** (Special Issue) Abstract #3274 p 423.
32. Xie D, Chung ID, Wu W & Mays J (2004) Synthesis and evaluation of HEMA-free glass-ionomer cements for dental applications *Dental Materials* **20** (5) 470–478.
33. Kerby RE, Knobloch L & Thakur A (1997) Strength properties of visible-light-cured resin-modified glass-ionomer cements *Operative Dentistry* **22** (2) 79–83.
34. Xie D, Zhao J & Park JG (2007) A novel light-cured glass-ionomer system for improved dental restoratives *Journal of materials science. Materials in medicine* **18** (10) 1907–1916.
35. Musa A, Pearson GJ & Gelbier M (1996) In vitro investigation of fluoride ion release from four resin-modified glass polyalkenoate cements *Biomaterials* **17** (10) 1019–1023.
36. Cefaly DF, Mello LL, Wang L, Lauris JR & D'Alpino PH (2009) Effect of light curing unit on resin-modified glass-ionomer cements: a microhardness assessment *Journal of Applied Oral Science* **17** (3) 150–154.
37. Mobarak E, Elsayad I, Ibrahim M & El-Badrawy W (2009) Effect of LED light-curing on the relative hardness of tooth-colored restorative materials *Operative Dentistry* **34** (1) 65–71.
38. Dancey CP & Reidy J (2011) *Statistics Without Maths for Psychology* Pearson, London.

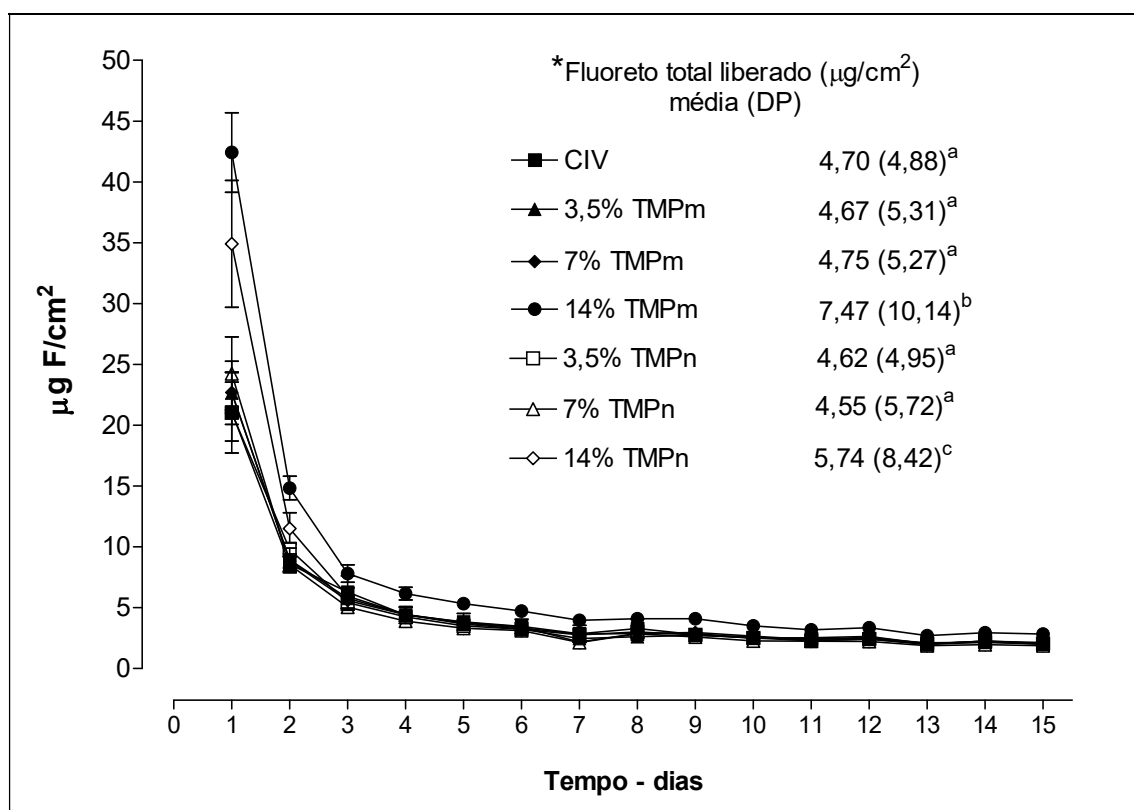


Figura 1. Valores médios de fluoreto liberado nas soluções DES e RE em função do tempo (15 dias). Barras verticais mostram o desvio padrão da média. *Valores médios (DP) de fluoreto total liberado nas soluções DES e RE durante 15 dias. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos (Student-Newman-Keuls, $p < 0,05$).

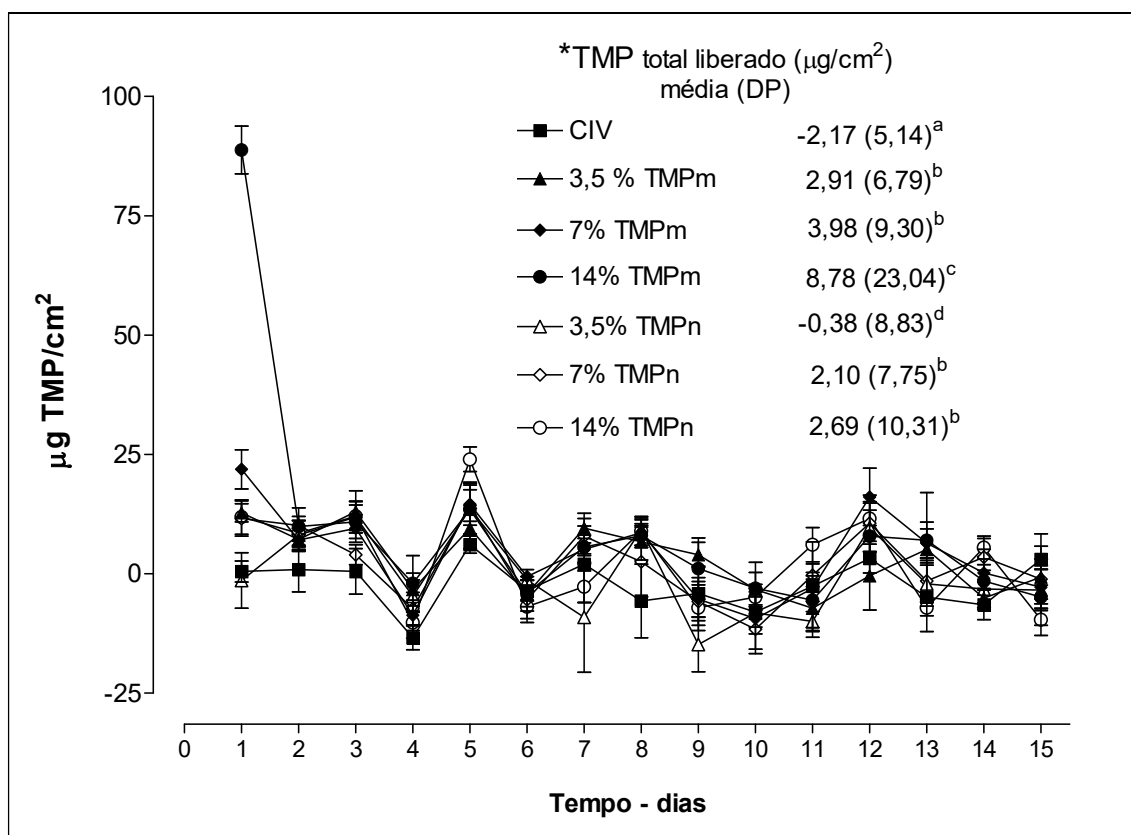


Figura 2. Valores médios de TMP liberado nas soluções DES e RE em função do tempo (15 dias). Barras verticais mostram o desvio padrão da média. *Valores médios (DP) de TMP total liberado nas soluções DES e RE durante 15 dias. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos (Student-Newman-Keuls, $p < 0,05$).

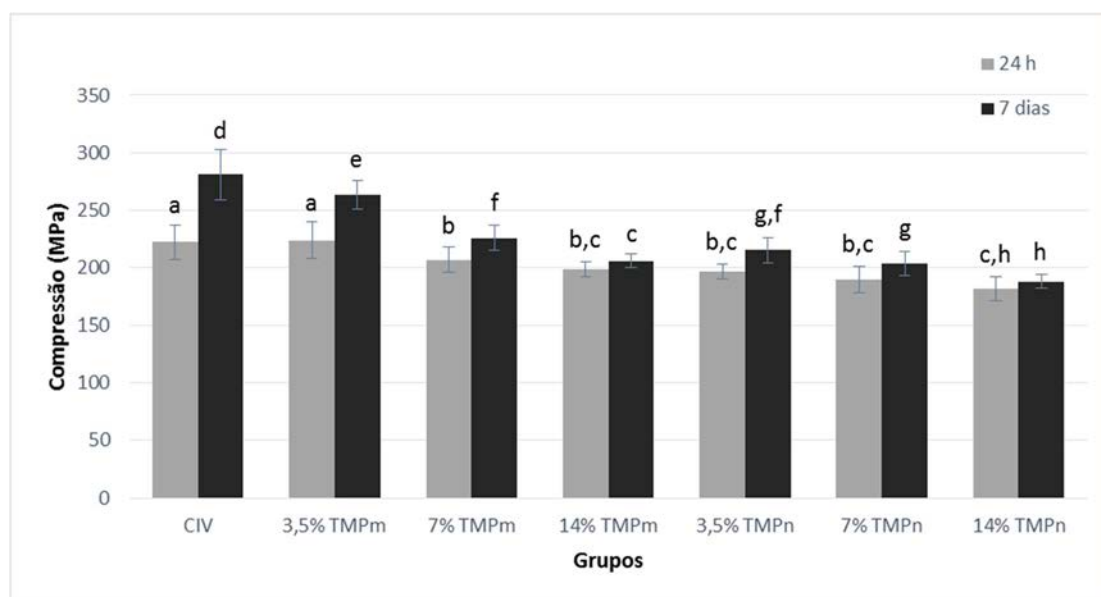


Figura 3. Valores médios da resistência à compressão em função dos grupos experimentais. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos e o tempo. Barras verticais mostram o desvio padrão da média.

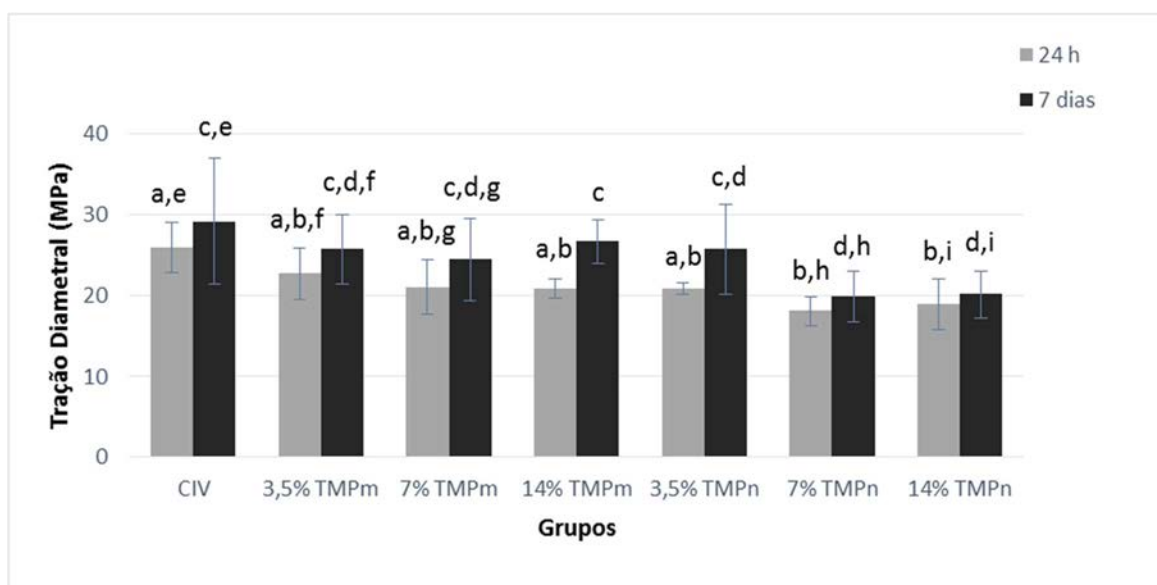


Figura 4. Valores médios da resistência à tração diametral em função dos grupos experimentais. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos e o tempo. Barras verticais mostram o desvio padrão da média.

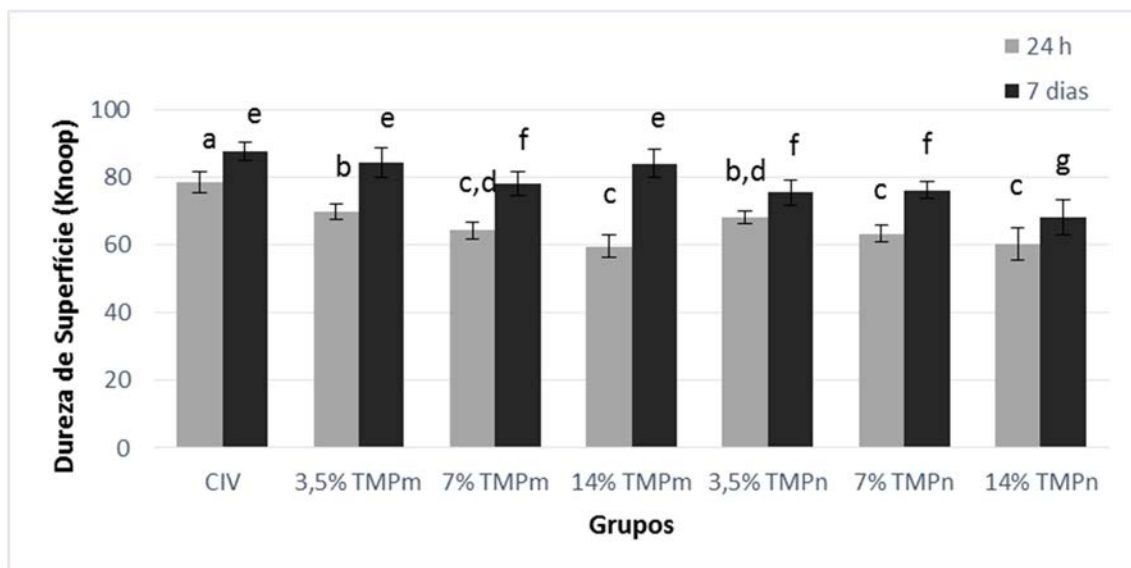


Figura 5. Valores médios da dureza de superfície em função dos grupos experimentais. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos e o tempo. Barras verticais mostram o desvio padrão da média.

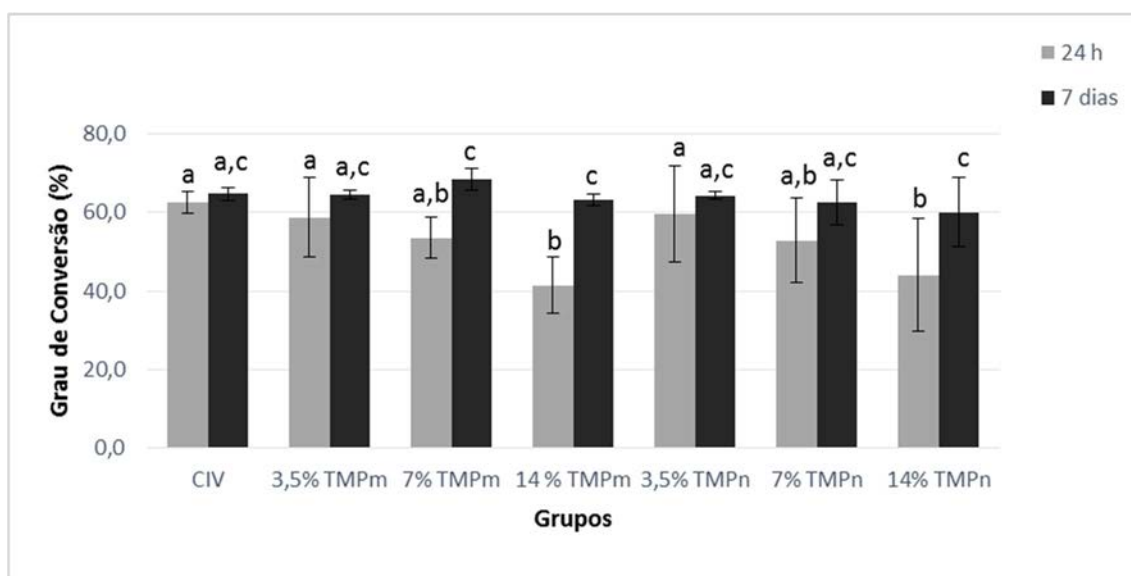


Figura 6. Valores médios do grau de conversão dos monômeros em função dos grupos experimentais. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos e o tempo. Barras verticais mostram o desvio padrão da média.

Tabela 1: Valores médios (DP) obtidos das análises nos blocos de esmalte (n=12) após a ciclagem de pH de acordo com os grupos

Grupos	Análises			
	DS ₂	%DS	ΔKHN	F (μg/mm ³)
Placebo	40,8 (31,2) ^{a*}	-88,4 (8,8) ^a	7336,5 (1013,2) ^a	2,99 (0,28) ^a
CIV	175,2 (28,2) ^b	-50,0 (7,6) ^b	3869,8 (1389,7) ^b	3,96 (0,62) ^b
3,5% TMPm	193,7 (21,5) ^{b,c}	-44,3 (6,5) ^{b,c}	2996,9 (977,8) ^{b,c}	4,20 (0,44) ^b
7% TMPm	208,7 (22,0) ^c	-40,1 (6,5) ^{c,e}	2578,1 (962,5) ^c	4,89 (0,79) ^c
14% TMPm	256,0 (23,4) ^d	-26,3 (6,8) ^d	1394,5 (479,1) ^d	5,09 (0,72) ^c
3,5% TMPn	193,1 (15,9) ^{b,c}	-44,8 (4,9) ^{b,c}	2935,1 (760,1) ^{b,c}	3,98 (1,09) ^b
7% TMPn	218,5 (23,7) ^c	-36,4 (6,4) ^c	2228,5 (557,7) ^c	4,82 (1,14) ^c
14% TMPn	272,0 (31,3) ^d	-21,5 (9,2) ^d	1384,4 (391,8) ^d	5,14 (1,16) ^c

*Letras distintas mostram diferença entre os grupos (DS₂, %DS, ΔKHN e F: Student-Newman-Keuls, p<0,05).

Anexos

Anexo A

Normalização: Revista Operative Dentistry

OPERATIVE DENTISTRY

INSTRUCTIONS TO AUTHORS

New Instructions as of **20 September 2008**

Operative Dentistry requires electronic submission of all manuscripts. All submissions must be sent to Operative Dentistry using the [Allen Track upload site](#). Your manuscript will only be considered officially submitted after it has been approved through our initial quality control check, and any problems have been fixed. You will have 6 days from when you start the process to submit and approve the manuscript. After the 6 day limit, if you have not finished the submission, your submission will be removed from the server. You are still able to submit the manuscript, but you must start from the beginning. Be prepared to submit the following manuscript files in your upload:

- A Laboratory or Clinical Research Manuscript file must include:
 - A title
 - a running (short) title
 - a clinical relevance statement
 - a concise summary (abstract)
 - introduction, methods & materials, results, discussion and conclusion
 - references (see below)
 - The manuscript **MUST NOT** include any:
 - Identifying information such as:
 - Authors
 - Acknowledgements
 - Correspondence information
 - Figures
 - Graphs
 - Tables
- An acknowledgement, disclaimer and/or recognition of support (if applicable) must in a separate file and uploaded as supplemental material.
- All figures, illustrations, graphs and tables must also be provided as individual files. These should be high resolution images, which are used by the editor in the

actual typesetting of your manuscript. Please refer to the instructions below for acceptable formats.

- All other manuscript types use this template, with the appropriate changes as listed below.

Complete the online form which includes complete author information and select the files you would like to send to Operative Dentistry. Manuscripts that do not meet our formatting and data requirements listed below will be sent back to the corresponding author for correction.

GENERAL INFORMATION

- All materials submitted for publication must be submitted exclusively to Operative Dentistry.
- The editor reserves the right to make literary corrections.
- Currently, color will be provided at no cost to the author if the editor deems it essential to the manuscript. However, we reserve the right to convert to gray scale if color does not contribute significantly to the quality and/or information content of the paper.
- The author(s) retain(s) the right to formally withdraw the paper from consideration and/or publication if they disagree with editorial decisions.
- International authors whose native language is not English must have their work reviewed by a native English speaker prior to submission.
- Spelling must conform to the American Heritage Dictionary of the English Language, and SI units for scientific measurement are preferred.
- While we do not currently have limitations on the length of manuscripts, we expect papers to be concise; Authors are also encouraged to be selective in their use of figures and tables, using only those that contribute significantly to the understanding of the research.
- Acknowledgement of receipt is sent automatically. If you do not receive such an acknowledgement, please contact us at editor@jopdent.org rather than resending your paper.
- **IMPORTANT:** Please add our e-mail address to your address book on your server to prevent transmission problems from spam and other filters. Also make sure that your server will accept larger file sizes. This is particularly important since we send page-proofs for review and correction as .pdf files.

REQUIREMENTS

• FOR ALL MANUSCRIPTS

1. **CORRESPONDING AUTHOR** must provide a WORKING / VALID e-mail address which will be used for all communication with the journal.
NOTE: Corresponding authors **MUST** update their profile if their e-mail or postal address changes. If we cannot contact authors within seven days, their manuscript will be removed from our publication queue.
2. **AUTHOR INFORMATION** must include:
 - Full name of all authors
 - complete mailing address **for each author**
 - degrees (e.g. DDS, DMD, PhD)

- affiliation (e.g. Department of Dental Materials, School of Dentistry, University of Michigan)
- 3. **MENTION OF COMMERCIAL PRODUCTS/EQUIPMENT** must include:
 - Full name of product
 - full name of manufacturer
 - city, state and/or country of manufacturer
- 4. **MANUSCRIPTS AND TABLES** must be provided as Word files. Please limit size of tables to no more than one US letter sized page. (8 ½ " x 11")
- 5. **ILLUSTRATIONS, GRAPHS AND FIGURES** must be provided as TIFF or JPEG files with the following parameters
 - line art (and tables that are submitted as a graphic) must be sized at approximately 5" x 7" and have a resolution of 1200 dpi.
 - gray scale/black & white figures must have a minimum size of 3.5" x 5", and a maximum size of 5" x 7" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.
 - color figures must have a minimum size of 2.5" x 3.5", and a maximum size of 3.5" x 5" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.
 - color photographs must be sized at approximately 3.5" x 5" and have a resolution of 300 dpi.

• **OTHER MANUSCRIPT TYPES**

1. **CLINICAL TECHNIQUE/CASE STUDY MANUSCRIPTS** must include:
 - arunning (short) title
 - purpose
 - description of technique
 - list of material sused
 - potential problems
 - summary of advantages and disadvantages
 - references (see below)
2. **LITERATURE AND BOOK REVIEW MANUSCRIPTS** must include:
 - A running (short) title
 - a clinical relevance statement based on the conclusions of the review
 - conclusions based on the literature review...without this, the review is just an exercise
 - references (see below)

• **FOR REFERENCES**

REFERENCES must be numbered (superscripted numbers) consecutively as they appear in the text and, where applicable, they should appear after punctuation.

The reference list should be arranged in numeric sequence at the end of the manuscript and should include:

1. Author(s) last name(s) and initial (ALL AUTHORS must be listed) followed by the date of publication in parentheses.
2. Full article title.
3. Full journal name in italics (no abbreviations), volume and issue numbers and first and last page numbers complete (i.e. 163-168 NOT attenuated 163-68).
4. Abstracts should be avoided when possible but, if used, must include the above plus the abstract number and page number.
5. Book chapters must include chapter title, book title in italics, editors' names (if appropriate), name of publisher and publishing address.
6. Websites may be used as references, but must include the date (day, month and year) accessed for the information.
7. Papers in the course of publication should only be entered in the references if they have been accepted for publication by a journal and then given in the standard manner with "In press" following the journal name.
8. **DO NOT** include unpublished data or personal communications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date.

EXAMPLES OF REFERENCE STYLE

- Journal article: two authors

Evans DB & Neme AM (1999) Shear bond strength of composite resin and amalgam adhesive systems to dentin *American Journal of Dentistry* **12 (1)** 19-25.

- Journal article: multiple authors

Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH & Robinson SJ (1997) Current concepts on adhesion to dentin *Critical Review of Oral and Biological Medicine* **8 (3)** 306-335.

- Journal article: specialissue/supplement

Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P & Vanherle G (2001) Adhesives and cements to promote preservation dentistry *Operative Dentistry* (**Supplement 6**) 119-144.

- Abstract:

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Okazaki M, Shintani H & Suzuki K (2003) Comparative study on adhesive performance of functional monomers *Journal of Dental Research* **82 (Special Issue B)** Abstract #0051 p B-19.

- Corporate publication:

ISO-Standards (1997) ISO 4287 Geometrical Product Specifications Surface texture: Profile method – Terms, definitions and surface texture parameters *Geneve: International Organization for Standardization 1st edition* 1-25.

- Book: single author

Mount GJ (1990) *An Atlas of Glass-ionomer Cements* Martin Duntz Ltd, London.

- Book: twoauthors

Nakabayashi N &Pashley DH (1998) *Hybridization of Dental Hard Tissues* Quintessence Publishing, Tokyo.

- Book: chapter

Hilton TJ (1996) Direct posterior composite restorations In: Schwarts RS, Summitt JB, Robbins JW (eds) *Fundamentals of Operative Dentistry* Quintessence, Chicago 207-228.

- Website: single author

Carlson L (2003) Web site evolution; Retrieved online July 23, 2003 from: <http://www.d.umn.edu/~lcarlson/cms/evolution.html>

- Website: corporate publication

National Association of Social Workers (2000) NASW Practice research survey 2000. NASW Practice Research Network, 1. 3. Retrieved online September 8, 2003 from: <http://www.socialworkers.org/naswprn/default>

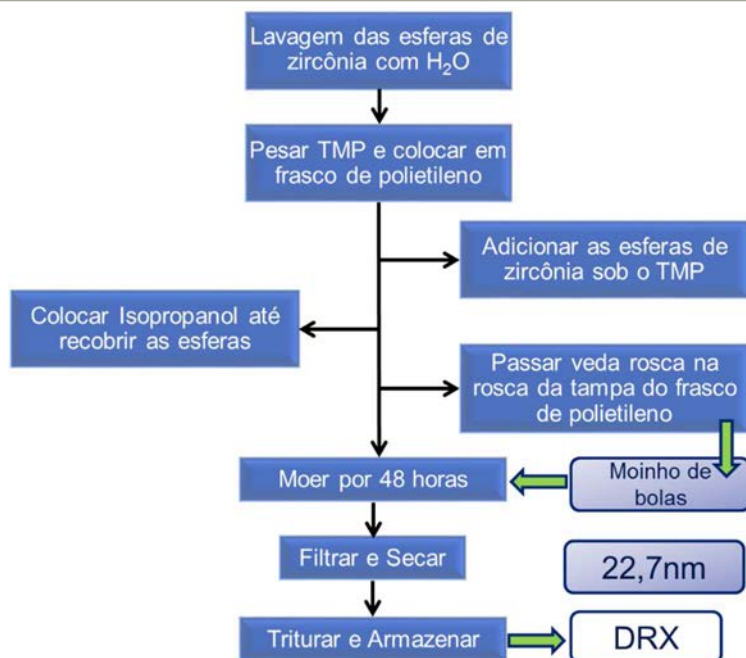
Anexo B

Preparo do TMPm



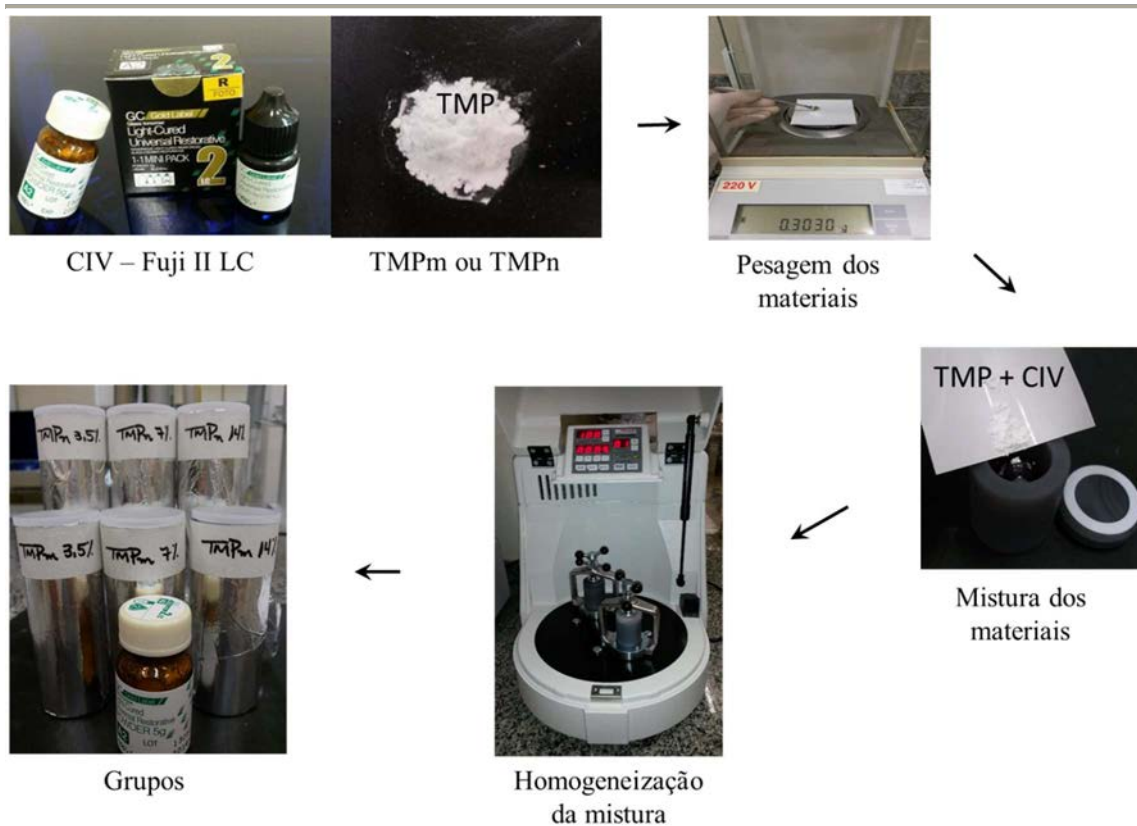
Peneiras granulométricas acopladas ao agitador eletromagnético para padronização das partículas de TMPm ($<53 \mu\text{m}$).

Preparo do TMPn



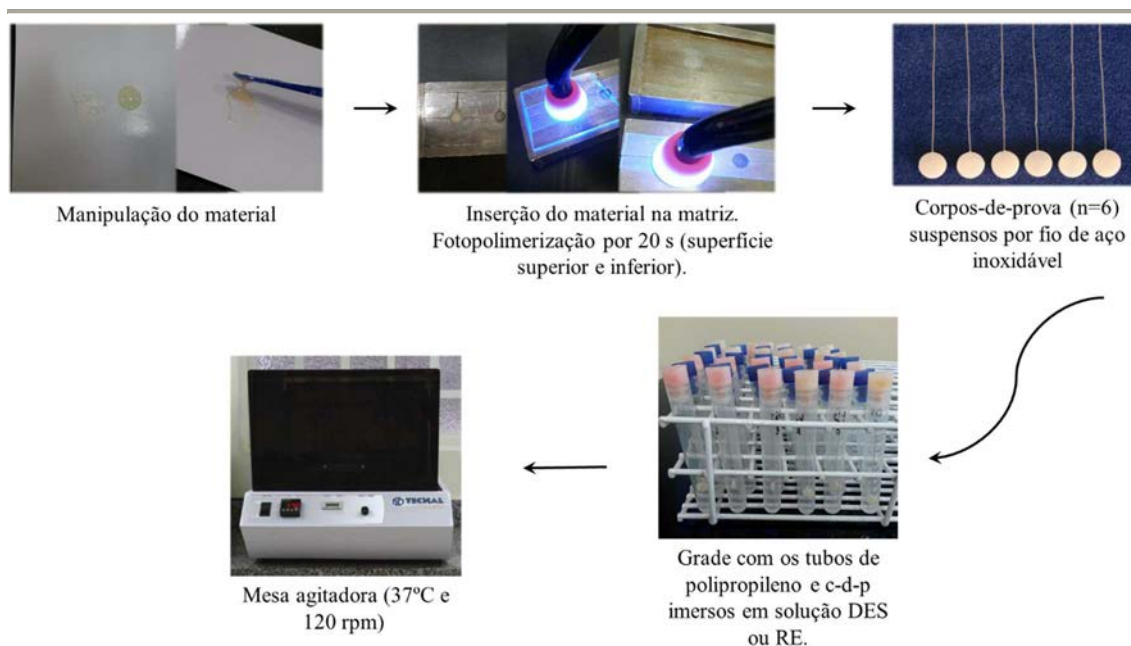
Anexo C

Preparo da mistura do CIV com o TMP

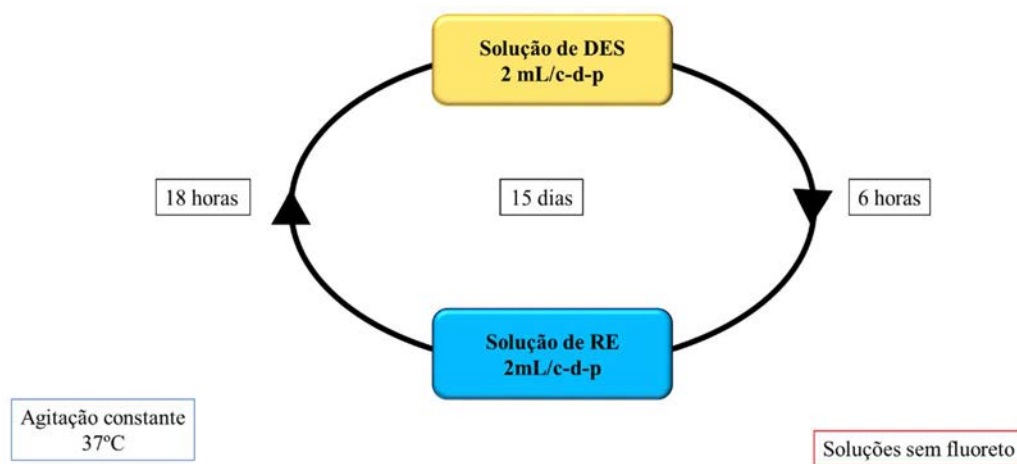


Anexo D

Liberação de F e P (TMP) dos materiais



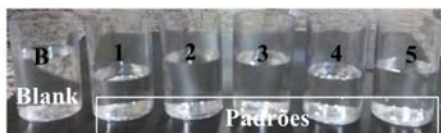
Ciclagem dos materiais para dosar as concentrações de F e TMP das soluções DES e RE



Anexo E

Análise da liberação de F dos materiais

Dosagem de F das soluções DES e RE



Soluções padrão para calibração do eletrodo



Eletrodo específico para íon F.
Leituras realizadas sob
agitação constante

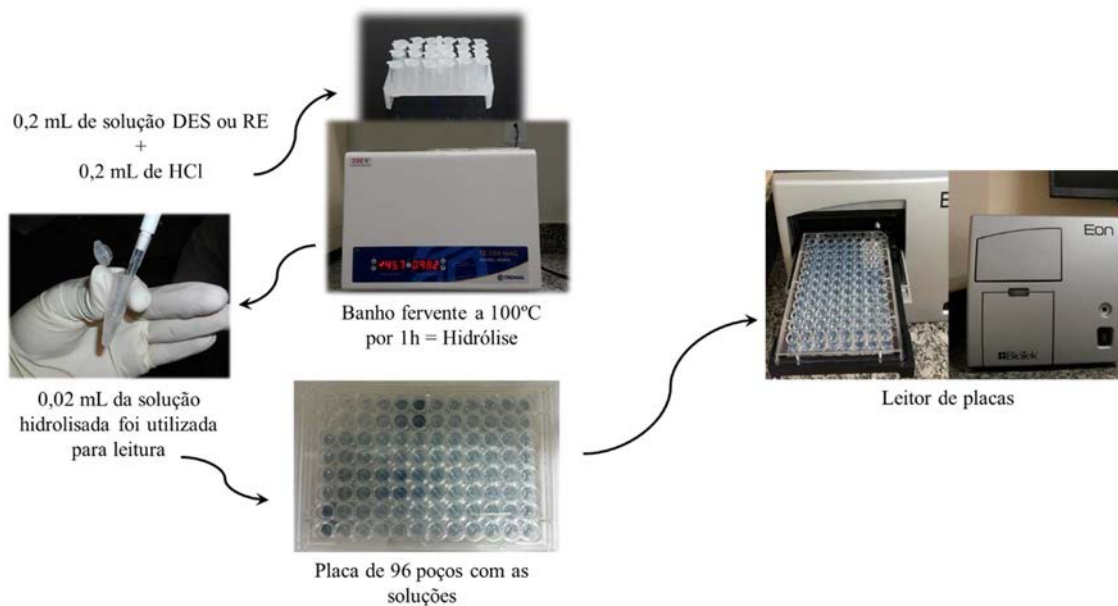


0,5 mL da solução
DES ou RE
+
0,5 mL de TISAB II

Anexo F

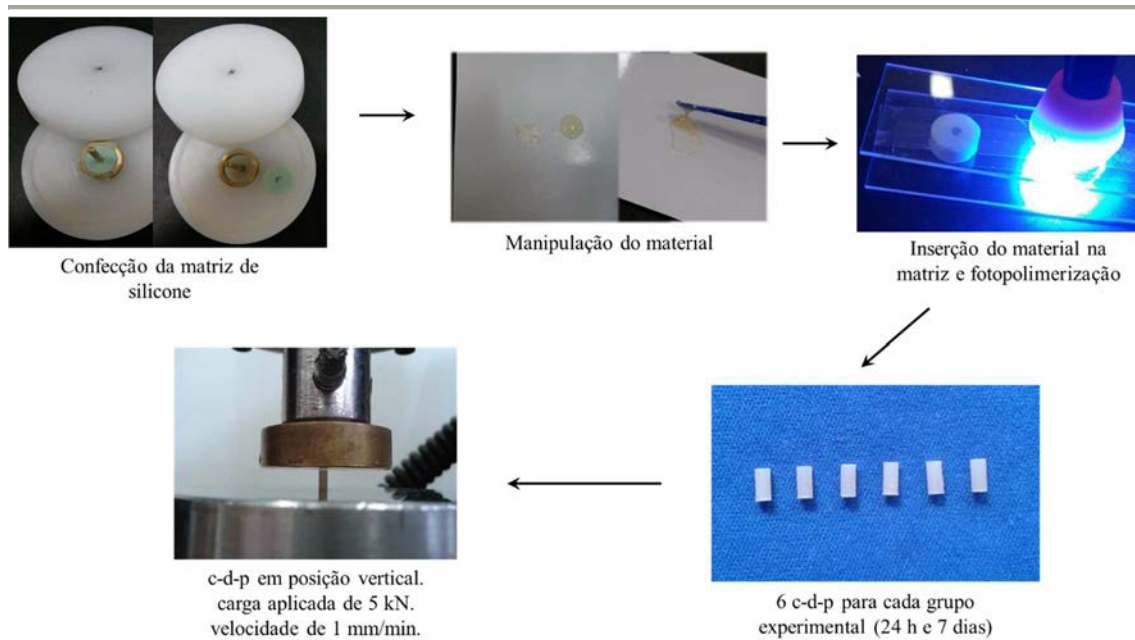
Análise da liberação de TMP dos materiais

Dosagem de TMP das soluções DES e RE



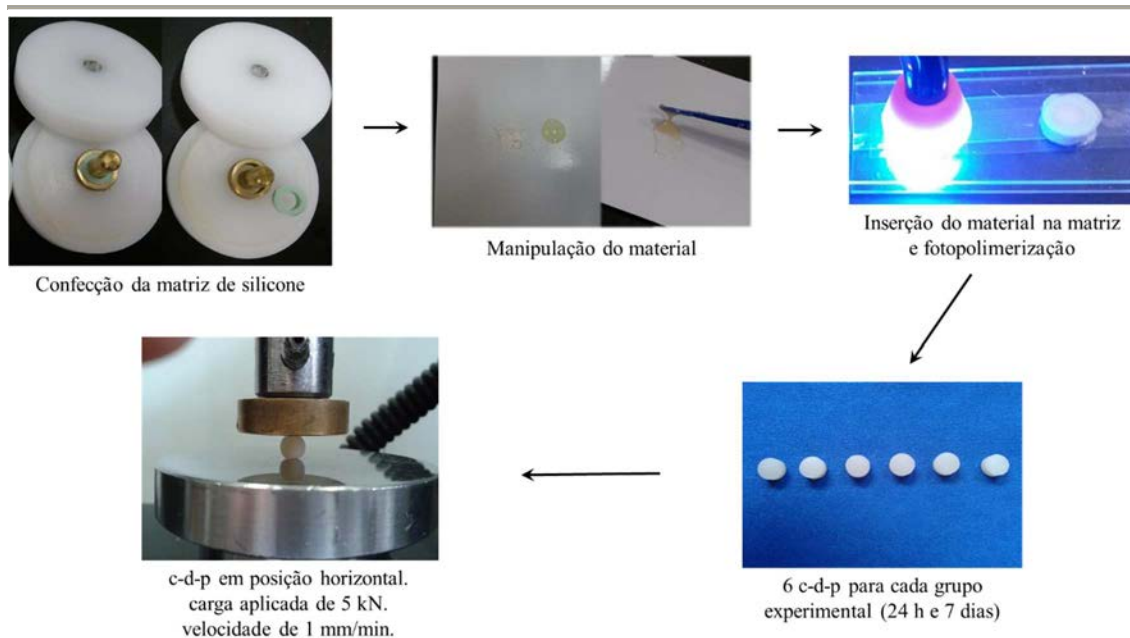
Anexo G

Avaliação da resistência à compressão



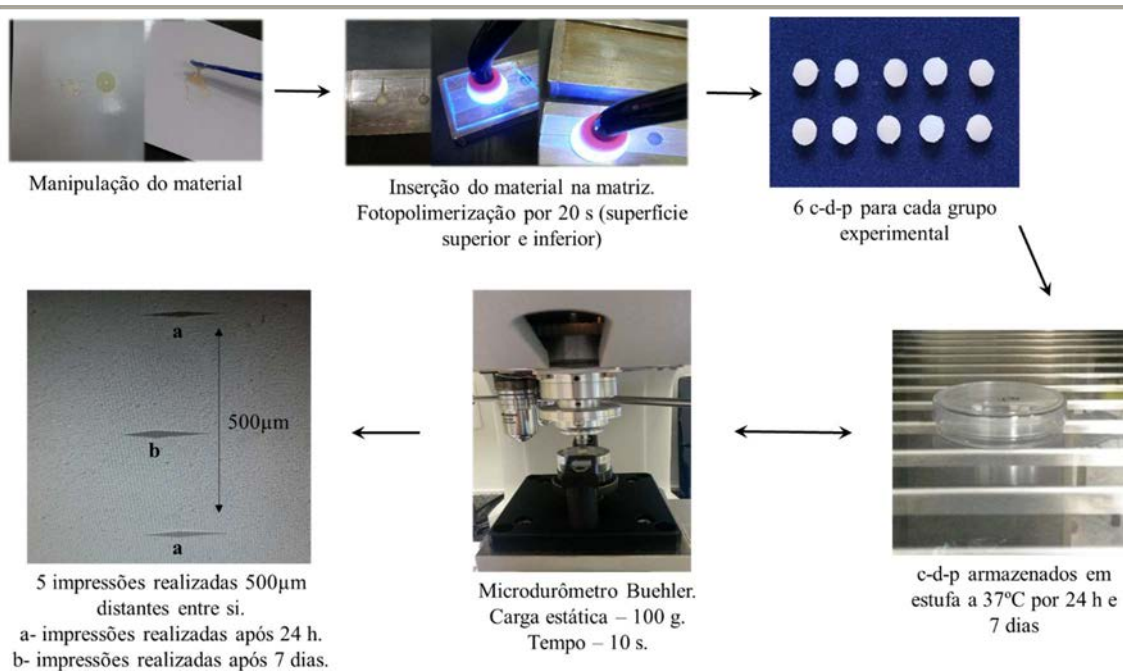
Anexo H

Avaliação da resistência à tração diametral



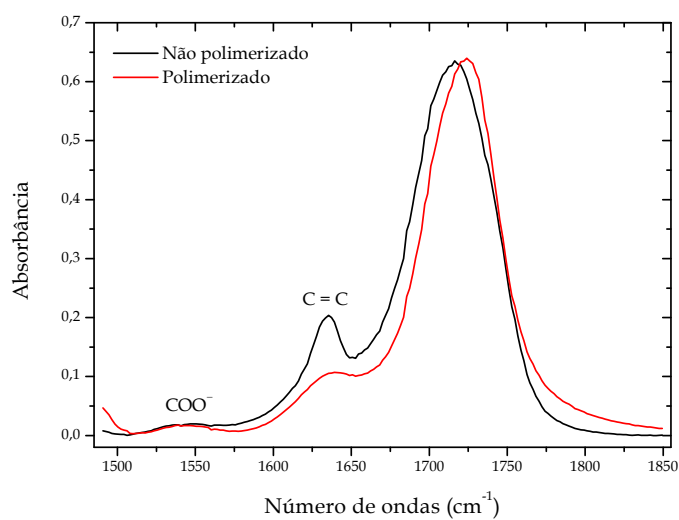
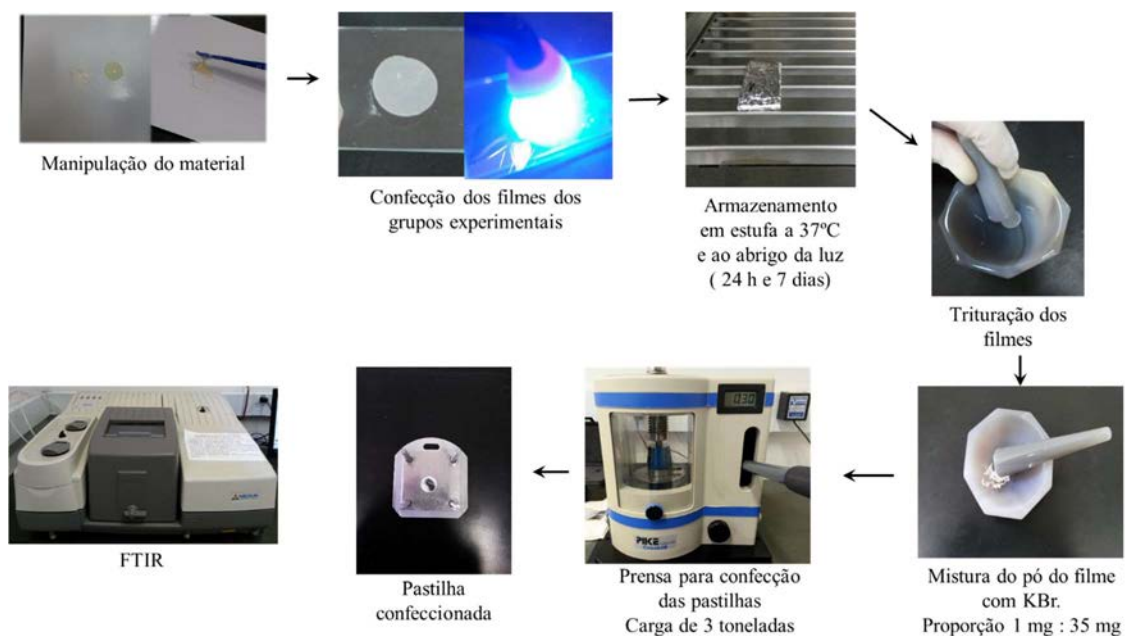
Anexo I

Teste da dureza de superfície dos materiais



Anexo J

Determinação do grau de conversão (GC) dos monômeros dos CIVs



Região espectral mostrando as duas bandas de absorções utilizadas para estudar o grau de conversão.

Anexo K



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"



CAMPUS ARAÇATUBA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
FACULDADE DE MEDICINA VETERINÁRIA

CEUA - Comissão de Ética no Uso de Animais
CEUA - Ethics Committee on the Use of Animals

CERTIFICADO

Certificamos que o Projeto de Pesquisa intitulado **"Efeito da incorporação do trimetafosfato de sódio ao cimento de ionômetro de vidro sobre as propriedades físico-mecânicas e anticárie"**, Processo FOA nº 2014-00109, sob responsabilidade Denise Pedrini Ostini apresenta um protocolo experimental de acordo com os Princípios Éticos da Experimentação Animal e sua execução foi aprovada pela CEUA em 12 de março de 2014.

VALIDADE DESTE CERTIFICADO: 31 de Maio de 2016.

DATA DA SUBMISSÃO DO RELATÓRIO FINAL: até 30 de Junho de 2016.

CERTIFICATE

We certify that the study entitled **"Effect of the addition of sodium trimetaphosphate on physical-mechanical properties and anticaries activity of glass ionomer cement"**, Protocol FOA nº 2014-00109, under the supervision of Denise Pedrini Ostini presents an experimental protocol in accordance with the Ethical Principles of Animal Experimentation and its implementation was approved by CEUA on March 12, 2014.

VALIDITY OF THIS CERTIFICATE: May 31, 2016.

DATE OF SUBMISSION OF THE FINAL REPORT: June 30, 2016.

Prof. Dr. Edilson Ervolino
Coordenador da CEUA
CEUA Coordinator

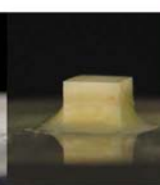
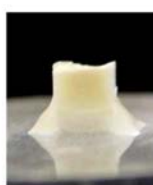
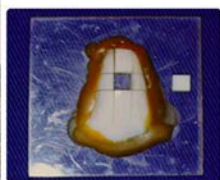
CEUA - Comissão de Ética no Uso de Animais
Faculdade de Odontologia de Araçatuba
Faculdade de Medicina Veterinária de Araçatuba
Rua José Bonifácio, 1193 - Vila Mendonça - CEP: 16015-050 - ARAÇATUBA - SP
Fone (18) 3636-3234 Email CEUA: ceua@foa.unesp.br

Anexo L

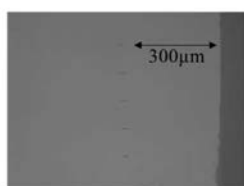
Preparo e seleção dos blocos de esmalte



Obtenção do bloco de esmalte bovino 4x4x3 mm



Bloco fixado com cera pegajosa em base acrílica.
Planificação da dentina e polimento do esmalte em politriz.



5 impressões 100 μm distantes entre si e 300 μm distantes da borda seccionada



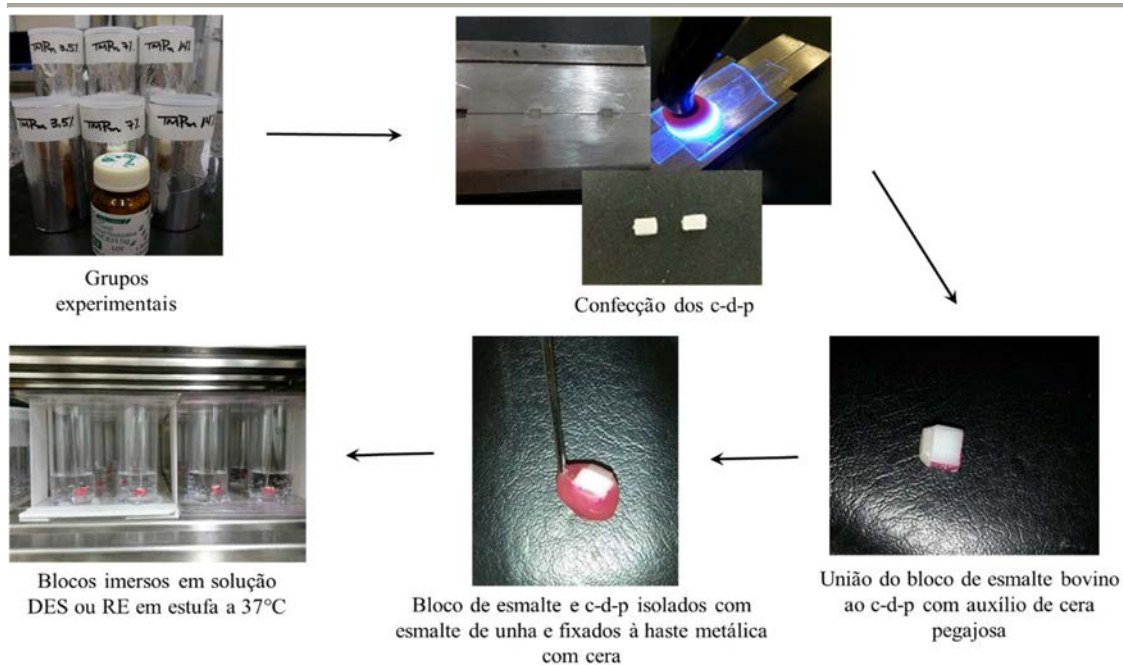
Dureza inicial do esmalte.
Carga estática – 25 g.
Tempo – 10 s.



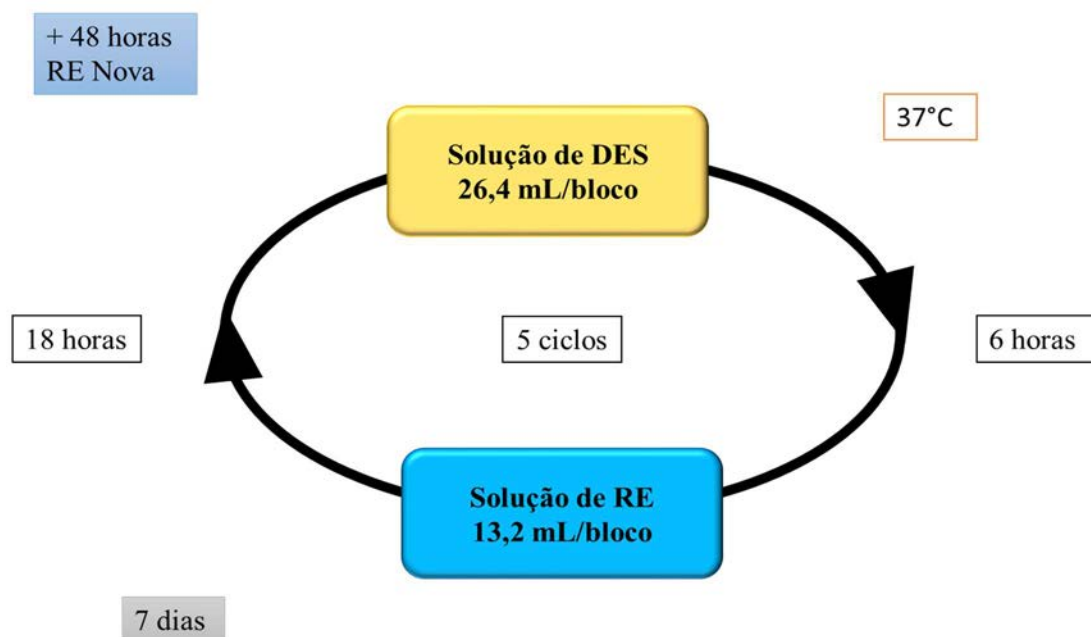
Secção transversal de 1 mm/bloco.
Obtenção do bloco 4x3x3 mm.

Anexo M

Confecção dos corpos-de-prova, ciclagem de pH (DES>RE) e dureza de superfície



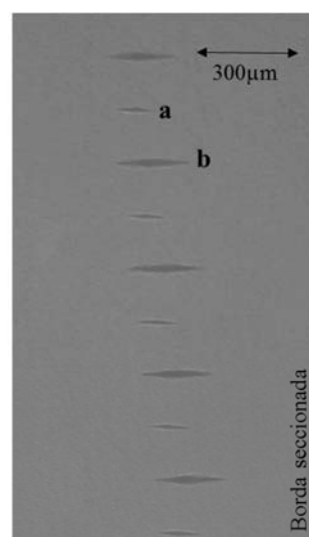
Ciclagem de pH



Vieira et al., 2005



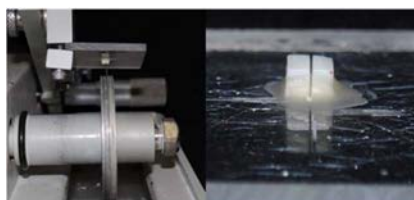
Dureza final.
Carga estática de 25 g
Tempo de 10 s



Impressões realizadas antes
e após ciclagem
a – dureza inicial
b – dureza final

Anexo N

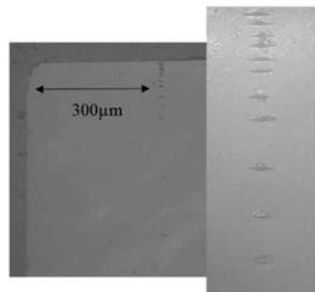
Preparo dos blocos de esmalte para determinar a dureza em secção longitudinal



Secção dos blocos (4x3x3 mm)
longitudinalmente ao meio



Metade de cada bloco foi embutido com
identificação em resina acrílica



Impressões realizadas a 300 µm da borda seccionada e 5, 10, 15,
20, 25, 30, 40, 50, 70, 90, 110, 220 e 330 µm da superfície do
esmalte



Dureza longitudinal.
Carga estática de 5 g.
Tempo de 10 s.

Anexo O

Análise de F do esmalte



Microabrasão.
Remoção de uma camada de 50 μm com
lixa adesiva de granulação 400 adaptada
ao frasco J-10.



Eletrodo específico Orion 9409-BN e
microeletrodo de referência, acoplados ao
analisador de íons Orion 720 A, para a leitura de
F presente no esmalte