

RESSALVA

Atendendo solicitação do(a)
autor(a), o texto completo desta tese
será disponibilizado somente a partir
de 04/03/2024.



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



Rafael Amorim Martins

**Efeito do envelhecimento nas propriedades de um cimento de ionômero de vidro
modificado por nanopartículas de hidroxiapatita ou por vidros bioativos 45S5**

Araraquara

2022



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



Rafael Amorim Martins

Efeito do envelhecimento nas propriedades de um cimento de ionômero de vidro modificado por nanopartículas de hidroxiapatita ou por vidros bioativos 45S5

Tese apresentada à Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara para obtenção do título de Doutor em Ciências Odontológicas, na Área de Odontopediatria

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Angela Cristina Cilense Zuanon

Araraquara

2022

M386e

Martins, Rafael Amorim

Efeito do envelhecimento nas propriedades de um cimento de ionômero de vidro modificado por nanopartículas de hidroxiapatita ou por vidros bioativos 45S5 / Rafael Amorim Martins. -- Araraquara, 2022

60 f. : il., tabs.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp),
Faculdade de Odontologia, Araraquara

Orientadora: Angela Cristina Cilense Zuanon

1. Cimentos de ionômeros de vidro. 2. Nanopartículas. 3.
Envelhecimento. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Odontologia, Araraquara. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

Rafael Amorim Martins

Efeito do envelhecimento nas propriedades de um cimento de ionômero de vidro modificado por nanopartículas de hidroxiapatita ou por vidros bioativos 45S5

Comissão julgadora

Tese para obtenção do grau de Doutor em Ciências Odontológicas na área de Odontopediatria

Presidente e orientadora Profa. Dra. Angela Cristina Cilense Zuanon

2º Examinadora Profa. Dra. Rita de Cassia Loiola Cordeiro

3º Examinadora Profa. Dra. Andrea Abi Rached Dantas

4º Examinadora Profa. Dra. Luana Mafra Marti

5º Examinadora Profa. Dra. Ana Carolina Bosco Mendes

Araraquara, 04 de março de 2022.

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.

2018/2021 Curso de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, Área de Concentração Odontopediatria, nível Doutorado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr – UNESP.

DEDICATÓRIA

Não somente a escrita dessa tese, mas como todo o percurso deste doutorado eu dedico à minha família. Foram anos de dedicação a mim, ao meu sonho, e com um suporte muito importante. Em meio a tantas dificuldades, tantos percalços, diariamente seguimos e fomos criando forças para alcançar os nossos objetivos. À minha mãe Teresinha, ao meu pai Marcos, e ao meu irmão Pedro a minha gratidão por serem minha base. Nada teria sido possível sem vocês comigo.

Esta tese e este doutorado jamais teriam acontecido sem o apoio e a dedicação da minha orientadora Profa. Dra. Angela Cristina Cilense Zuanon, carinhosamente Cris. Um orgulho imenso dedicar este trabalho a ela, e ter sido seu aluno. Ser conhecido como o *“Rafa da Cris”* é uma honra e uma felicidade para mim que carregarei eternamente. Crescer aprendendo com esta professora única me mudou, moldou, e me ajudou a me tornar o profissional que sou hoje. E muito além de sala de aula, de clínica e laboratório com ela aprendi sobre a vida. Talvez me estenda aqui, mas são 11 anos desde o nosso primeiro contato. Programa de Educação Tutorial (PET), iniciações científicas, disciplina de Odontopediatria, orientação na clínica de Odontopediatria da graduação, mestrado e por fim o doutorado. Uma relação longa, duradoura, e muito especial. Com seus altos e baixos, mas com a certeza de um privilégio imenso em ter tido na minha orientadora uma professora, uma amiga e muitas vezes até uma mãe. Nunca conseguirei dizer um obrigado a altura do que você merece Cris, mas nós sabemos da nossa jornada, e você sabe do imenso amor, respeito, carinho, admiração e gratidão que tenho a você. Todas as palavras aqui ditas jamais serão suficientes para externar todos os meus sentimentos a você. Fica a certeza de que você terá em mim o seu braço direito sempre que precisar, e o meu compromisso de me fazer e ser presente em sua vida, porque eu não imagino a minha caminhada sem os seus conselhos, as suas risadas, a sua confiança em mim em momentos que até eu mesmo duvido, e as nossas trocas sempre tão únicas, que mesmo nas nossas diferenças, só geraram crescimento a partir do momento que começamos a caminhar lado a lado. Muito obrigado, por tudo e por tanto!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Primeiramente a Deus, minha força diária para enfrentar todo e qualquer obstáculo. Em todos os obstáculos e dificuldades eram a Ele que eu recorria, e em todos os momentos de alegria e vitórias os agradecimentos eram a Ele também. Se hoje defendo essa tese é porque o Senhor assim permitiu e me amparou. Tudo no tempo de Deus, sempre!

A minha família por estar sempre me amparando e apoiando. Obrigado por serem minha fortaleza e caminharem juntos ao meu lado. Os desafios nesses longos anos não foram só meus, e vocês sempre estiveram prontos para me auxiliar, dar força, segurar minha mãe e me empurrar quando tudo parecia estagnado. Minha mãe, meu pai, meu irmão que mesmo um oceano a distância sempre esteve aqui, minhas tias e tios tão amados, e meus primos-irmãos, Amo vocês!

As amigas Luana e Carol, o meu eterno agradecimento por terem feito parte dessa minha história, serem minhas parceiras nos laboratórios, clínicas, ouvirem os desabafos e estarem juntas nos momentos de desespero, e obviamente em tantos momentos únicos e especiais. Ter vivido essa caminhada acompanhada de vocês me fez muito melhor e me ensinou tanto. Minha eterna admiração a essas duas mulheres incríveis, profissionais impecáveis, e amigas maravilhosas. Vocês são inspiração.

Aos demais amigos que também foram orientados pela Profa. Cris, e que juntos trabalhamos muito e também crescemos muito, sempre uns pelos outros. Vocês foram muito importantes em toda a minha jornada. Obrigado Luana, Carol, Matheus e Juliana. Orgulho em dividir essa família com vocês.

A todos os professores que foram responsáveis pela minha formação, eu serei eternamente grato. O melhor que podemos passar adiante e também absorver de quem nos rodeia é o conhecimento, a educação, coisas que mudam o mundo! Eu tive a sorte de ter tido, da pré-escola a pós-graduação, os melhores professores, e que eu possa ser um pouquinho do que eles foram para mim! Já serei feliz!

Em especial gostaria de agradecer a Profa. Dra. Andrea Abi Rached Dantas por ter tido um papel tão único na minha formação. Em um dos momentos mais desafiadores, para não dizer desesperador, foi na sala dela que bati, entrei, tranquei a porta e desabei rs. Andrea como era de se esperar pegou na minha mão e garantiu que a partir daquele dia ela estaria ao meu lado me ajudando no que fosse possível. E assim foi, até hoje, mesmo depois de me formar e ingressar na pós-graduação, ela com seu coração gigante se faz presente. Obrigado por tanto.

A Profa. Dra Rita de Cassia Loiola Cordeiro um agradecimento muito especial também, por confiar em mim, no meu trabalho, e por compartilhar tanto da sua vivência e experiência. Aprender com os bons é sempre um orgulho, e a senhora me ensinou e ensina muito. “Tia Rita” foi uma das primeiras pessoas que confiou plenamente na minha capacidade de professor, e dividiu comigo a responsabilidade de orientar e tomar decisões em clínica com os seus alunos logo que comecei meu primeiro estágio docência. Obrigado por essa parceria tão especial.

Ao amigo Cesar Abreu por fazer parte dessa caminhada e por toda a ajuda com a estatística desta tese.

Aos colegas e amigos do Departamento de Clínica Infantil: Juliana Gaiotto, Aline, Karina, Luciana, Analú, Carol, Bianca, Marina, Silas, Isabela, Juliana Rios, Letícia, Kassandra, Elis, e a todos os que não citei, mas fizeram parte dessa caminhada. Obrigado por todo o apoio. A nossa parceria nas clínicas, disciplinas, e as tantas risadas na copa ficarão pra sempre guardadas no meu coração.

Ao Prof. Dr. Mário Cilense Zuanon por toda sua contribuição e generosidade em compartilhar conhecimentos, ideais, e nos ajudar em vários processos dessa tese.

Aos amigos Fernanda e André, nem todos os obrigados seriam suficientes. Nessa jornada o suporte e amizade de vocês sempre foram uma força. Dividir a vida com vocês é muito mais especial, e ter em vocês dois irmãos me fazem ser uma pessoa melhor que aprende diariamente com as nossas trocas. Gratidão pela nossa irmandade e por ter vocês sempre juntinhos mesmo que a 7.953km.

As amigas/gêmeas da minha vida, Nath e Lis, por todo o amor, carinho, e paciência em serem minhas confidentes, ouvintes, e melhores terapeutas desse mundo. O universo é cheio de surpresas, e foi especialmente generoso quando cruzou os nossos caminhos. Obrigado por tanto... em tão pouco tempo!

Eu tenho a sorte de ser rodeado de pessoas maravilhosas e bondosas, e ser um cara com bons amigos me faz muito mais feliz. Aos meus amigos que sempre estiveram ao meu lado, compreendendo e dando o suporte necessário para que essa caminhada fosse a mais leve possível, obrigado por tanto. Minha família friends, meus parceiros de graduação, de pós, os amigos que a vida vai se encarregando de colocar no meu caminho, vocês foram e são essenciais em minha vida sempre. Obrigado por também serem a minha família e meu suporte.

AGRADECIMENTOS

A Universidade Estadual Paulista – “Júlio de Mesquita Filho”, em nome do magnífico Reitor Prof. Dr. Pasqual Barreti e Vice-Reitora Profa. Dra. Maysa Furlan.

A Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, representada pelo digníssimo Diretor Prof. Dr. Edson Alves de Campos e pela Vice-Diretora Profa. Dra. Patrícia Petromilli Nordi Sasso Garcia.

Ao Departamento de Morfologia e Clínica Infantil da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP representado pelo Chefe de Departamento Profa. Dra. Angela Cristina Cilense Zuanon e Vice-Chefe Prof. Dr. Paulo Sergio Cerri.

Aos Professores da disciplina de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, Ângela Cristina Cilense Zuanon, Fábio Cesar Braga de Abreu e Lima, Elisa Maria Aparecida Giro, Fernanda Lourenção Brighenti e Josimeri Hebling, 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. Vocês fizeram a diferença na minha história.

A Coordenação de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, representada pelos Professores Dra. Andreia Bufalino - Coordenadora e Prof. Dr. Milton Carlos Kuga - Vice-Coordenador.

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!

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

Aos Laboratórios de Pesquisa da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP: Laboratório de pesquisa em Bioquímica e Microbiológica, representado pelo

Prof.^a Dr.^a Fernanda Lourenção Brighenti, Laboratório de Pesquisa Odontopediatria, representado pela Prof.^a Dr.^a Josimeri Hebling, 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 MEV, representado pelo Prof. Dr. Mario Cilense e o técnico Diego Luiz Tita por me ajudar na realização das imagens dos materiais, me ensinar com calma e muita paciência.

Ao LIPEM (Laboratório Integrado de Pesquisa de Biocompatibilidade de Materiais) da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, FORP, da Universidade de São Paulo, em nome da responsável Profa. Dra. Andréa C. dos Reis, e do técnico Edson Volta, que foram muito solícitos e prestativos em nos auxiliar na utilização da Termocicladora, nosso muito obrigado.

Aos funcionários do Departamento de Clínica Infantil da Faculdade Odontologia de Araraquara – UNESP, Flávia, Dulce, Margareth, Pedro, Diego e Totó 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. Efeito do envelhecimento nas propriedades de um cimento de ionômero de vidro modificado por nanopartículas de hidroxiapatita ou por vidros bioativos 45S5. [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2022.

RESUMO

Os cimentos de ionômero de vidro (CIV) possuem características importantes, as quais podem ser potencializadas a partir de sua associação às nanopartículas (NP) e aos vidros bioativos (VB). Considerando possíveis alterações que esta associação pode ocasionar no material restaurador em curto e em longo prazo, o objetivo deste estudo foi avaliar, antes e após envelhecimento (termociclagem após seis meses de armazenamento), propriedades físicas, mecânicas e microbiológicas de um CIV convencional (Controle) associado a 5% de NP de hidroxiapatita (NPHPa) ou a 5% de VB 45S5 (VB). A atividade antibiofilme foi definida pela contagem de unidades formadoras de colônia (UFC/ml) em 1, 7, 14 e 21 dias. A rugosidade de superfície foi estudada com auxílio de rugosímetro. Espectrofotômetro auxiliou na análise de estabilidade de cor (ΔE e sistema CIELab). A porosidade foi analisada por meio do programa Image J, a partir de imagens obtidas por MEV. Dureza Vickers foi analisada por meio de microdurômetro digital. Foram realizadas também imagens em MEV e EDS para análise qualitativa e caracterização da morfologia e composição química superficial. A normalidade dos dados foi observada para todos os testes a partir da análise de Shapiro-Wilk seguido de ANOVA two-way. Para ΔE foi realizado Kruskal-Wallis. Nível de significância de 5% foi utilizado para todos os testes. Pôde-se observar diminuição de UFC/ml para todos os grupos em 14 dias antes e após envelhecimento. Inicialmente valores menores de rugosidade foram encontrados para VB, enquanto valores semelhantes foram encontrados para todos os grupos após envelhecimento. Menores valores de luminância foram encontrados para os grupos NPHPa e VB, com ΔE sem diferenças estatísticas. Quanto a porosidade, após envelhecimento, maior número de poros apresentou NPHPa embora tenha demonstrado menor área total. A dureza do Controle e NPHPa apresentou aumento dos valores após envelhecimento, tendo NPHPa os maiores. Diminuição desses valores foi observado em VB, o qual resultou em menor dureza ao final do estudo. Conclui-se que a associação do CIV a NPHPa é mais promissora e pode trazer benefícios a longo prazo.

Palavras – chave: Cimentos de ionômeros de vidro. Nanopartículas. Envelhecimento.

Martins RA. Aging effect on the properties of a glass ionomer cement modified by hydroxyapatite nanoparticles or by 45S5 bioactive glasses. [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2022.

ABSTRACT

Glass ionomer cements (GIC) have important characteristics, which can be enhanced by their association with nanoparticles (NP) and bioactive glasses (BAG). Considering the possible changes that this association can cause in the restorative material in the short and long term, the aim of this study was to evaluate, before and after aging (thermocycling after six months of storage), physical, mechanical and microbiological properties of a conventional GIC (Control) associated with 5% hydroxyapatite NP (NPHPa) or 5% BAG 45S5 (BAG). Antibiofilm activity was defined by counting colony forming units (CFU/ml) at 1, 7, 14 and 21 days. Surface roughness was studied with the aid of a rugosimeter. Spectrophotometer assisted in the analysis of color stability (ΔE and CIELab system). Porosity was analyzed using the Image J program, from images obtained by SEM. Vickers hardness was analyzed using a digital microhardness meter. SEM and EDS images were also taken for qualitative analysis and characterization of morphology and surface chemical composition. Data normality was observed for all tests from the Shapiro-Wilk analysis followed by ANOVA two-way. For ΔE was performed Kruskal-Wallis. A 5% significance level was used for all tests. It was possible to observe a decrease in CFU/ml for all groups in 14 days before and after aging. Initially, lower roughness values were found for BAG, while similar values were found for all groups after aging. Lower luminance values were found for groups NPHPa and BAG, with ΔE without statistical differences. As for porosity, after aging, a greater number of pores presented NPHPa although it showed a smaller total area. The hardness of Control and NPHPa showed an increase in values after aging, with NPHPa being the highest. A decrease in these values was observed in BAG, which resulted in lower hardness at the end of the study. It is concluded that the association of GIC with NPHPa is more promising and may bring long-term benefits.

Keywords: Glass ionomer cements. Nanoparticles. Aging.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 PROPOSIÇÃO	16
2.1 Proposição Geral	16
2.2 Proposições Específicas	16
3 REVISÃO DE LITERATURA	17
4 MATERIAL E MÉTODO	28
4.1 Delineamento Amostral	28
4.1.1 Projeto piloto	28
4.1.2 Calibração intraexaminador.....	29
4.2 Confeção dos Espécimes	29
4.3 Atividade Antibiofilme.....	30
4.4 Rugosidade de Superfície	30
4.5 Estabilidade de Cor	31
4.6 Porosidade	31
4.7 Dureza Vickers.....	32
4.8 Morfologia e Composição Química Superficial	32
4.9 Envelhecimento	32
4.10 Análise Estatística.....	32
5 RESULTADOS	34
5.1 Atividade Antibiofilme.....	34
5.2 Rugosidade de Superfície	36
5.3 Estabilidade de Cor	36
5.4 Porosidade	37
5.5 Dureza Vickers.....	38
5.6 Morfologia Superficial.....	40
5.6.1 Controle (CIV)	40
5.6.2 NPHPa (CIV + NPHPa)	41
5.6.3 VB (CIV + VB).....	42
5.7 Composição Química.....	43
5.7.1 Controle (CIV)	43
5.7.2 NPHPa (CIV + NPHPa)	43
5.7.3 VB (CIV + VB)	44
6 DISCUSSÃO	45
7 CONCLUSÃO	53
REFERÊNCIAS	54

1 INTRODUÇÃO

O cimento de ionômero de vidro (CIV), é muito utilizado em odontopediatria, por apresentar importantes características para a prática clínica. Quando na forma convencional, não exige equipamentos especiais¹, possui adesão química a estrutura dental, é capaz de liberar flúor, além de apresentar adequada biocompatibilidade². Estudos indicam ainda a capacidade do CIV em induzir a remineralização da dentina e do esmalte³, tornando-o favorável e efetivo no controle do desenvolvimento da lesão de cárie^{4,5}.

Apesar de vantagens bem estabelecidas, é um material que apresenta limitações⁶, pois possui baixa resistência mecânica, que pode levar ao aparecimento de trincas e fraturas, além da elevada rugosidade superficial, a qual favorece a adesão de microrganismos em sua superfície⁷⁻⁹. Assim, mesmo liberando flúor para o meio bucal, ao longo do tempo, lesões de cárie secundárias podem surgir nos elementos dentais, com comprometimento do sucesso clínico¹⁰. Desta forma, a potencialização de seu efeito antibacteriano torna-se clinicamente interessante e está sendo alvo de pesquisas da área^{11,12}.

As nanopartículas (NP), apresentam resultados satisfatórios para esta finalidade quando associadas ao CIV¹³⁻¹⁶. Estas, quando em contato com colônias bacterianas, se ligam fortemente às membranas celulares destes microrganismos, aumentam sua permeabilidade e penetram no interior da célula, resultando em sua destruição. As NP possuem tamanho extremamente reduzido, com conseqüente grande área superficial, o que resulta em maior contato com o meio em que estão inseridas^{15,17}. O emprego de NP pode melhorar substancialmente as propriedades ópticas e as características superficiais do material restaurador, uma vez que quando abrasadas pela mastigação e escovação, são deslocadas da matriz, levando a alterações e rugosidade superficiais menos expressivas, quando comparada a materiais com partículas de carga de maior tamanho¹⁵.

Diversas NP como as de Ag, de Zn e de TiO₂ foram acrescentadas ao CIV com a finalidade de melhorar suas propriedades antibacterianas e possivelmente suas propriedades físicas e mecânicas^{10,18}. Melhor resistência à fratura, compressão, flexão e maior potencial antibacteriano contra *Streptococcus mutans* foi encontrado por Elsaka et al.¹⁸ após associação de um CIV à 3 e 5% de NP de TiO₂.

A NP de hidroxiapatita (NHPa), também estudada por alguns pesquisadores¹⁹⁻²¹, apresenta boa biocompatibilidade, composição e estrutura de cristais semelhantes à apatita, a qual está presente nas estruturas dentais e nos tecidos ósseos. Por unir-se a estas estruturas, resulta em aumento da resistência à flexão, à compressão e à tração diametral¹⁹⁻²¹. Alatawi et al.²² encontraram maior força de compressão e aumento da liberação do flúor ao longo do tempo, quando associaram o CIV à NHPa, sendo esta melhora atribuída à alta habilidade que a HPa tem para trocas iônicas com o material restaurador.

Melhores resultados nas propriedades mecânicas quando dessa associação também foram encontrados por Barandehfard et al.²³, com aumento da força de compressão, tração diametral e dureza superficial. Pagano et al.²⁴ indicaram que a associação do CIV a estas NHPa pode melhorar sua eficiência clínica e terapêutica, sem contudo, prejudicar suas propriedades mecânicas. Resposta citotóxica favorável, também foi observada por Noorani et al.²⁵.

Além das NP, os vidros bioativos (VB), também possuem biocompatibilidade com ossos, além de tecidos moles²⁶. São compostos por diferentes proporções de óxidos de cálcio, fósforo, silício e sódio, os quais precipitam e conferem ação remineralizadora quando em contato com a dentina²⁷.

Os VB possuem a capacidade de penetrar nos túbulos dentinários²⁸, além de aumentar o pH quando em ambiente aquoso, favorecendo a liberação de íons sódio, cálcio, estrôncio e magnésio, além de proporcionarem mecanismo de desinfecção²⁹. Kim et al.³⁰ observaram melhoras na força de compressão, de tração e flexão, além de melhor bioremineralização quando associaram CIV ao VB. Karimi et al.³¹ observaram aumento na resistência à tração quando associaram o CIV ao VB. Porém, o resultado desta associação quando consideradas as características físicas e mecânicas originais do CIV, ainda deve ser melhor elucidada.

Deve-se considerar ainda, que a longevidade e sucesso clínico de qualquer material restaurador depende de sua durabilidade no meio bucal³², sendo esta, influenciada pelas forças oclusais, fatores dietéticos, temperatura, pH, umidade, entre outros³³.

A porosidade presente no interior do CIV também pode levar à diminuição da resistência à fratura³⁴, pois os poros representam pontos de concentração de estresse e de possíveis rachaduras, trincas ou quebra do material¹⁸. A porosidade também aumenta a rugosidade superficial, a qual leva ao acúmulo de biofilme, alterações na

cor devido a mudança da reflexão da luz, e muitas vezes ao desenvolvimento de novas lesões de cárie^{35,36}.

A liberação de flúor para o meio bucal proveniente da utilização do CIV é importante para a prevenção da lesão de cárie, e sua deficiência pode prejudicar a longevidade da restauração³⁷. Alatawi et al.²² demonstraram a alta habilidade das NPHPa em realizar trocas iônicas com o material restaurador, melhorando a liberação de flúor do mesmo com o passar do tempo. Yli-Urpo et al.³⁸ apontaram também a associação do CIV aos VB, a qual não gera prejuízo na liberação do flúor, podendo esta ser aumentada em curto período de tempo.

Neste contexto, é importante entender também o processo que ocorre durante o envelhecimento do CIV quando exposto às intempéries da cavidade bucal. De acordo com Colucci et al.³⁹, protocolos de envelhecimento, como a termociclagem e o armazenamento, são propostos para simulações eficazes *in vitro* e úteis para avaliação de propriedades e características dos materiais restauradores durante seu envelhecimento clínico. Em estudo recente, Sulaiman et al.⁴⁰ apontaram prejuízos das propriedades mecânicas de CIV modificados por resina, após a termociclagem. Yip et al.⁴¹ e Tay et al.⁴², porém, relataram que ao longo do tempo houve preenchimento dos espaços (porosidades) do CIV pela sua própria matriz, resultando em aumento de sua resistência à compressão.

Considerando que a grande maioria dos estudos encontrados na literatura avaliam as propriedades do CIV associado as NP ou aos VB, imediatamente após a confecção dos corpos de prova, este estudo propõe esta análise após o envelhecimento dos mesmos, afim de entender possíveis alterações que podem ocorrer em longo prazo e conseqüentemente no sucesso clínico.

7 CONCLUSÃO

Considerando que proporcionou atividade antibacteriana em até 14 dias, não apresentou alteração significativa na rugosidade, teve menor área de poros e melhor dureza, a associação de CIV com NPHPa, demonstrou ser a melhor opção, principalmente quando consideramos o envelhecimento do material, condição eminente da sua utilização clínica.

REFERÊNCIAS*

1. Frencken JE, Van't Hof MA, Van Amerongen WE, Holmgren CJ. Effectiveness of single-surface art restorations in the permanent dentition: a metaanalysis. *J Dent Res.* 2004; 83(2): 120-3.
2. Smales RJ, Ng KK. Longevity of a resin-modified glass ionomer cement and a polyacid-modified resin composite restoring non-carious cervical lesions in a general dental practice. *Aust Dent J.* 2004;49(4): 196-200.
3. Komatsu H. Properties and characteristics of glass ionomer cement, glass ionomer dental cement: the materials and their clinical use. Tokyo: Ishiyaku EuroAmerica; 1993.
4. 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.
5. 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.
6. 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.
7. Kidd EAM, Fejerskov O. What constitutes dental caries? histopathology of carious enamel and dentin related to the action of cariogenic biofilms. *J Dent.* 2004; 83(1): 35-8.
8. Mjör IA, Dahl JE, Moorhead JE. Placement and replacement of restorations in primary teeth. *Acta Odontol Scand.* 2002; 60(1): 25–8.
9. Tyas MJ. Milestones in adhesion: glass-ionomer cements. *J Adhes Dent.* 2003; 5(4): 259–66.
10. Hafshejani TM, Zamanian A, Venugopal JR, Rezvani Z, Sefat F, Saeb MR et al. Antibacterial glass-ionomer cement restorative materials: a critical review on the current status of extended release formulations. *J Control Release.* 2017. 262: 317-28.
11. 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.

* 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>.

12. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2000; 16(2): 129-38.
13. Botelho MG. Inhibitory effects on selected oral bacteria of antibacterial agents incorporated in a glass ionomer cement. *Caries Res.* 2003; 37(2):108–14.
14. 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.
15. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Assoc.* 2003; 134(10): 1382-90.
16. 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(2): 614–9.
17. Hamouda T, Hayes M, Cao Z, Tonda R, Johnson K, Craig W et al. A novel surfactant nanoemulsion with broad-spectrum sporicidal activity against *Bacillus* species. *J Infect Dis.* 1999; 180(6): 1939-49.
18. 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.
19. Lucas ME, Arita K, Nishino M. Toughness, bonding and fluoride-release properties of hydroxyapatite-added glass ionomer cement. *Biomaterials.* 2003; 24(21): 3787-94.
20. 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.
21. 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.
22. Alatawi RAS, Elsayed NH, Mohamed WS. Influence of hydroxyapatite nanoparticles on the properties of glass ionomer cement. *J Mater Res Technol.* 2019; 8(1): 344-9.
23. Barandehfard F, Kianpour MR, Hosseinnia A, Khoshroo K, Tahriri M, Jazayeri HE, et al. The addition of synthesized hydroxyapatite and fluorapatite nanoparticles to a glass-ionomer cement for dental restoration and its effects on mechanical properties. *Ceramics Int.* 2016; 42 (15):17866-75.
24. Pagano S, Chieruzzi M, Balloni S, Lombardo G, Torre L, Bodo M et al. Biological, thermal and mechanical characterization of modified glass ionomer cements: The role of nanohydroxyapatite, ciprofloxacin and zinc L-carnosine. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2019; 1(94): 76-85.

25. Noorani TY, Luddin N, Rahman IA, Masudi SM. In vitro cytotoxicity evaluation of novel nano-hydroxyapatite silica incorporated glass ionomer cement. *J Clin Diagn Res.* 2017; 11(4): ZC105-9.
26. Hench L, Splinter R, Allen W, Greenlee TJ. Bonding mechanisms at the interface of ceramic prosthetic materials. *J Biomed Mat Res Symp.* 1972; 5(6): 117-41.
27. Stoor P, Söderling E, Salonen J. Antibacterial effects of a bioactive glass paste on oral microorganisms. *Acta Odontol Scand.* 1998; 56(3): 161–5.
28. 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.
29. 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.
30. Kim DA, Lee JH, Jun SK, Kim HW, Eltohamy M, Lee HH. Sol–gel-derived bioactive glass nanoparticle-incorporated glass ionomer cement with or without chitosan for enhanced mechanical and biomineralization properties. *Dent Mater.* 2017;33(7): 805-17.
31. Karimi AZ, Rezabeigi E, Drew RAL. Glass ionomer cements with enhanced mechanical and remineralizing properties containing 45S5 bioglass ceramic particles. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2019; 97: 396-405.
32. Freeman R, Varanasi S, Meyers IA, Symons AL. Effect of air abrasion and thermocycling on resin adaptation and shear bond strength to dentin for na etch-and-rinse and self- etch resin adhesive. *Dent Mater J.* 2012; 31(2): 180–8.
33. Cavalcanti AN, Mitsui FHO, Ambrosano GMB, Marchi GM. Influence of adhesive systems and flowable composite lining on bond strength of class II restorations submitted to thermal and mechanical stresses. *J Biomed Mater Res.* 2007; 80(1): 52–8.
34. Giorgievska E, Van Tendeloo G, Nicholson JW, Coleman NJ, Slipper IJ, Booth S. The incorporation of nanoparticles into conventional glass-ionomer dental restorative cements. *Microsc Microanal.* 2015; 21(2): 392-406.
35. Heath JR, Wilson HJ. Abrasion of restorative materials by toothpaste. *J Oral Rehabil.* 1976;3(2):121-38.
36. 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.
37. Silva FDSCM, Duarte RM, Sampaio FC. Liberação e recarga de flúor por cimentos de ionômero de vidro. *Rev Gaúcha Odontol.* 2010; 58(4): 437-43.
38. 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(1): 5-20.

39. Colucci V, Loiola ABA, Motta DS, Amaral FLB, Pécora JD, Corona SAM. Influence of long-term water storage and thermocycling on shear bond strength of glass-ionomer cement to Er:YAG laser-prepared dentin. *J Adhes Dent*. 2014; 16(1): 35–9.
40. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Altitinchi A, Ahmed SN, Donovan TE. Effect of resin-modified glass ionomer cement dispensing/mixing methods on mechanical properties. *Oper Dent*. 2018; 43(4): E158-65.
41. Yip HK, Tay FR, Ngo HC, Smales RJ, Pashley DH. Bonding of contemporary glass ionomer cements to dentin. *Dent Mater*. 2001;17(5):456-70.
42. Tay FR, Carvalho RM, Pashley DH. Water movement across bonded dentin - too much of a good thing. *J Appl Oral Sci*. 2004;12(spe): 12-25.
43. Khaghani M, Alizadeh S, Doostmohammadi A. Influence of incorporating fluoroapatite nanobioceramic on the compressive strength and bioactivity of glass ionomer cement. *J Dent Biomater*, 2016; 3(3): 276-83.
44. Kumar RS, Ravikumar N, Kavitha S, Mahalaxmi S, Jayasree R, Kumar TSS, Haneesh M. Nanochitosan modified glass ionomer cement with enhanced mechanical properties and fluoride release *Int J Biol Macromol*. 2017;104(Pt B):1860-5.
45. El-Wassefy NA, El-Mahdy RH, El-Kholany NR. The impact of silver nanoparticles integration on biofilm formation and mechanical properties of glass ionomer cement. *J Esthet Restor Dent*. 2018; 30(2): 146–52.
46. Hosida TY, Delbem ACB, Morais LA, Moraes JCS, Duque C, Souza JAS, Pedrini D. Ion release, antimicrobial and physio-mechanical properties of glass ionomer cement containing micro or nanosized hexametaphosphate, and their effect on enamel demineralization. *Clin Oral Investig*. 2018; 23(5): 2345-54.
47. 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(1): 3.
48. Yli-Urpo H, Lassila LV, Narhi I, Vallittu PK. Compressive strength and surface characterization of glass ionomer cements modified by particles of bioactive glass. *Dent Mater*. 2005; 21(3): 201-9.
49. Khoroushi M, Mousavinasab SM, Keshani F, Hasemi S. Effect of resin-modified glass ionomer containing bioactive glass on the flexural strength and morphology of demineralized dentin. *Oper Dent*. 2013; 38(2): 1-10.
50. Gjorgievska E, Nicholson JW, Gabric D, Guclu ZA, Miletic I, Coleman NJ. Assessment of the impact of the addition of nanoparticles on the properties of glass-ionomer cements. *Materials (Basel)*. 2020;13(2): 276.
51. Imataki R, Shinonaga Y, Nishimura T, Abe Y, Arita K. Mechanical and functional properties of a novel apatite-ionomer cement for prevention and remineralization of dental caries. *Materials (Basel)*. 2019 ;12(23):399.

52. Kantovitz KR, Fernandes FP, Feitosa IV, Lazzarini MO, Denucci GC, Gomes OP, et al. TiO₂ nanotubes improve physico-mechanical properties of glass ionomer cement. *Dent Mater.* 2020 ;36(3): e85-e92.
53. Khere CH, Hiremath H, Sadesh N, Misar P, Gorie N. Evaluation of antibacterial activity of three different glass ionomer cements on streptococcus mutans: an in-vitro antimicrobial study. *Med Pharm Rep.* 2019; 92(3): 288-93.
54. Mulder R, Anderson-Small C. Ion release of chitosan and nanodiamond modified glass ionomer restorative cements. *Clin Cosmet Investig Dent.* 2019; 11:313-20.
55. Rolim FG, Lima ADA, Campos ICL, Ferreira RS, Oliveira-Júnior CC, Prado VLG, et al. Fluoride release of fresh and aged glass ionomer cements after recharging with high-fluoride dentifrice. *Int J Dent.* 2019; 2019 :9785364.
56. Zhang J, Braun P, Banerjee A. In vitro compressive strength and edge stability testing of directly repaired glass-ionomer cements. *Clin Oral Investig.* 2020; (9): 3029-303.
57. Sharafeddin F, Karimi S, Jowkar Z. Evaluation of the effect of micro-hydroxyapatite incorporation on the diametral tensile strength of glass ionomer cements. *J Conserv Dent* 2019; 22(3): 266-9.
58. Panahandeh N, Torabzadeh H, Aghaee M, Hasani E, Safa S. Effect of incorporation of zinc oxide nanoparticles on mechanical properties of conventional glass ionomer cements. *J Conserv Dent.* 2018; 21(2):130-5.
59. Jowkar Z, Jowkar M, Shafie F. Mechanical and dentin bond strength properties of the nanosilver enriched glass ionomer cement. *J Clin Exp Dent.* 2019; 11(3): e275-81.
60. Cibim DD, Saito MT, Giovani PA, et al., Borges AFS, Pecorari VGA, et al. Novel nanotechnology of TiO₂ Improves physical-chemical and biological properties of glass ionomer cement. *Int J Biomat.* 2017; 2017: 11.
61. Rezvani MB, Atai M, Alizade HS, Basir MM, Koohepeima F, Siabani S. The effect of incorporation of 0.5%wt. silica nanoparticles on the micro shear bond strength of a resin modified glass ionomer cement. *Dent Shiraz Univ Med Sci.*, 2019; 20(2): 124-30.
62. 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.
63. Kheur M, Kantharia N, lakha T, Kheur S, Husain NA, Ozcan M. Evaluation of mechanical and adhesion properties of glass ionomer cement incorporating nano-sized hydroxyapatite particles. *Odontology.* 2020; 108(1): 66-73.
64. Fermanian J. Measuring agrément between 2 observers: quantitative case. *Rev. Epidemiol Sante Publique;* 1984: 32(6): 408-13.

65. Exterkate RA, Crielaard W, Ten Cate JM. Different response to amine fluoride by *Streptococcus mutans* and polymicrobial biofilms in a novel high-throughput active attachment model. *Caries Res.* 2010; 44(4): 372–9.
66. Cheng L, Weir MD, Xu HHK, Kraigsleyf AM, Lin NJ, Lin-Gibson S, et al. Antibacterial and physical properties of calcium–phosphate and calcium–fluoride nanocomposites with chlorhexidine. *Dent mater.* 2012; 28(5): 573–583.
67. Sanders BJ, Gregory RL, Moore K, Avery DR. Antibacterial and physical properties of resin-modified glass-ionomers combined with clorexidine. *J Oral Rehabil.* 2002; 29(6): 553-8.
68. Marti LM, da Mata M, Ferras-Santos B, Azevedo ER, Giro EMA, Zuanon ACC. Addition of Chlorhexidine Gluconate to a Glass Ionomer Cement: A Study on Mechanical, Physical and Antibacterial Properties. *Braz Dent J.* 2014; 25(1):33-7.
69. Silva RC, Zuanon ACC. Surface roughness of glass ionomer cements indicated for atraumatic restorative treatment (ART). *Braz Dent J.* 2006; 17(2): 106-9.
70. Ertaş E, Güler AU, Yücel AC, Köprülü H, Güler E. Color stability of resin composites after immersion in different drinks. *Dent Mater J.* 2006; 25(2): 371-6.
71. Fujita M, Kawakami S, Noda M, Sano H. Color change of newly developed esthetic restorative material immersed in food-simulating solutions. *Dent Mater J.* 2006; 25(2): 352-9.
72. Topcu FT, Sahinkesen G, Yamanel K, Erdemir U, Oktay EA, Ersahan S. Influence of different drinks on the colour stability of dental resin composites. *Eur J Dent.* 2009; 3(1): 50-6.
73. Coldebella CR, Santos-Pinto L, Zuanon AC. Effect of ultrasonic excitation on the porosity of glass ionomer cement: a scanning electron microscope evaluation. *Microsc Res Tech.* 2011; 74(1): 54-7.
74. Da Mata M, Santos-Pinto L, Zuanon ACC. Influences of the insertion method in glass ionomer cement porosity. *Microsc Res Tech.* 2012; 75(5): 667–70.
75. Fúcio SBP, de Paula AB, Sardi JCO, Duque C, Correr-Sobrinho L, Puppini-Rontani RM. *Streptococcus mutans* biofilm influences on the antimicrobial properties of glass ionomer cements. *Braz Dent J.* 2016; 27(6): 681-7.
76. Carvalho FG, Sampaio CS, Fucio SBP, Carlo HL, Correr-Sobrinho L, Puppini-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.
77. Liu G, He H. Long-term antibacterial properties and bond strength of experimental nano silver-containing orthodontic cements. *Mater Sci.* 2013; 28(4): 849–55.

78. Kirthika N, Vidhya S, Sujatha V, Mahalaxmi S, Senthil Kumar R. Comparative evaluation of compressive and flexural strength, fluoride release and bacterial adhesion of GIC modified with CPP-ACP, bioactive glass, chitosan and MDPB. *J Dent Res Dent Clin Dent Prospects*. 2021; 15(1): 16-21.
79. 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.
80. 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.
81. Savas S, Colgecen O, Yasa B, Kucukyilmaz E. Color stability, roughness, and water sorption/solubility of glass ionomer-based restorative materials. *Niger J Clin Pract*. 2019; 22(6): 824-32.
82. Lee JJ, Lee YK, Choi BJ, Lee JH, Choi HJ, Son HK, Hwang JW, Kim SO. Physical properties of resin-reinforced glass ionomer cement modified with micro and nano-hydroxyapatite. *J Nanosci Nanotechnol*. 2010; 10(8): 5270-6.
83. Pani SC, Aljammaz MT, Alrugi AM, Aljumaah AM, Alkahtani YM, AlKhuraif A. Color stability of glass ionomer cement after reinforced with two different nanoparticles. *Int J Dent*. 2020; 2020: 7808535.
84. Gómez-Polo C, Muñoz MP, Lorenzo Luengo MC, Vicente P, Galindo P, Martín Casado AM. Comparison of the CIELab and CIEDE2000 color difference formulas. *J Prosthet Dent*. 2016; 115(1): 65–70.
85. Barutcigil C, Harorli OT, Yildiz M, Ozcan E, Arslan H, Bayindir F. The color differences of direct esthetic restorative materials after setting and compared with a shade guide. *J Am Dent Assoc*. 2011; 142(6): 658-65.