



**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<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. 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.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Fernanda Lourenção Brighenti, Laboratório de Pesquisa Odontopediatria, representado pela Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Josimeri Hebling, e 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 ( $\Delta E$  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  $\Delta E$  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  $\Delta E$  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 ( $\Delta E$  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  $\Delta E$  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  $\Delta E$  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

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>13</b>
<b>2 PROPOSIÇÃO .....</b>	<b>16</b>
2.1 Proposição Geral .....	16
2.2 Proposições Específicas .....	16
<b>3 REVISÃO DE LITERATURA .....</b>	<b>17</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODO .....</b>	<b>28</b>
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
<b>5 RESULTADOS .....</b>	<b>34</b>
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
<b>6 DISCUSSÃO .....</b>	<b>45</b>
<b>7 CONCLUSÃO .....</b>	<b>53</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>54</b>

## 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 especiais<sup>1</sup>, possui adesão química a estrutura dental, é capaz de liberar flúor, além de apresentar adequada biocompatibilidade<sup>2</sup>. Estudos indicam ainda a capacidade do CIV em induzir a remineralização da dentina e do esmalte<sup>3</sup>, tornando-o favorável e efetivo no controle do desenvolvimento da lesão de cárie<sup>4,5</sup>.

Apesar de vantagens bem estabelecidas, é um material que apresenta limitações<sup>6</sup>, 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 superfície<sup>7-9</sup>. 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 clínico<sup>10</sup>. Desta forma, a potencialização de seu efeito antibacteriano torna-se clinicamente interessante e está sendo alvo de pesquisas da área<sup>11,12</sup>.

As nanopartículas (NP), apresentam resultados satisfatórios para esta finalidade quando associadas ao CIV<sup>13-16</sup>. 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<sup>15,17</sup>. 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 tamanho<sup>15</sup>.

Diversas NP como as de Ag, de Zn e de TiO<sub>2</sub> foram acrescentadas ao CIV com a finalidade de melhorar suas propriedades antibacterianas e possivelmente suas propriedades físicas e mecânicas<sup>10,18</sup>. Melhor resistência à fratura, compressão, flexão e maior potencial antibacteriano contra *Streptococcus mutans* foi encontrado por Elsaka et al.<sup>18</sup> após associação de um CIV à 3 e 5% de NP de TiO<sub>2</sub>.

A NP de hidroxiapatita (NHPa), também estudada por alguns pesquisadores<sup>19-21</sup>, 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 diametral<sup>19-21</sup>. Alatawi et al.<sup>22</sup> 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.<sup>23</sup>, com aumento da força de compressão, tração diametral e dureza superficial. Pagano et al.<sup>24</sup> 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.<sup>25</sup>.

Além das NP, os vidros bioativos (VB), também possuem biocompatibilidade com ossos, além de tecidos moles<sup>26</sup>. 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 dentina<sup>27</sup>.

Os VB possuem a capacidade de penetrar nos túbulos dentinários<sup>28</sup>, além de aumentar o pH quando em ambiente aquoso, favorecendo a liberação de íons sódio, cálcio, estrôncio e magnésio, além de proporcionarem mecanismo de desinfecção<sup>29</sup>. Kim et al.<sup>30</sup> observaram melhoras na força de compressão, de tração e flexão, além de melhor bioremineralização quando associaram CIV ao VB. Karimi et al.<sup>31</sup> 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 bucal<sup>32</sup>, sendo esta, influenciada pelas forças oclusais, fatores dietéticos, temperatura, pH, umidade, entre outros<sup>33</sup>.

A porosidade presente no interior do CIV também pode levar à diminuição da resistência à fratura<sup>34</sup>, pois os poros representam pontos de concentração de estresse e de possíveis rachaduras, trincas ou quebra do material<sup>18</sup>. 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<sup>35,36</sup>.

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 restauração<sup>37</sup>. Alatawi et al.<sup>22</sup> 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.<sup>38</sup> 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.<sup>39</sup>, 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.<sup>40</sup> apontaram prejuízos das propriedades mecânicas de CIV modificados por resina, após a termociclagem. Yip et al.<sup>41</sup> e Tay et al.<sup>42</sup>, 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.

## **2 PROPOSIÇÃO**

As proposições estão abaixo divididas:

### **2.1 Proposição Geral**

Avaliar propriedades físicas, mecânicas e microbiológicas de um CIV quando associado a NPHPa ou ao VB 45S5, antes e após envelhecimento.

### **2.2. Proposições Específicas**

Avaliar as propriedades físicas, mecânicas e microbiológica descritas abaixo, de um CIV associado à 5% de NPHPa ou à 5% de VB 45S5, antes e após envelhecimento por armazenamento durante 6 meses e termociclagem.

- Atividade Antibiofilme
- Rugosidade Superficial
- Porosidade
- Dureza Vickers
- Estabilidade de Cor
- Morfologia e Composição Química Superficial.

### 3 REVISÃO DA LITERATURA

Barandehfart et al.<sup>23</sup> avaliaram, em um CIV modificado por resina, o efeito da adição de HPa sintetizada, e NP de fluorapatita (NPFAP) nas concentrações de 5 e 8%. Os autores observaram aumento da resistência à compressão, da tração diametral e da dureza, após 7 dias de imersão em água destilada tanto para a HPa quanto para NPFAP em ambas concentrações. Notaram também diminuição do tempo de trabalho e de presa quando da associação com 5% tanto de HPa quanto de NPFAP. Aos 28 dias de acompanhamento, não foram encontradas alterações significativas. Os autores apontaram como vantagem a utilização do CIV associado à HPa ou NPFAP em regiões de alto estresse como classes I e II.

Após a incorporação de NPFAP nas concentrações de 0, 1, 3 e 5% a um CIV, Khagani et al.<sup>43</sup> observaram os melhores resultados no aumento na resistência à compressão com a concentração de 3%. Após imersão do material em saliva artificial por 28 dias, observaram, por meio de bandas de infravermelho, que esta mesma concentração resultou em boa bioatividade, com aumento de absorção dos elementos carbono, cálcio e fosfato. Os autores concluíram que a associação do material a 3% de NPFAP é uma boa opção para aplicações odontológicas.

Kumar et al.<sup>44</sup> avaliaram resistência à compressão, à flexão, ao desgaste e liberação de flúor, após adicionar a um CIV NP de quitosana a 10%. Observaram aumento dos valores para a resistência à compressão, possivelmente em função da formação de pontes de alumínio. A resistência à flexão e ao desgaste também foram aumentadas devido a melhor integração entre a quitosana e as partículas inorgânicas da matriz ionomérica. Notaram também aumento da liberação de flúor consistente em 1h, 24h, e 7 dias. Os autores concluíram que essa associação pode contribuir para a melhorar a ação anti-cariogênica e algumas propriedades mecânicas do material.

Baseados no fato de que a adição de 5% de NPHPa com sílica ao CIV favorece suas propriedades mecânicas, Noorani et al.<sup>25</sup> avaliaram os efeitos citotóxicos dessa associação em células de polpa dental. Foram avaliados CIV convencional e modificado por resina associados à NPHPa nas concentrações de 200, 100, 50, 25, 12,5, 6,25 e 3,125 mg/ml, e a viabilidade celular, por meio do teste de MTT. Pôde-se

observar que, embora a morfologia celular não tenha sofrido alterações, sua viabilidade foi inversamente proporcional à concentração, demonstrando ser a citotoxicidade, dose-dependente. Na concentração de 200mg/ml, o CIV convencional apresentou menor citotoxicidade, seguido do CIV associado a NPHPa + Sílica na mesma concentração. Os autores observaram que o CIV modificado por resina apresentou a maior citotoxicidade. A partir da concentração de 100mg/m, o CIV convencional isolado ou o associado à NPHPa obtiveram resultados estatisticamente semelhantes. Sendo assim, os autores indicaram citotoxicidade favorável e um futuro promissor para associação destes materiais.

A fim de avaliar a associação de 0, 1, 3 e 5% de NP de prata (NPAg) a um CIV convencional, El-Wassefy et al.<sup>45</sup> estudaram o crescimento de biofilme de *Staphylococcus aureus*, a resistência à compressão e a microdureza do material. Por meio de imagens em MEV, os autores observaram que a espessura da camada de biofilme foi inversamente proporcional à concentração de NPAg, sendo que na concentração de 5%, já se apresenta imperceptível. Não observaram alterações significativas para os valores de dureza e resistência à compressão. Os autores concluíram que, diante destes resultados, esta associação pode ser indicada para restaurações não estéticas em cavidades posteriores, uma vez que observaram escurecimento dos espécimes quando associados a prata.

Alatawi et al.<sup>22</sup> avaliaram propriedades químicas, mecânicas, antibacterianas e liberação de flúor de um CIV associado à NPHPa nas concentrações de 0, 1, 3, 5, 8 e 10%. Após 14 dias, observaram que a concentração de 8% apresentou o maior halo de inibição (aproximadamente 8,6mm) e maior liberação de flúor, sendo a última proporcional ao aumento da concentração de NPHPa. Os autores observaram também relação diretamente proporcional entre o aumento da resistência à compressão e a concentração de NPHPa.

Para entender a associação de 6, 9 e 12% de hexametáfosfato (HMP) micro e nanoparticulado ao CIV modificado por resina, Hosida et al.<sup>46</sup> Avaliaram propriedades físico-mecânicas, liberação de flúor e desmineralização do esmalte. Todas as concentrações resultaram em melhor atividade antibacteriana e maiores níveis de liberação de flúor, sendo os melhores resultados para os grupos modificados com 9 e

12% de HMP nanoparticulado. Também foi observado relação inversamente proporcional entre a desmineralização e a concentração de HMP (nano e microparticulado). Houve diminuição na resistência à compressão, à tração diametral e à dureza superficial. Os autores concluíram que essa associação pode favorecer a atividade antibacteriana e liberação de flúor em pacientes com alto risco para o desenvolvimento de lesões de cárie, devendo ser utilizado em regiões de baixo estresse.

Elsaka et al.<sup>18</sup> avaliaram a resistência à fratura, à flexão, dureza superficial, tempo de presa, liberação de flúor e atividade antibacteriana após associação de um CIV à NP de dióxido de titânio (NPTiO<sub>2</sub>) nas concentrações de 3, 5 e 7%. Observaram boa atividade antibacteriana para todas as concentrações estudadas, porém as concentrações de 5 e 7% resultaram em prejuízos para a resistência à fratura, à flexão, dureza superficial, tempo de presa e liberação de flúor. Observaram que a concentração de 3% se comportou melhor para todas as propriedades estudadas, podendo ser utilizada em regiões de alto estresse, como classes I e II.

Hajipour et al.<sup>14</sup> realizaram revisão de literatura, a fim de elucidar as propriedades antibacterianas das NP. Apontaram que a atividade antibacteriana depende das propriedades físico-químicas das NP e da bactéria alvo. Citaram também a falta de padronização na caracterização das NPs, inviabilizando comparações fidedignas na literatura científica.

Moshaverinia et al.<sup>21</sup> associaram NPFAp a um CIV convencional e, após análise em 24h e uma semana, encontraram aumento da microdureza do material no grupo com NP em ambos os tempos experimentais. Os autores também avaliaram liberação de flúor por 28 dias, atividade metabólica e proliferação celular utilizando células de mioblastos. Observaram que não houve alterações, tanto em proliferação como metabolismo celular. A liberação de flúor após 28 dias também não apresentou diferenças. Os autores concluíram que o CIV associado a NPFAp é uma alternativa viável, uma vez que proporcionou melhora da microdureza e apresentou citotoxicidade semelhante ao CIV convencional.

Para entender o efeito remineralizador dos vidros bioativos (VB), Bakry et al.<sup>28</sup> compararam a aplicação por 5 minutos e 24 horas, de uma pasta composta de VB 45S5 ou flúor tópico sobre discos de esmalte previamente submetidos a erosão. Com o auxílio de MEV e espectroscopia de raio X por dispersão de energia (EDX), foi observada maior remineralização da região subsequente ao esmalte erodido, quando da utilização do VB, indicando o mesmo como um potente agente remineralizador.

Caluwé et al.<sup>6</sup> avaliaram propriedades físico-químicas e a biocompatibilidade de um CIV convencional associado aos VB 45S5 e CF9 com adição de  $Al^{3+}$  nas concentrações de 10, 20 e 30%. Os autores observaram a formação de uma camada de apatita, principalmente no grupo do VB 45S5 mais CF9, apontando melhora na bioatividade. Observaram também que a concentração de VB 45S5 foi diretamente proporcional a bioatividade e inversamente proporcional a resistência à compressão. A adição de  $Al^{3+}$  à composição do VB 45S5 melhorou a resistência à compressão do CIV, porém diminuiu bioatividade. Na ausência do  $Al^{3+}$ , o grupo associado à 20% de CF9 apresentou a maior resistência à compressão. Os autores concluíram que os CIV modificados com VB 45S5 apresentaram vantagens em relação aos CIV convencionais, como remineralização, adesão e proliferação de células ósseas e dentárias, permitindo a integração ao tecido circundante. Relataram também que a combinações do VB45S5 e CF9 com 10% de  $Al^{3+}$  apresentaram os melhores resultados.

Stoor et al.<sup>27</sup> estudaram a ação do VB S53P4 sobre microrganismos supra e subgingivais, os quais foram incubados em suspensão com 50 mg de pó de VB. Os microrganismos *A. naeslundii* teve sua viabilidade diminuída após 10 minutos e *A. actinomycetemcomitans*, *P. gingivalis*, *S. mutans* e *S. sanguis*, após 60 minutos, sendo que o último, foi o único que manteve células viáveis. Os autores concluíram que o VB S53P4 em pó apresentou bom efeito antimicrobiano sobre os microrganismos da placa supra e subgingival, tornando essa associação útil do ponto de vista cariogênico e periodontal.

Valenezhad et al.<sup>47</sup> associaram VB a um CIV modificado por resina nas concentrações de 3, 5, 10, 15 e 20%, e avaliaram a resistência à fratura, a viabilidade e morfologia celular, após imersão dos corpos de prova em solução tampão por 28

dias. Nos grupos de 3, 5 e 10% foram encontrados os maiores valores de resistência à fratura. Observaram também relação diretamente proporcional entre viabilidade/morfologia celular e concentração.

Em 2003, Yli-Urpo et al.<sup>29</sup> estudaram a associação de CIVs (convencional e modificado por resina) ao VB S53P4 nas concentrações de 0, 10 e 30%, em relação a presença de *Streptococcus mutans* in vitro. Por meio de teste de difusão em ágar, observaram que apenas os CIVs contendo 30% de VB S53P4 inibiram crescimento de *Streptococcus mutans*. Quando em meio de cultura, nenhum efeito inibitório foi observado sobre este microrganismo. Os CIVs do grupo controle foram os únicos materiais capazes de inibir a produção de ácidos a partir da presença do *Streptococcus mutans*. Os autores concluíram que o CIV sem associação ou associado a 30% VB, representaram os melhores resultados quanto ao efeito antibacteriano sobre *Streptococcus mutans*.

Yli-Urpo et al.<sup>48</sup>, em 2005, estudaram a resistência à compressão, módulo de elasticidade e dureza Vickers de CIVs convencionais e modificados por resina, associados à 10 ou 30% de VB S53P4, após 1, 3, 7, 14, 30 e 180 dias em imersão em água. Os valores de resistência à compressão foram inversamente proporcionais ao aumento da concentração do VB S53P4. Os CIV convencionais associados ao VB S53P4 apresentaram, em média, aumento de 55% nos valores da dureza Vickers, quando comparados aos CIVs modificados com resina. Após caracterização da amostra, detectou-se mais Ca nos CIVs contendo VB. A quantidade de flúor foi significativamente maior em todos os materiais modificados com resina, sendo o mais alto valor encontrado após a associação ao VB a 30% e 180 dias de imersão. Pelo fato da adição de VB aos CIVs comprometer a resistência à compressão e considerando dos resultados positivos encontrados, os autores concluíram que esta associação pode ser aplicada em áreas de baixo estresse.

Kim et al.<sup>30</sup>, após associação de um CIV convencional a um VB (85% SiO<sub>2</sub>/ 15% CaO) nanoparticulado, com e sem adição de 0.5% de quitosana como um agente de ligação, analisaram a variação de massa, bioatividade, resistência à compressão, resistência à tração diametral, resistência à fratura e módulo de elasticidade, após 28 dias de imersão em simulação de fluido corporal. Citotoxicidade e biomineralização

também foram analisadas após 14 dias. Todos os grupos apresentaram aproximadamente 1% de perda de massa após o período de imersão. O grupo modificado com VB nanoparticulado e quitosana apresentaram boa bioatividade e melhores valores para todas as propriedades mecânicas estudadas. A viabilidade celular foi de aproximadamente 100% para todos os grupos, e a capacidade de bioremineralização apresentou, em ordem decrescente os seguintes grupos experimentais: VB 5%, VB5% + 0,5 quitosana, Controle e CIV+ 0,5% de quitosana.

Khoroushi et al.<sup>49</sup> estudaram a resistência à flexão de dentina desmineralizada após ser restaurada com um CIV modificado por resina ou associado ao VB 45S5. Nos grupos experimentais em que não foi realizada a desmineralização, encontrou-se o maior valor de resistência à flexão quando o CIV modificado por resina não foi associado ao VB 45S5. Após a desmineralização o grupo CIV associado ao VB 45S5 apresentou os maiores valores de resistência à flexão.

Gjorgievska et al.<sup>50</sup> avaliaram a incorporação de NP de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> e TiO<sub>2</sub>, nas concentrações de 2, 5 e 10%, a dois diferentes CIV convencionais. Foram utilizados 12 espécimes para cada grupo, sendo 6 analisados após 1 dia e 6, após uma semana de imersão em saliva artificial. Os autores observaram aumento da resistência à compressão após adição de NP de TiO<sub>2</sub> e ZrO<sub>2</sub>, principalmente nas concentrações de 2 e 10%. A associação com NP de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> porém, resultou em redução da resistência à compressão. As imagens em MEV mostraram que a adição de NP reduziu a quantidade de poros do CIV, sendo mais significativa quando da utilização da concentração de 5%. Os autores apontaram o benefício dessa associação para ambos os CIVs estudados e seu potencial para estudos clínicos futuros.

Após incorporação de HPa ao CIV Fuji III em diferentes concentrações, Imataki et al.<sup>51</sup> observaram que os grupos com 0,9% de HPa apresentaram os melhores resultados para a resistência à flexão, à compressão e à fratura, observados após 24 horas da confecção dos espécimes. A resistência ao cisalhamento foi avaliada após 24 horas, 1 e 3 meses, não havendo diferença estatística entre os valores nos diferentes tempos. A liberação de flúor foi maior no grupo com 0,9% de HPa. O pH superficial foi avaliado após 2, 3, 5, 15 e 30 min, após 1, 2, 4 e 24 horas, e após 1, 2, 3, 4, 6, 8 e 12 semanas, e como resultado apresentou aumento após 3 semanas nos



grupos modificados com HPa. A capacidade tampão também foi avaliada por meio de análise do ácido láctico, sendo maior para o grupo associado a HPa na proporção 0,9%. Os autores apontaram esta associação como uma boa opção para o uso clínico quando se considera a remineralização de lesões de cáries iniciais.

Kantovitz et al.<sup>52</sup> avaliaram propriedades físico-mecânicas de um CIV reforçado com nanotubos de Ti (20nm de comprimento e 10nm de diâmetro), nas concentrações de 3, 5 e 7%. Os autores não observaram diferenças estatísticas significativas quanto a resistência à flexão e a rugosidade superficial, antes e após ensaio de escovação. Ao MEV, observaram não haver prejuízos à estrutura do CIV em função da forma das NP. Menor perda de massa e maior resistência à compressão puderam ser observadas com o uso de 5% de nanotubos de Ti. O grupo controle, de 3 e 5% de nanotubos de Ti apresentaram valores de resistência à união similares, e o grupo com 7%, o menor valor. De acordo com os autores, isso pode ter ocorrido por conta da alta concentração (7%) de nanotubos que dificultou a interação entre as partículas de vidro do pó com o ácido poliacrílico do CIV. Após teste de resistência à união, todos os grupos apresentaram falhas de coesão. Os autores concluíram que o material testado não traz prejuízos ao material quanto a adesividade à dentina, e que o grupo associado a 5% apresentou melhora a resistência à compressão.

Karimi et al.<sup>31</sup> desenvolveram um CIV associado ao VB 45S5 com 74% de cristalinidade obtida por diferentes tratamentos térmicos. Os autores notaram melhor performance desse novo material a partir da boa adesividade destas partículas com a matriz do CIV. O CIV contendo 2 e 5% de VB 45S5 apresentaram leve melhora na resistência à compressão quando comparado ao controle. Quando associado a 2% do VB, o CIV apresentou piora na resistência à tração, mas associado a 5%, após 1 e 7 dias de imersão em água destilada, apresentam melhoras nestes valores. Os valores de dureza Vickers foram piores para todas as concentrações estudadas. Os autores indicaram, para melhor potencial de remineralização e melhores resultados para as propriedades estudadas, a associação do CIV a 5% do VB 45S5 na faixa de 74% de cristalinidade.

A análise da atividade antibacteriana contra *Streptococcus mutans* dos CIV Micron bioactive (com cristais de hidroxiapatita), GC Fuji IX GP Extra (com pequenas

partículas de vidro), e o Bioglass r (convencional) foi realizada por Khere et al.<sup>53</sup>. Os três materiais apresentaram potencial antibacteriano, com halos de inibição de 17.3, 14.4 e 10.8 mm para o Fuji IX GP Extra, Micron bioactive e Bioglass r respectivamente. Os autores indicaram a utilização do Fuji IX para pacientes de alto risco ao desenvolvimento de lesões de cárie, uma vez que apresentou melhor ação antimicrobiana.

Ao estudar a atividade iônica de três CIVs (Ketac Universal, Fuji IX e Riva self cure) associados a 5 e 10% de quitosana e nanodiamante, Mulder et al.<sup>54</sup> observaram, após imersão dos espécimes em água deionizada neutra, que para os grupos modificados com quitosana houve aumento em até cinco vezes na liberação de  $Al^{3+}$ ,  $Na^+$ ,  $Si^{4+}$  e  $Sr^{2+}$ . Os grupos modificados com nanodiamante apresentaram maior liberação principalmente de Al e Na, porém menos expressivos que os grupos modificados por quitosana. Embora a utilização de quitosana seja vantajosa, principalmente durante a maturação do material, os autores indicaram a necessidade de estudos na estrutura dos tecidos dentários para maior elucidação da interação iônica.

Para avaliar a liberação de flúor de um CIV após o uso de dentifrícios fluoretados e período de envelhecimento, Rolim et al.<sup>55</sup> mantiveram os espécimes por 15 dias, em 2ml de água deionizada, com duas trocas diárias. Após este período, duas vezes ao dia, durante dois dias, os pesquisadores realizaram o recarregamento com dentifrício contendo 0, 1100 ou 5000ug F/g por 3 minutos. As leituras foram realizadas nos dias 1, 5, 10, 15 e por 36 semanas. Os resultados mostraram maior liberação de flúor para o primeiro dia após recarregamento do CIV, principalmente quando utilizado o dentifrício com 5000ug F/g. Todos os grupos experimentais apresentaram diminuição da liberação de F ao longo do tempo. Os espécimes mantidos em imersão por 36 semanas, também apresentaram boa liberação de F após recarregados de dentifrício com 5000ug F/g, liberação esta, menor quando submetidos ao processo de envelhecimento.

Para avaliar a eficácia de restaurações reparadas com CIV, Zhang et al.<sup>56</sup> aplicaram uma camada inicial de CIV e, após 1 mês, nova camada do mesmo material. Os espécimes foram analisados após 1 dia, 1 semana, 1 e 3 meses. Dentre os

espécimes que não sofreram reparo, o Ketac Universal apresentou, após 1 dia, os melhores valores de resistência à compressão em seu corpo e os piores valores em suas bordas quando comparado ao Equia forte fil. Com o passar de uma semana, os valores apresentaram significativa melhora. Os espécimes com ou sem reparado apresentaram os mesmos valores de resistência à compressão, tendo o Ketac Universal com reparo, o melhor valor após 1 dia. Os autores indicaram que o Ketac Universal possuiu maturação melhor e mais rápida após o envelhecimento a curto prazo, com maiores valores de resistência à compressão no corpo e na borda. Os autores ainda apontaram que um CIV que sofreu reparo pode apresentar bom desempenho clínico por pelo menos 3 meses.

Após a incorporação de 15% de micro HPa (15%) a um CIV convencional e a um CIV modificado por resina, Sharafeddin et al.<sup>57</sup> avaliaram a resistência à tração dos materiais. Enquanto o CIV convencional não apresentou alterações nesta propriedade, independente da adição de micro HPa, o CIV modificado por resina apresentou diminuição de seus valores, quando associado a micro HPa. Os autores citaram que diferentes concentrações e tamanhos de micro HPa alteram as propriedades mecânicas dos CIVs e que as mesmas devem ainda ser estudadas antes de sua aplicação clínica.

A resistência à flexão e à dureza Vickers de um CIV modificado por resina e associado a 5% de NPZnO (esférica, formato de flor ou haste) foram estudadas por Panahandeh et al.<sup>58</sup>. Os autores não observaram alterações estatisticamente significativas para a resistência a flexão e notaram diminuição da dureza Vickers quando o CIV foi associado as NPZnO. Apesar de não ser significativo, os menores valores da resistência à flexão foram encontrados no grupo de CIV associado às NPZnO esféricas, provavelmente devido às forças de Van der Waals, as quais facilitaram a formação de aglomerados em função da morfologia apresentada pelas NPZnO. Em relação a dureza Vickers, foram encontrados os menores valores para os grupos com NPZnO de morfologia esférica e em formato de flor, e valores semelhantes ao grupo controle para as NP em formato de hastes. Os autores apontaram a necessidade de mais estudos em busca do controle da formação de aglomerados das NP no interior do material restaurador.

Jowkar et al.<sup>59</sup> investigaram a associação de um CIV convencional à NPAI a 0,1 e 0,2%. Observaram melhores valores relacionados a resistência à compressão, dureza Vickers e resistência à união com a dentina para os grupos modificados, independente da concentração. Em relação a resistência à flexão, somente o grupo associado a 0,2% de NPAI obteve melhores resultados. Os autores indicaram esse material para utilização em restaurações em regiões de alto estresse, uma vez que as NP tendem a preencher os espaços vazios que podem existir na matriz do CIV pela incorporação de ar durante a manipulação. Isso pode explicar também o aumento da resistência à compressão. Os autores relataram também que essas concentrações utilizadas não interferiram na cor do CIV.

Cibim et al.<sup>60</sup> avaliaram um CIV modificado por NPTiO<sub>2</sub> (concentrações de 3, 5 e 7%), quanto a sua rugosidade superficial, microdureza, liberação de flúor, citotoxicidade, morfologia celular e composição de matriz extracelular. Em todas as concentrações de NPTiO<sub>2</sub>, nenhum efeito significativo foi encontrado em relação à rugosidade superficial. Apenas o CIV modificado por 7% de NPTiO<sub>2</sub> apresentou valores diminuídos de microdureza, enquanto os outros grupos apresentaram aumento da mesma. A liberação de flúor foi maior quando foram adicionados 5 e 7% de NPTiO<sub>2</sub>. A morfologia, proliferação celular e a composição da matriz foram melhoradas quando da associação a 5% de NPTiO<sub>2</sub>. Os autores concluíram que NPTiO<sub>2</sub> adicionadas ao CIV afetaram a composição de matriz polimérica, e indicaram que isso pode ser um fator importante para aumentar a microdureza e a liberação de flúor do material. Assim, sugeriram seu uso para restaurações em regiões de maior estresse.

Um estudo realizado por Rezvani et al.<sup>61</sup> comparou a força de união à dentina de um CIV modificado por resina com e sem a adição de 0,5% de NP de sílica. Trinta dentes humanos recém extraídos foram restaurados com os dois tipos de materiais, e subdivididos para análise após 1, 7 e 30 dias. Como resultado não foram encontradas diferenças estatísticas entre os grupos com e sem adição de NP, embora a melhor força de união tenha sido observada no tempo de 30 dias, demonstrando não haver comprometimento do material após associá-lo às NP de sílica.

Garcia-Contreras et al.<sup>62</sup> investigaram as propriedades físicas e antibacterianas de um CIV modificado com 3 e 5% de NPTiO<sub>2</sub>. Observaram aumento significativo na microdureza, resistência à flexão e na resistência à compressão, sem diferença estatisticamente significativa para a resistência ao cisalhamento. Os autores encontraram também maior atividade antibacteriana ao *Streptococcus mutans* quando da associação tanto de 3 quanto de 5% de NPTiO<sub>2</sub>. Concluíram que esta associação representa grande potencial, uma vez que resultou em melhora na atividade antibacteriana e maior resistência do material.

Kheur et al.<sup>63</sup> incorporaram 6% de NPHPa a um CIV (Fuji I) e compararam com Fuji I convencional, RelyX Luting Plus e RelyX U200. RelyX U200 apresentou a maior resistência à flexão, seguido do CIV associado a NPHPa. A força de adesão seguiu o mesmo padrão, quando valores maiores foram encontrados para o RelyX U200. Quando comparados CIV convencional com modificado por NPHPa, o maior valor foi do último. Os tipos de falha de adesão também foram analisados e nos CIV exclusivamente, as do tipo mista foram encontradas, enquanto que no cimento resinoso foram falhas coesivas. Tendo melhores valores que o CIV convencional para as propriedades analisadas, a incorporação de NPHPa ao CIV convencional se mostra promissora.

## 4 MATERIAL E MÉTODO

Segue abaixo a metodologia completa desta tesa.

### 4.1 Delineamento Amostral

Trata-se de um estudo experimental do tipo laboratorial.

Variáveis dependentes: -Atividade Antibiofilme  
 -Rugosidade Superficial  
 -Porosidade  
 -Dureza Superficial  
 -Estabilidade de Cor  
 -Morfologia e composição química superficial.

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

A hipótese nula que foi testada é que não existem diferenças estatisticamente significativas nas variáveis dependentes quando o CIV é associado às NPHPa a 5% ou aos VB a 5%, antes e após ser submetido à termociclagem e armazenamento por seis meses.

#### 4.1.1 Projeto piloto

Foram confeccionados corpos de prova para cada grupo experimental de acordo com o Quadro 1.

**Quadro 1** - Grupos experimentais, materiais e concentrações

<b>Grupos</b>	<b>Materiais</b>	<b>Concentração</b>
Controle	Ketac Molar	_____
NPHPa	Ketac Molar + NPHpa	5%
VB	Ketac Molar + VB	5%

Fonte: Elaboração própria.

Os espécimes (4 espécimes por grupo) foram numerados pelo pesquisador A e os testes realizados pelo pesquisador B, que foi previamente calibrado e cego quanto à identificação dos mesmos. O pesquisador B também foi responsável pela coleta dos dados.

#### **4.1.2 Calibração Intraexaminador**

Para avaliar a confiabilidade dos dados coletados intraexaminador, foi realizado o estudo de reprodutibilidade e a concordância intraexaminador, por meio do Coeficiente de Correlação Intraclasse ( $\rho$ ). O pesquisador B validou os corpos de prova, em duplicata, relativos aos testes propostos. A partir do valor  $\rho$  obtido, o grau de concordância entre os dados obtidos foi classificado segundo a proposta de Fermanian<sup>64</sup> como bom, com o valor de 0,78.

#### **4.2 Confeção dos Espécimes**

Com auxílio de balança analítica (Gehaka Ltda- modelo BG 440), foram realizadas 10 pesagens de uma porção de pó (colher medida fornecida pelo fabricante) do CIV. Por meio da média aritmética foi estabelecida a quantidade de pó utilizada para o grupo Controle. Desta medida foi removida a porcentagem de 5%<sup>20,47</sup> em peso do pó do CIV e acrescida a mesma porcentagem de NP ou VB, misturados em um moinho de jarros (Solab, SI34, BR) por 12 horas.

Após homogeneização, o pó foi aglutinado com uma gota do líquido fornecida no *KIT* do CIV. Esta gota foi dispensada sobre o bloco de espatulação com o frasco posicionado verticalmente como indica o fabricante.

Os espécimes foram confeccionados de acordo com os grupos experimentais previamente a realização de cada teste proposto (Quadro 1).

Com auxílio de seringa Centrix (DFL e Comércio S.A. Rio de Janeiro, RJ, Brasil), o CIV associado à NP ou ao VB, já manipulados, foi inserido em matrizes específicas para cada teste. Sobre esta matriz foi acomodada tira de poliéster, uma lâmina de vidro e peso de 100 g, por período de 30 segundos, para planificação e eliminação dos excessos de material. Para completa reação de presa, foram aguardados 5 minutos, quando os espécimes foram armazenados em recipiente apropriado com umidade relativa do ar de aproximadamente 100%, a 37°C por 24 horas.

### 4.3 Atividade Antibiofilme

Os espécimes foram confeccionados por meio de matriz de silicone com dimensões de 3 mm de altura por 6 mm de diâmetro sob condições assépticas.

Foram produzidos biofilmes monoespécie, a partir de uma cepa de *Streptococcus mutans*. A cepa foi mantida a -80°C em glicerina e reativada em ágar BHI por 48 h. Em seguida, uma colônia foi adicionada a 15mL de caldo de cérebro e coração (BHI). Após incubação por 16h, um inóculo foi preparado diluindo-se 10 vezes essa cultura em BHI suplementado com 0,2% de sacarose (caldo BHIS)<sup>65</sup>. Todas as incubações foram realizadas a 37°C em microaerofilia.

Para crescimento dos biofilmes, foi utilizado um modelo desenvolvido por Exterkate et al.<sup>65</sup> com adaptações. Esse modelo permite que os corpos de prova sejam fixados verticalmente para favorecer a formação de biofilme somente com células capazes de aderir aos espécimes, evitando a deposição e aderência dos microrganismos pela força da gravidade. Os corpos de prova foram imersos em placas de 24 poços, contendo 2mL do inóculo preparado de acordo com o descrito anteriormente. O meio de cultura foi renovado a cada 48h.

A análise do biofilme foi realizada após crescimento por 1, 7, 14 e 21 dias<sup>66,67</sup>.

Para contagem de células viáveis, os corpos de prova foram removidos do dispositivo e re-suspensos em 2mL de solução salina 0,9%, com auxílio de um ultrassom (Cristófoli Equipamentos de Biossegurança LTDA.). A suspensão foi sequencialmente diluída e semeada em ágar MSBS (Mitis salivarius com bacitracina), em duplicata, para a quantificação de bactérias presentes. Após incubação por 48h o número de unidades formadoras de colônias (UFC) foi obtido com o auxílio de contador de colônias digital. A contagem foi realizada por um pesquisador cego. Os resultados foram expressos em UFC/mL<sup>68</sup>.

### 4.4 Rugosidade de Superfície

Foi realizada a leitura da rugosidade superficial dos espécimes, sendo os valores (Ra) obtidos por meio de média aritmética entre os picos e vales registrados pelo rugosímetro (Surfcorder SE 1700 ; Kosaka Laboratório Ltd, Kosaka, Japão). Foi utilizado um *cut-off* de 0,25 mm, necessário para maximizar a filtragem da ondulação superficial. Em cada superfície, foram efetuadas três leituras em diferentes posições, sendo estas iniciadas 2 mm aquém da borda do espécimes, passando sempre pelo seu centro<sup>69</sup>.



#### 4.5 Estabilidade de Cor

Para mensurar a estabilidade da cor, os espécimes foram confeccionados com uma matriz com dimensões de 3 mm de altura por 6 mm de diâmetro, e analisados por meio de um espectrofotômetro Easyshade Vita Advance (Vident, Brea, CA, EUA), o qual atua por meio de um LED de alta potência na cor branca. Para que fossem obtidos valores da alteração de cor confiáveis, a medição foi realizada em luz ambiente, sempre no mesmo local e com fundo branco<sup>70-72</sup>. Estes valores foram registrados no próprio display do espectrofotômetro, sendo os mesmos, obtidos de acordo com os parâmetros de L, a\* e b\*, também conhecido por CIELab, no qual uma cor é localizada por três eixos: L, que representa a luminância, expressa em porcentagem (de 0 para o preto, a 100 para o branco) e a\* e b\*, os quais representam duas gamas de cor que vão respectivamente do verde ao vermelho e do azul ao amarelo, com valores que variam de -120 a +120.

A alteração de cor foi calculada pela fórmula:  $\Delta E: \sqrt{(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2}$

#### 4.6 Porosidade

Os espécimes foram confeccionados com auxílio de uma matriz com dimensões de 3 mm de altura por 6 mm de diâmetro. Para avaliar a porosidade no interior do material, os espécimes foram fraturados com auxílio de martelo e cinzel cirúrgicos. Para orientação da fratura, foi realizada uma canaleta em toda sua extensão passando pelo seu centro, com auxílio de uma fresa cônica e diamantada em alta rotação, onde foi posicionado o cinzel. Os fragmentos obtidos foram revestidos com liga de ouro-paládio sob alto vácuo e levados ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) (SM-300, Topcon, Tokyo, Japan) com aumento de 100 vezes para obtenção de imagens, as quais foram analisadas com auxílio do programa Image J (Rasband WS, Image J; US National Institutes of Health, Bethesda, MD). Todas as imagens foram subdivididas em quadrantes, sendo a área do primeiro quadrante analisada<sup>73,74</sup> para evitar dados tendenciosos. O mesmo pesquisador, sem conhecer o grupo experimental, realizou duas leituras de cada imagem com 1 semana de intervalo entre elas, e o valor final, foi a média entre as leituras.

#### 4.7 Dureza Vickers

A leitura da dureza Vickers foi realizada por um único operador em microdurômetro digital (Micromet 2100 - Buehler Ltda., Lake Bluff, Illinois, EUA), aplicando-se carga de 50 kgf durante 30 segundos sobre a superfície dos espécimes<sup>54</sup>. Em cada espécime foram realizadas oito endentações, em pontos equidistantes. Os resultados foram inicialmente expressos em micrometros ( $\mu\text{m}$ ) e transformados em valores de dureza Vickers (VHN) diretamente pela máquina de teste.

#### 4.8 Morfologia e Composição Química Superficial

Após a desidratação dos corpos de prova em dessecador, estes foram fixados em *stubs* com fita adesiva dupla face de carbono, levados à câmara a vácuo para cobertura com liga de ouro-paládio, desidratados, e levados ao MEV (SM-300, Topcon, Tokyo, Japan), com aumento de 80x e 1500x, voltagem de aceleração de 15kV, tamanho de 5 pontos, resolução de 256x192 e tempo de espera de 500 $\mu\text{s}$ . As áreas serão selecionadas de maneira aleatória<sup>34</sup>.

Um Espectrômetro de Raios X por energia dispersiva (EDS) foi utilizado para avaliar a presença de elementos químicos nos espécimes (3 mm de altura por 6 mm de diâmetro) por meio das imagens obtidas em MEV com aumento de 80x em uma área de 1 $\mu\text{m}$  selecionada de maneira aleatória<sup>60</sup>.

#### 4.9 Envelhecimento

Os espécimes foram inicialmente armazenados em água deionizada, trocada semanalmente, e mantidos em estufa a 37°C por um período de seis meses e depois foi realizada a termociclagem em equipamento específico (ThermoHaake Circulator DC10, Newington, NH, USA) onde os grupos experimentais foram submetidos à variação térmica de 5 a 55°C por 15s em cada temperatura, sendo necessários 5s de transição entre as mesmas, até totalizar 10.000 ciclos. Todos os testes propostos foram realizados antes e após este protocolo<sup>39</sup>.

#### 4.10 Análise Estatística

Na análise da atividade antibiofilme foi observado normalidade dos dados pelo teste de Shapiro-Wilk, seguido da análise paramétrica de variância (ANOVA) two-way, seguida posteriormente pelo pós-teste de Games-Howell.

A análise da rugosidade de superfície, estabilidade de cor (Sistema CIElab), porosidade e dureza Vickers, foram submetidos aos testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e homogeneidade (Levene). Os dados foram considerados normais e então realizado o teste ANOVA two-way seguido de pós-teste de Bonferroni. O nível de significância adotado foi de 5%.

Para avaliação do  $\Delta E$  entre os grupos experimentais, os dados foram submetidos ao teste de normalidade (Shapiro – Wilk), apresentando-se não-normais ( $p \leq 0,042$ ). Em seguida, realizou-se o teste não paramétrico Kruskal-Wallis.

## 5 RESULTADO

Os resultados foram divididos e apresentados a seguir em subitens.

### 5.1 Atividade Antibiofilme

Na Tabela 1 observa-se as médias e desvios padrão do teste de atividade antibiofilme para os dias 1,7,14 e 21 apresentados, em logaritmos decimais de UFC/ml, de acordo com os grupos experimentais. A análise de variância indicou diferenças estatísticas para os grupos nos diferentes tempos. Pôde-se observar que para todos os grupos experimentais, menores valores de UFC/ml foram encontrados no 14<sup>o</sup> dia, sendo que o grupo NPHPa apresentou o melhor resultado comparado ao Controle. Os dados demonstraram considerável aumento do 1<sup>o</sup> para o 7<sup>o</sup> dia, sendo este fenômeno observado novamente no 21<sup>o</sup> dia, com maior número de UFC/ml para o Controle.

**Tabela 1** - Médias (desvios padrão) dos dados para o teste de atividade antibiofilme representados em logaritmos decimais de UFC/ml de acordo com os grupos experimentais, antes do envelhecimento representados em logaritmos decimais de UFC/ml de acordo com os grupos experimentais, antes do envelhecimento

<b>Grupos</b>	<b>1 dia</b>	<b>7 dias</b>	<b>14 dias</b>	<b>21 dias</b>
<b>Controle</b>	7,07 (0,1) <sup>Aa</sup>	8,19 (0,3) <sup>Ba</sup>	5,98 (0,6) <sup>Ca</sup>	8,88 (0,4) <sup>Da</sup>
<b>NPHPa</b>	7,60 (0,4) <sup>Ab</sup>	8,99 (0,1) <sup>Bb</sup>	5,17 (0,5) <sup>Cbc</sup>	9,11 (0,4) <sup>Ba</sup>
<b>VB</b>	6,97 (0,2) <sup>Aa</sup>	8,89 (0,3) <sup>Bb</sup>	5,42 (0,1) <sup>Cac</sup>	8,80 (0,3) <sup>Ba</sup>

Nota: Foi utilizado análise paramétrica de variância (ANOVA) para verificar diferença estatística, seguida pelo teste de Games-Howell. Médias nas colunas acompanhadas letras minúsculas referem-se à comparação entre grupos no mesmo intervalo. Letras maiúsculas referem-se à comparação no mesmo grupo em diferentes intervalos. Letras diferentes demonstram diferença estatística ( $p < 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria.

Na Tabela 2 observou-se que após o envelhecimento menores valores de UFC/ml foram encontrados no tempo de 14 dias. Após acompanhamento de 21 dias observou-se resultado semelhante ao tempo de 7 dias para Controle e NPHPa.

**Tabela 2** - Médias (desvios padrão) dos dados para o teste de atividade antibiofilme representados em logaritmos decimais de UFC/ml de acordo com os grupos experimentais após envelhecimento

Grupos	1 dia	7 dias	14 dias	21 dias
<b>Controle</b>	7,30 (0,20) <sup>Aa</sup>	8,40 (0,09) <sup>Ba</sup>	6,01 (0,08) <sup>Ca</sup>	8,45 (0,17) <sup>Ba</sup>
<b>NPHPa</b>	8,02 (0,16) <sup>Ab</sup>	8,64 (0,32) <sup>Ba</sup>	7,10 (1,26) <sup>Aa</sup>	8,60 (0,26) <sup>Ba</sup>
<b>VB</b>	7,77 (0,07) <sup>Ac</sup>	9,52 (0,39) <sup>Bb</sup>	6,03 (0,32) <sup>Ca</sup>	8,49 (0,51) <sup>Da</sup>

Nota: Foi utilizado análise paramétrica de variância (ANOVA) para verificar diferença estatística, seguida pelo teste de Games-Howell. Médias nas colunas acompanhadas letras minúsculas referem-se à comparação entre grupos no mesmo intervalo. Letras maiúsculas referem-se à comparação no mesmo grupo em diferentes intervalos. Letras diferentes demonstram diferença estatística ( $p < 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria.

Na Tabela 3 comparou-se estatisticamente os valores de UFC/ml antes e após o envelhecimento em cada tempo para cada grupo. Observou-se diferenças estatísticas na maioria dos tempos e grupos, com aumento de UFC/ml após envelhecimento. A diminuição de UFC/ml após envelhecimento pôde-se ser observada apenas para Controle e NPHPa após 21 dias.

**Tabela 3** - Médias (desvios padrão) dos dados para o teste de atividade antibiofilme representados em logaritmos decimais de UFC/ml comparando os grupos antes do envelhecimento (AE) e depois do envelhecimento (DE) em cada tempo

Grupos	1 dia		7 dias		14 dias		21 dias	
	AE	DE	AE	DE	AE	DE	AE	DE
<b>Controle</b>	7,07	7,30	8,19	8,40	5,98	6,01	8,88	8,45
	(0,10)	(0,20)	(0,30)	(0,09)	(0,60)	(0,08)	(0,40)	(0,17)
	<b>p=0.002*</b>		<b>p=0.021*</b>		p=0.153		<b>p=0.032*</b>	
<b>NPHPa</b>	7,60	8,02	8,99	8,64	5,17	7,10	9,11	8,60
	(0,40)	(0,16)	(0,10)	(0,32)	(0,50)	(1,26)	(0,40)	(0,26)
	<b>p=0.002*</b>		p=0.052		<b>p=0,001*</b>		<b>p=0.007*</b>	
<b>VB</b>	6,97	7,77	8,89	9,52	5,42	6,03	8,80	8,49
	(0,20)	(0,07)	(0,30)	(0,39)	(0,10)	(0,32)	(0,30)	(0,51)
	<b>p=0.000*</b>		<b>p=0.000*</b>		<b>p=0.000*</b>		p=0.236	

Nota: Médias com diferença estatisticamente significativa pelo teste t para amostras independentes ( $p < 0,05$ ). \*

Fonte: Elaboração própria.

## 5.2 Rugosidade de Superfície

Os valores apresentados demonstraram que antes do processo de envelhecimento o VB apresentou os menores valores de rugosidade de superfície. Pôde-se observar, porém, que após o processo de envelhecimento, houve diferença significativa ( $p=0,004$ ) apenas para VB, que apresentou aumento no nível de rugosidade superficial. Embora tenha se observado este fato, o valor de VB foi estatisticamente semelhante ao Controle e NPHPa ao final de todo o processo.

**Tabela 4** - Médias e desvios-padrão dos dados para o teste de rugosidade superficial dos corpos de prova antes do envelhecimento (AE) e depois do envelhecimento (DE)

Grupos	Antes do envelhecimento (AE)		Depois do envelhecimento (DE)	
	Média	Desvio-padrão	Média	Desvio-padrão
<b>Controle</b>	3.26 <sup>Aa</sup>	0.48	2.93 <sup>Aa</sup>	1.12
<b>NPHPa</b>	3.12 <sup>Aa</sup>	0.53	2.63 <sup>Aa</sup>	0.53
<b>VB</b>	1.59 <sup>Ab</sup>	0.42	2.63 <sup>Ba</sup>	1.14

Nota: Letras maiúsculas referem-se à comparação intragrupo e letras minúsculas referem-se à comparação intergrupos. Letras diferentes demonstram diferença estatística ( $p<0,05$ ) apontadas no pós-teste de Bonferroni ( $\alpha=0.05$ ).

Fonte: Elaboração própria

## 5.3 Estabilidade de Cor

Quando observado os componentes do sistema CIELab antes do envelhecimento, observou-se que para o componente L, NPHPa apresentou valores menores que os demais grupos. Porém para o componente a este mesmo grupo apresentou maior valor. Ao analisar os três componentes do sistema CIELab ( $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ ) antes e depois do processo de envelhecimento, observou-se diferença estatisticamente significativa no grupo NPHPa para os fatores  $L^*$  ( $p < 0,001$ ),  $a$  ( $p < 0,001$ ) e  $b$  ( $p=0,001$ ). O grupo VB apresentou diferença significativa para o componente  $a^*$  ( $p=0,003$ ). Não houve diferença estatisticamente significativa nos três grupos para o componente  $b^*$  ( $p \geq 0,092$ ). Analisando os mesmos grupos após o processo de envelhecimento, não foi observada diferença estatística entre os grupos para os componentes  $L^*$  ( $p \geq 0,240$ ),  $a$  ( $p \geq 0,908$ ) e  $b$  ( $p \geq 0,808$ ).

**Tabela 5** - Médias e (desvios-padrão) dos dados para a análise de estabilidade de cor para cada um dos fatores que compõem o sistema CIELab (L, a e b) antes e depois do envelhecimento

Grupo	Antes do envelhecimento			Depois do envelhecimento		
	L	a	b	L	a	b
<b>Controle</b>	73,97 (1,48) <sup>Aa</sup>	8,4 (0,70) <sup>Aa</sup>	49,79 (0,88) <sup>Aa</sup>	73,19 (5,69) <sup>Aa</sup>	7,86 (1,05) <sup>Aa</sup>	49,59 (2,78) <sup>Aa</sup>
<b>NPHPa</b>	64,51 (1,30) <sup>Ab</sup>	10,16 (0,27) <sup>Ab</sup>	51,82 (0,96) <sup>Aa</sup>	71,74 (4,78) <sup>Ba</sup>	7,91 (1,47) <sup>Ba</sup>	48,57 (3,11) <sup>Ba</sup>
<b>VB</b>	71,93 (2,70) <sup>Ab</sup>	8,73 (0,52) <sup>Aa</sup>	50,41 (1,65) <sup>Aa</sup>	74,64 (3,57) <sup>Aa</sup>	7,5 (0,71) <sup>Ba</sup>	49,15 (1,78) <sup>Aa</sup>

Nota: Letras maiúsculas referem-se à comparação intragrupo e letras minúsculas referem-se à comparação intergrupos para cada fator. Letras diferentes demonstram diferença estatística ( $p < 0,05$ ) apontadas no pós-teste de Bonferroni ( $\alpha = 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria

Quanto a variação da estabilidade de cor não foi observada diferença estatisticamente significativa entre os grupos experimentais. ( $\Delta E$ ;  $p = 0,073$ ).

**Tabela 6** - Médias e (desvios-padrão) dos dados para a análise de estabilidade de cor ( $\Delta E$ ) antes e depois do envelhecimento

Grupo	$\Delta E$
<b>Controle</b>	3,51 (1,78) <sup>a</sup>
<b>NPHPa</b>	6,63 (2,2) <sup>a</sup>
<b>VB</b>	5,98 (3,3) <sup>a</sup>

Nota: Letras iguais apontam similaridade estatística ( $p > 0,05$ ) apontada no teste Kruskal-Wallis ( $\alpha = 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria

#### 5.4 Porosidade

A Tabela 5 indicou diferença significativa para os grupos NPHPa ( $p = 0,005$ ) e VB ( $p = 0,009$ ), que apresentaram aumento nos números de poros. Quando observada a porosidade intergrupo antes do envelhecimento, observou-se comportamento semelhante entre todos os grupos ( $p \geq 0,720$ ). Após o processo de envelhecimento, foi observado que NPHPa apresentou maior número de poros quando comparado ao Controle.

**Tabela 7** - Médias e (desvios-padrão) dos números de poros nos corpos de prova antes do envelhecimento (AE) e depois do envelhecimento (DE)

<b>Grupo</b>	<u>Antes do envelhecimento</u>	<u>Depois do envelhecimento</u>
<b>Controle</b>	23 (3,23) <sup>Aa</sup>	22,9 (7,66) <sup>Aa</sup>
<b>NPHPa</b>	24,4 (6,22) <sup>Aa</sup>	32,1 (7,54) <sup>Bbc</sup>
<b>VB</b>	21,3 (4,19) <sup>Aa</sup>	28,4 (4,67) <sup>Bac</sup>

Nota: Letras maiúsculas referem-se à comparação intragrupo e letras minúsculas referem-se à comparação intergrupos. Letras diferentes demonstram diferença estatística ( $p < 0,05$ ) apontadas no pós-teste de Bonferroni ( $\alpha = 0,05$ ).

Fonte: elaboração própria

Com relação a porcentagem de área ocupada pelos poros foi encontrada diferença significativa ( $p = 0,002$ ) apenas para o grupo NPHPa, que apresentou redução da mesma, após o processo de envelhecimento, tendo os demais grupos comportamento estatisticamente semelhante ( $p \geq 0,382$ ) antes e depois do envelhecimento.

**Tabela 8** - Médias e (desvios-padrão) dos dados para a área dos poros (%) dos corpos de prova antes do envelhecimento (AE) e depois do envelhecimento (DE)

<b>Grupo</b>	<u>Antes do envelhecimento</u>	<u>Depois do envelhecimento</u>
<b>Controle</b>	3,84% (0,01) <sup>Aa</sup>	4,53% (0,01) <sup>Aa</sup>
<b>NPHPa</b>	4,39% (0,02) <sup>Aa</sup>	1,77% (0,02) <sup>Bb</sup>
<b>VB</b>	3,41% (0,01) <sup>Aa</sup>	3,92% (0,01) <sup>Aa</sup>

Nota: Letras maiúsculas referem-se à comparação intragrupo e letras minúsculas referem-se à comparação intergrupos. Letras diferentes demonstram diferença estatística ( $p < 0,05$ ) apontadas no pós-teste de Bonferroni ( $\alpha = 0,05$ ).

Fonte: elaboração própria

## 5.5 Dureza Vickers

Foi observada diferença estatisticamente significativa ( $p \leq 0,032$ ) para todos os grupos depois do processo de envelhecimento. Na análise intergrupo antes e após o envelhecimento, NPHPa apresentou maiores valores. Observou-se também que após o envelhecimento o grupo Controle apresentou aumento da sua dureza e VB diminuição da mesma.



**Tabela 9** - Médias e (desvios-padrão) dos dados para dureza de Vickers dos corpos de prova antes do envelhecimento (AE) e depois do envelhecimento (DE)

<b>Grupo</b>	<b>Antes do envelhecimento</b>	<b>Depois do envelhecimento</b>
<b>Controle</b>	45,04 (3,95) <sup>Aa</sup>	49,91 (4,09) <sup>Ba</sup>
<b>NPHPa</b>	63,75 (5,79) <sup>Ab</sup>	92,57 (8,02) <sup>Bb</sup>
<b>VB</b>	48,60 (1,79) <sup>Aa</sup>	33,90 (3,68) <sup>Bc</sup>

Nota: Letras maiúsculas referem-se à comparação intragrupo e letras minúsculas referem-se à comparação intergrupos. Letras diferentes demonstram diferença estatística ( $p < 0,05$ ) apontadas no pós-teste de Bonferroni ( $\alpha = 0,05$ ).

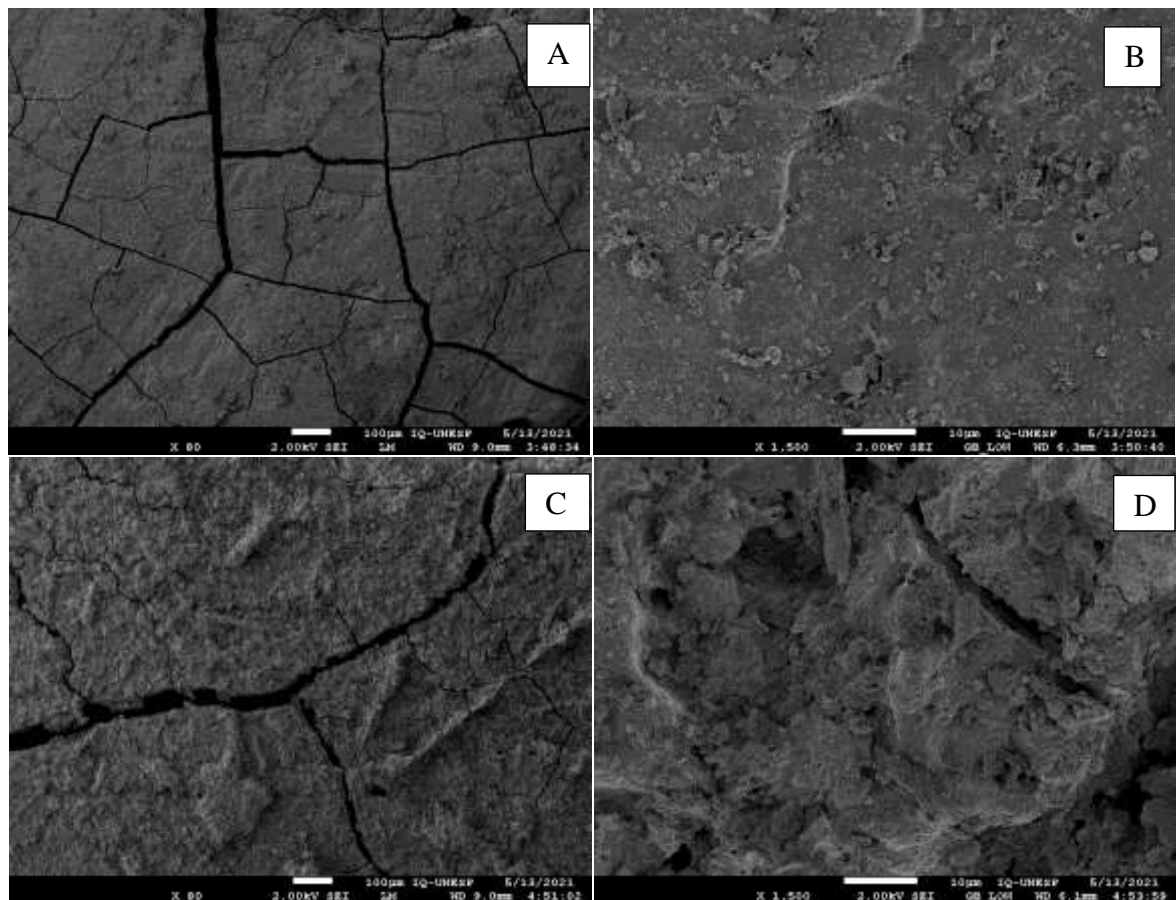
Fonte: Elaboração própria.

## 5.6 Morfologia Superficial

As imagens a seguir foram analisadas de maneira qualitativa onde observou-se a presença de rachaduras na superfície dos três grupos, presentes antes e após envelhecimento.

### 5.6.1 Controle (CIV)

**Figura 1** - Imagens feitas em MEV da superfície dos espécimes de G1 antes e depois da termociclagem

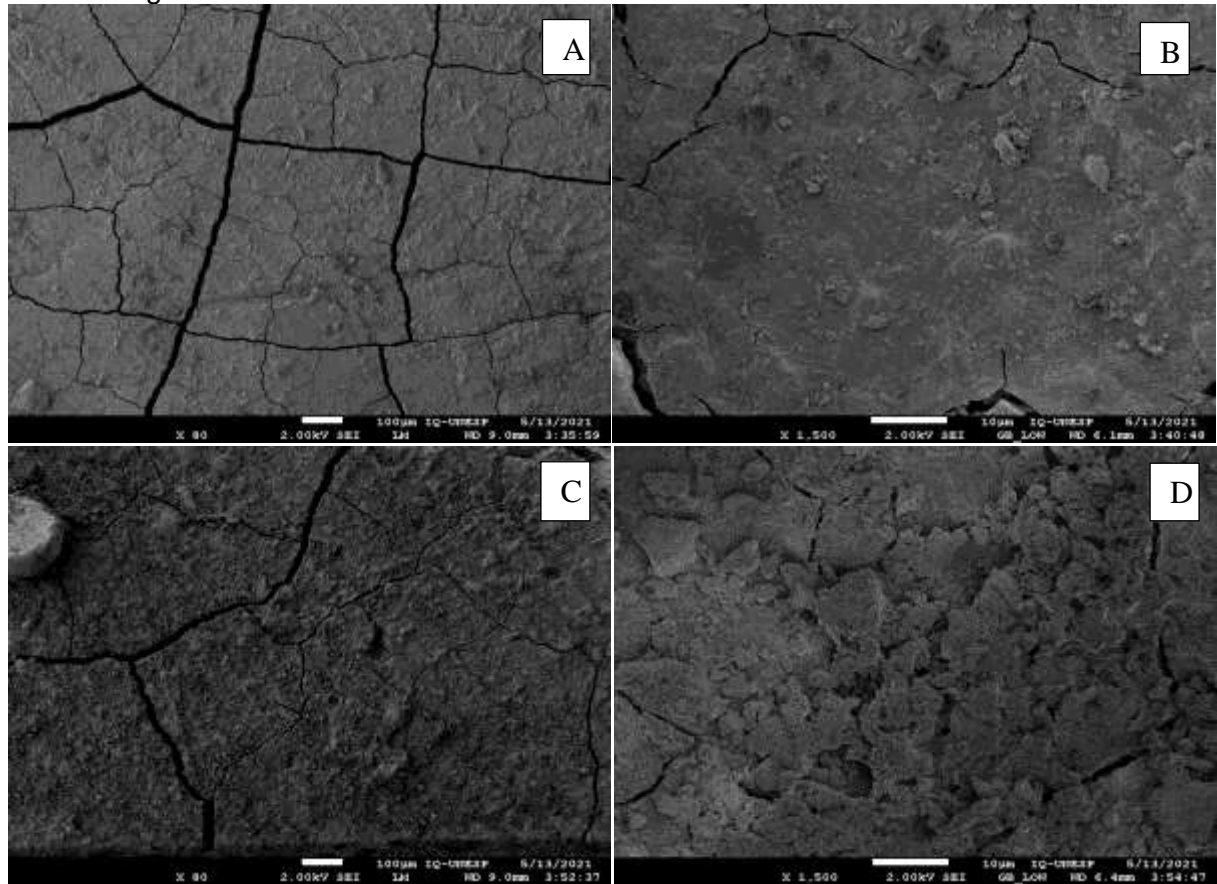


Imagens do Controle antes da termociclagem com aumento de 80x (A), antes da termociclagem com aumento de 1500x (B), depois da termociclagem com aumento de 80x (C) e depois da termociclagem com aumento de 1500x (D).

Fonte: Autoria própria.

### 5.6.2 NPHPa (CIV + NPHPa)

**Figura 2** - Imagens feitas em MEV da superfície dos espécimes de G2 antes e depois da termociclagem

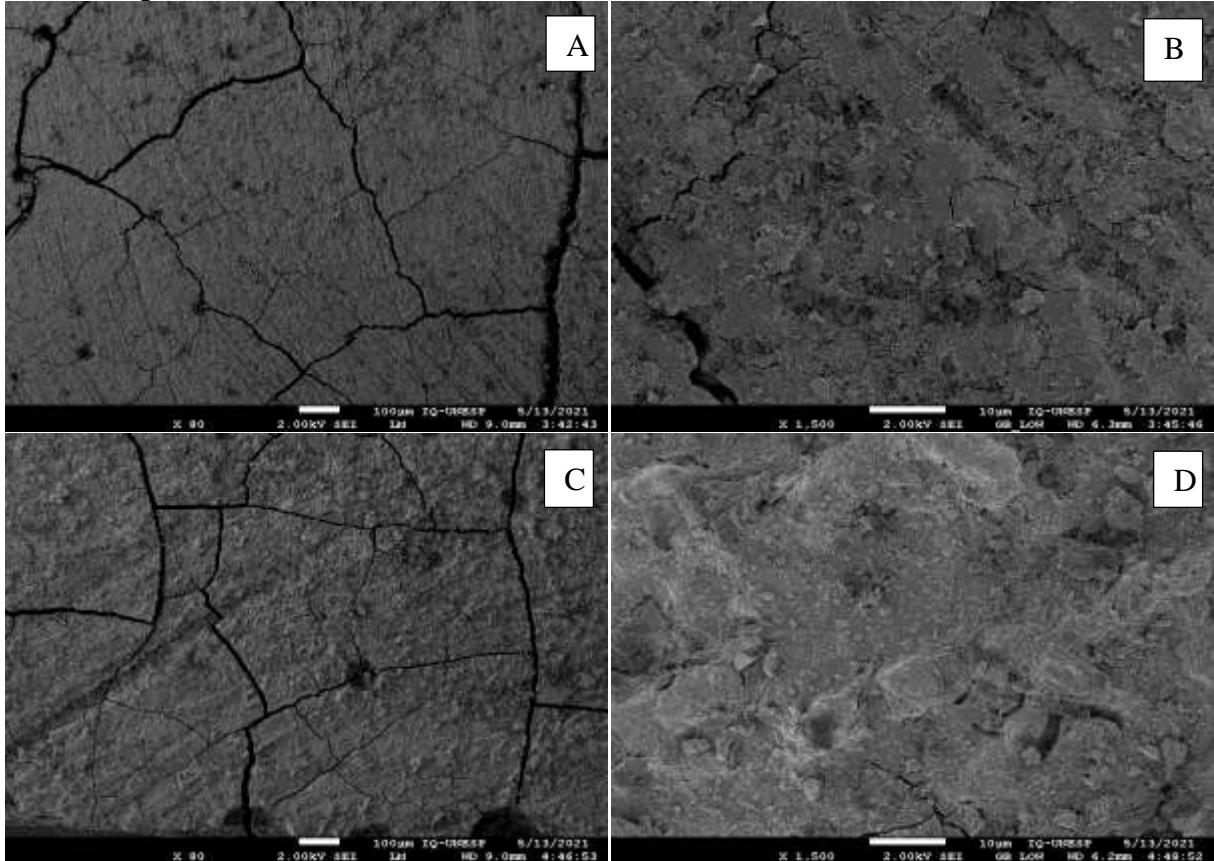


Imagens de NPHPa antes da termociclagem com aumento de 80x (A), antes da termociclagem com aumento de 1500x (B), depois da termociclagem com aumento de 80x (C) e depois da termociclagem com aumento de 1500x (D).

Fonte: Autoria própria.

### 5.6.3 VB (CIV + VB)

**Figura 3** - Imagens feitas em MEV da superfície dos espécimes de G3 antes e depois da termociclagem



Imagens de VB antes da termociclagem com aumento de 80x (A), antes da termociclagem com aumento de 1500x (B), depois da termociclagem com aumento de 80x (C) e depois da termociclagem com aumento de 1500x (D).

Fonte: Autoria própria.

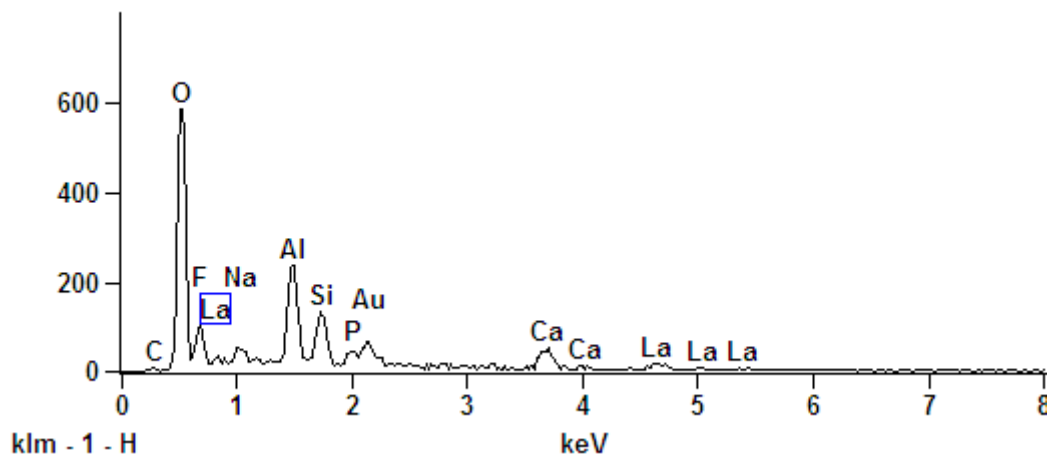
## 5.7 Composição Química

Observou-se, por meio de EDS, que os grupos experimentais apresentaram composição química semelhante, embora a liberação de alguns elementos químicos tenha sido maior em NPHPa e VB.

Observação: As imagens em EDS foram semelhantes antes e após envelhecimento.

### 5.7.1 Controle (CIV)

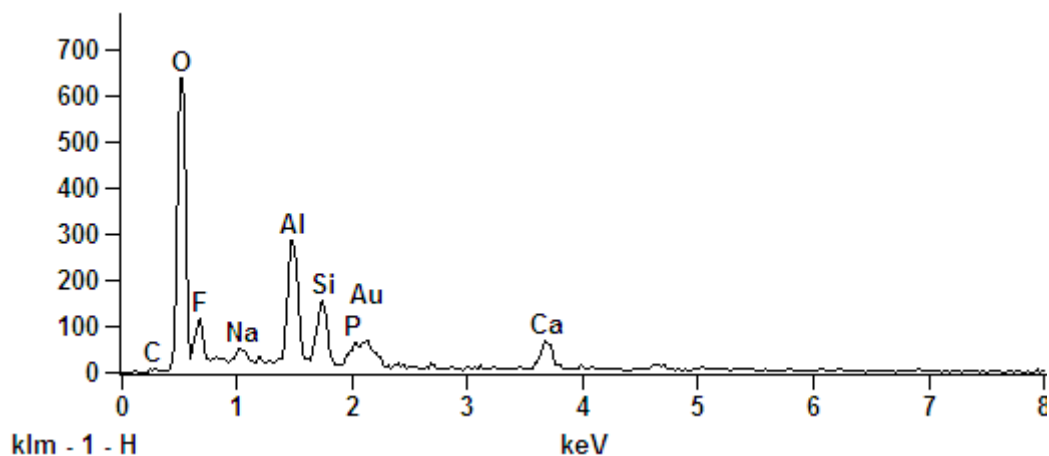
**Gráfico 1** - Elementos químicos presentes na superfície dos espécimes do Controle segundo análise em EDS



Fonte: Autoria própria.

### 5.7.2 NPHPa (CIV + NPHPa)

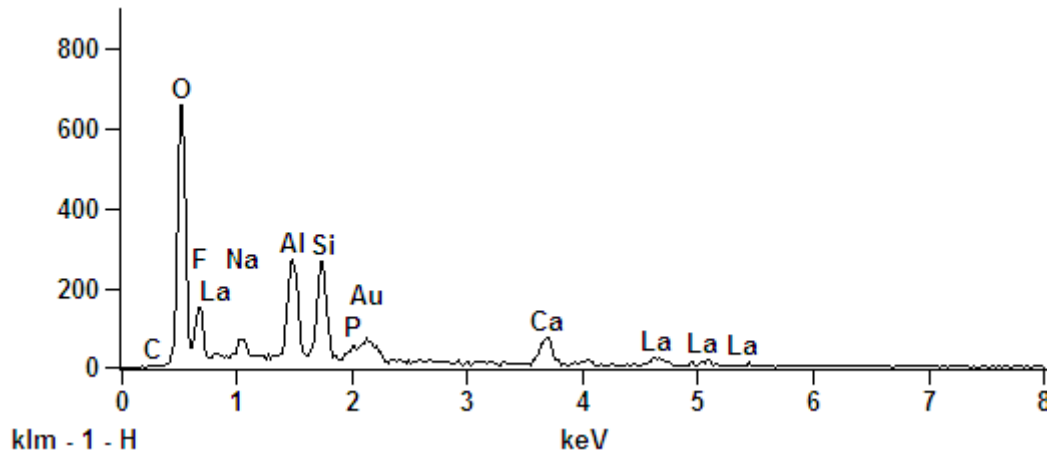
**Gráfico 2** - Elementos químicos presentes na superfície dos espécimes de NPHPa segundo análise em EDS



Fonte: Autoria própria.

### 5.7.3 VB (CIV + VB)

**Gráfico 3** - Elementos químicos presentes na superfície dos espécimes de VB segundo análise em EDS.



Fonte: Aatoria própria.

## 6 DISCUSSÃO

Materiais com potencial antimicrobiano<sup>13,15,17</sup>, remineralizadores<sup>27</sup> e capazes de reforçar propriedades físicas<sup>30,31</sup> e mecânicas<sup>22,42,41</sup> de materiais restauradores são estudados em busca de melhor eficiência clínica. Uma vez realizadas modificações que torne o material restaurador diferente daquele proposto pelo fabricante, é de suma importância entender as consequências imediatas, frequentemente presentes na literatura científica, assim como as alterações a longo prazo, presentes na cavidade bucal e em testes que simulam o envelhecimento dos materiais.

O CIV, muito utilizado na odontologia, principalmente em indivíduos que possuem alto risco para o desenvolvimento de lesões de cárie, proporciona liberação de flúor para o meio bucal<sup>10</sup>, favorecendo a remineralização e atuando como agente antibacteriano. De acordo com Fúcio et al.<sup>75</sup> o flúor liberado reduz a acidogenicidade dos biofilmes e, em função da presença de cálcio e alumínio, proporcionam efeito tampão capaz de neutralizar o pH local. Ainda de acordo com o autor, o Ketac Molar Easymix, utilizado neste estudo, libera cálcio significativamente em condições ácidas, possui partículas menores que dos demais CIV, apresenta maior reatividade pela presença dos óxidos, além de alta proporção pó/líquido que favorece o ataque ácido às partículas de vidro, resultando em ação tamponante mais expressiva.

Considerando ainda que existem muitos casos de novas lesões de cárie, além daquelas secundárias, é de interesse clínico a potencialização das ações deste material a fim de inibir ou diminuir o número de microrganismos. Por isso, o interesse da comunidade científica na associação do CIV com agentes antibacterianos como as NP<sup>18,22,23,76</sup> e os VB<sup>6,10,30,31</sup>.

Como já mencionado acima, alterações no material podem ocorrer, como por exemplo, nas ligações químicas a partir da interferência da reação entre as partículas de vidro e o líquido do CIV quando da presença de excesso de NP ou VB associado ao pó do material. Assim, como na literatura não existe protocolo estabelecido para a utilização de NP associada ao CIV, a porcentagem de 5% de NPHPa utilizada neste estudo e em outras pesquisas científicas<sup>20,22,23</sup>, pode ter representado alguma alteração nas ligações químicas originais do material<sup>23</sup>. A solubilidade dos componentes orgânicos e inorgânicos também é influenciada pela modificação da concentração, tamanho e forma das partículas associadas ao material<sup>75</sup>.

Considerando que ainda existem muitos questionamentos relacionados ao envelhecimento do material odontológico após sua associação com outros materiais, e que o *Streptococcus mutans* é apontado como o principal agente etiológico para o desenvolvimento de lesões de cárie<sup>10</sup>, este estudo avaliou a possível diminuição de UFC/ml destes microrganismos a partir da associação de CIV às NP ou aos VB, possibilidade também relatada pela literatura<sup>10,77</sup>.

Portanto, por meio da avaliação de biofilmes monoespécie de uma cepa de *Streptococcus mutans*, neste estudo pôde-se observar que antes e após o envelhecimento do material proposto, houve diminuição significativa na quantidade de UFC/ml de *Streptococcus mutans* após 14 dias de acompanhamento (Tabelas 1 e 2). Aumento expressivo de UFC/ml pôde ser notado após envelhecimento, apenas nos grupos Controle (14 dias), NPHPa (7 dias) e VB (21 dias) (Tabela 3).

Eficácia na ação antibacteriana também pôde ser observada, após associação do CIV à NP de prata, após 14 dias de acompanhamento por Liu e He<sup>77</sup>. De acordo com os autores, ocorre rápida absorção dos íons flúor e prata disponíveis na superfície do material, comprometendo a ação antibacteriana em longo prazo. Este relato corrobora El-Wassefy et al.<sup>45</sup>, os quais observaram que a espessura da camada de biofilme foi inversamente proporcional à concentração de NP de prata dispersa em um CIV convencional.

O mecanismo antimicrobiano, após associação do CIV com VB, também é prejudicado após reação de presa do material, pois ocorre expressiva diminuição da liberação de flúor, a qual não favorece o aumento do pH do meio, com consequente diminuição da ação contra os microrganismos<sup>10</sup>. Hafshejani et al.<sup>10</sup> citaram também a possibilidade de efeitos adversos nas propriedades físicas e mecânicas do material.

A possível reação do íon fluoreto com o fluoreto de cálcio do CIV também foi levantada por Yli-Urpo et al.<sup>29</sup> quando associaram o CIV a um VB. De acordo com os autores, este fato também levaria à diminuição da disponibilidade de flúor no meio e da atividade contra o metabolismo do *Streptococcus mutans*. Citaram ainda que baixos níveis de flúor são liberados, e que são insuficientes para inibir o crescimento bacteriano.

Considerando ainda que propriedades antibacterianas do VB em relação aos *Streptococcus mutans* estão provavelmente relacionadas ao alto pH mantido por este material<sup>29</sup>, sua associação com o CIV pode alterar o pH do meio com diminuição do efeito antimicrobiano contra *Streptococcus mutans*. Este fato corrobora os achados



deste estudo que encontrou potencial antibacteriano representativo em apenas duas semanas de acompanhamento (Tabela 1). Segundo Stoor et al.<sup>27</sup>, os VB possuem efeito antimicrobiano sobre diferentes microrganismos após uma hora de contato com os mesmos. A associação do CIV com o VB, resulta em maior formação de fluoreto de cálcio pela maior quantidade de cálcio liberado pelo VB, oferecendo assim menor disponibilidade do flúor no meio<sup>22</sup>.

Após 24 horas de acompanhamento da associação de um CIV ao VB 45S5, Kirthika et al.<sup>78</sup> encontraram menor aderência de *Streptococcus mutans*. De acordo com os autores, ocorreu alta liberação de flúor nesse período, devido à alta solubilidade e dissolução da camada de apatita na superfície do material, quando houve aumento do pH e redução da viabilidade celular. Da mesma forma pode-se observar esse fenômeno nesse estudo após 14 dias (Tabela 2).

Kumar et al.<sup>44</sup> observaram maior liberação de flúor de um CIV em até 7 dias, pois o flúor é transportado em associação com alumínio e cálcio. Ainda, os autores citaram que uma vez que associação com NP resulta em maior formação de poliácrlato de cálcio e alumínio durante a reação de presa, mais íons fluoretos ficam livres. Assim como neste estudo, após associação de 5% de NPHPa a um CIV, Alatawi et al.<sup>22</sup> também observaram aumento da liberação do flúor após 7 e 14 dias, com queda após 28 dias.

De acordo com El-Wassefy et al.<sup>45</sup>, a concentração de 5% de NPHPa também utilizada neste estudo é suficiente para tornar imperceptível a camada de biofilme. Yli-Urpo et al.<sup>29</sup>, porém, demonstraram que a concentração de 30% para esta associação foi aquela que impediu significativamente o crescimento de *Streptococcus mutans*.

Além da capacidade antimicrobiana, outras propriedades do material devem ser avaliadas após a associação do CIV com NP ou VB, como as físicas e mecânicas, pois o material deve ter vida útil longa e garantir sucesso clínico.

Possível prejuízo nas propriedades mecânicas de um CIV associado a um VB foi relatado por Kim et al.<sup>30</sup>, quando mostraram que houve redução significativa de alumínio importante na formação da reticulação e estrutura do material. Diferente das NPs, os VBs têm tamanho semelhantes aqueles das partículas do CIV, não sendo suficientemente compactos para preencher os espaços na matriz.

Dados científicos demonstram melhoras em algumas propriedades mecânicas provenientes da associação do CIV com NPHPa a 5%<sup>23</sup>, protocolo também utilizado no presente estudo. Após a incorporação de NPFAP a 3% em um CIV, Khagani et al.<sup>43</sup>

também observaram melhores propriedades mecânicas. De acordo com Barandehfard et al.<sup>23</sup>, quando da associação de CIV à NPHPa, ocorre suplementação dos vidros do monômero com HPa, que reagem com o ácido policarboxílico e aumenta a força das ligações químicas.

Os resultados encontrados na literatura são diversos e de acordo com Hajipour et al.<sup>14</sup>, muita dificuldade se tem em comparar resultados científicos diante da falta de protocolo determinado e de padronização das propriedades da NP estudadas.

Favorecimento das propriedades dos materiais também pode ser entendido pelo fato de que as NP podem resultar em maior formação de pontes de hidrogênio e de alumínio após período de armazenamento, contribuindo para a melhora das propriedades mecânicas<sup>23,44</sup>. Khagani et al.<sup>43</sup> também relataram mais resistência e melhores propriedades físicas e mecânicas com a associação de NPFAp e CIV, uma vez que a distribuição destas pequenas partículas no interior do material resulta em alta densidade do mesmo.

Barandehfard et al.<sup>23</sup> e Kumar et al.<sup>44</sup> alertaram, porém, para possíveis prejuízos clínicos, pois a adição de NP ao CIV pode gerar diminuição do tempo de presa, uma vez que as NP possuem grande área superficial, representando maior reatividade e reações químicas mais rápidas.

Considerando importantes propriedades físicas que podem ser alteradas, a rugosidade de superfície deve ser avaliada pois está diretamente ligada à degradação da matriz e superfície do CIV<sup>76</sup>, com conseqüente acúmulo de biofilme, possível aumento da área disponível para adesão bacteriana e desenvolvimento de novas leões e cáries<sup>79</sup>.

Este estudo apontou que somente o grupo VB apresentou aumento da rugosidade de superfície, após o processo de envelhecimento (Tabela 4). Aumento da rugosidade de superfície quando da associação de CIV com VB também foi encontrada por Valanezhad et al.<sup>47</sup>, os quais relataram possível falha na dispersão das partículas do VB na matriz ionomérica. Deve-se considerar também que as partículas do VB, de acordo como já descrito, possuem dimensões próximas às partículas do CIV, e não são suficientemente compactas para preencher os espaços na matriz, resultando em irregularidades superficiais<sup>30</sup>. Embora tenha-se observado maior rugosidade no VB, esta ocorreu intragrupo, pois quando comparado aos demais, apresentou resultados estatisticamente semelhantes após envelhecimento (Tabela 4).

Bala et al.<sup>80</sup> e Cibim et al.<sup>60</sup> citaram que as NP se ligam à matriz do CIV, diminuem os espaços entre as partículas do material e conseqüentemente a rugosidade de superfície. Citaram também que o material se torna mais polido com seu envelhecimento na cavidade bucal. Savas et al.<sup>81</sup> também encontraram valores de rugosidade menores para um CIV nanoparticulado comparado aos convencionais e modificados por resina, creditando este fato ao preenchimento da matriz do material pelas NP. O possível desprendimento de aglomerados de NP, frequentemente presentes na superfície do CIV, também o torna mais regular<sup>15</sup>. Estes fenômenos relatados na literatura contribuem para o embasamento dos resultados encontrados neste estudo.

Além do acúmulo de biofilme na superfície do material, a presença de rugosidade superficial também promove alterações estéticas, com aparecimento de trincas, alterações na reflexão da luz e mudança na coloração do CIV<sup>36</sup>. A última está diretamente ligada com o tipo, qualidade e tamanho das partículas dos materiais<sup>83</sup> e constitui importante fator que contribui para o sucesso clínico dos mesmos.

Após imersão por 28 dias de um CIV nanoparticulado, pôde-se observar valores clinicamente aceitáveis de alteração de cor do material ( $\Delta E = 2,02-2,49$ )<sup>81</sup>, pois a sorção de água sofrida pelo mesmo não alterou significativamente sua coloração. Savas et al.<sup>81</sup> lembraram também que a descoloração dos materiais restauradores é multifatorial e influenciada pela composição do meio em que estão inseridos, acidez, grau de maturação do material, absorção/penetração do corante, entre outros.

Sabe-se que a associação do CIV com NP pode gerar alteração na estabilidade de cor do material<sup>43</sup>. Khagani et al.<sup>43</sup>, após 28 dias de armazenamento de um CIV associado a NPFap, encontraram alteração de cor do material, provavelmente devido a formação de uma superfície menos homogênea devido a formação de uma camada de apatita.

A variação da estabilidade de cor avaliada neste estudo (Tabela 6) demonstrou que os grupos não diferiram estatisticamente entre si, apresentando valores considerados perceptíveis para a alteração da cor ( $\Delta E$ ) do material (acima de 3,3)<sup>84</sup>. De acordo com Gómez-Polo et al.<sup>84</sup>,  $\Delta E$  entre 1 e 3,3 indica que a variação de cor é considerada baixa, porém detectável. Quando o valor de  $\Delta E$  situa-se abaixo de 1 é considerado imperceptível mesmo para pesquisadores experientes e treinados.

Aumento na rugosidade de superfície após envelhecimento pôde ser observado em VB (Tabela 4), fenômeno possivelmente relacionado à variação de cor descrita acima. Deve-se considerar também que o aumento da rugosidade de superfície ocorre devido ao tipo, qualidade e tamanho das partículas dos materiais<sup>58</sup> e não só em função de suas características superficiais.

O espaço de cor  $L^* a^* b^*$ , conhecido como CIELab, é utilizado para a avaliação das cores, apresentando esses dados em termos numéricos. Ele consiste na coordenada  $L^*$  que corresponde à luminosidade, na coordenada  $a^*$  que indica o eixo vermelho e verde e na coordenada  $b^*$  que indica o eixo amarelo e azul<sup>85,84</sup>.

A própria reação de presa do CIV modifica o índice de refração de luz, o que favorece a alteração de cor com diminuição da luminância ( $L^*$ )<sup>85</sup>. Nos resultados obtidos neste estudo pôde-se observar que antes mesmo do envelhecimento os grupos NPHPa e VB apresentaram menores valores de  $L$  (Tabela 5), os quais interferem no valor final do  $\Delta E$ . A degradação da matriz polimérica após envelhecimento, também é forte preditor para a alteração de cor do material<sup>84,85</sup>. Assim, restaurações estéticas não deveriam receber materiais associados às NP e VB.

Ainda, considerando as possíveis alterações que podem ocorrer no material, a porosidade presente no mesmo leva a formação de pontos de estresse que favorecerem o aparecimento de trincas e fraturas<sup>18,34</sup>. Pode-se considerar ainda que esta propriedade física está diretamente relacionada a rugosidade e a alteração de cor, já descritas anteriormente.

Utilizando a associação de 5% de NP a um CIV, como no presente estudo, Gjorgievska et al.<sup>50</sup> encontraram redução na quantidade de poros do material. Após associação de NPs a 2, 5 e 10% a um CIV, redução do número e tamanho de poros e alterações superficiais como rachaduras, também foram observadas<sup>50</sup>. Baseados no fato de que ocorre preenchimento dos espaços presentes na matriz do CIV pelas NP<sup>81</sup>, Lee et al.<sup>82</sup> por meio de análise no MEV também observaram que a associação de NPHPa ao CIV favoreceu uma superfície mais regular e menos porosa.

Neste estudo foi observada diferença no número de poros somente após o envelhecimento, onde Controle e NPHPa apresentaram resultados semelhantes e tiveram um aumento nos mesmos (Tabela 7). Ao analisar a área ocupada pelas porosidades encontradas, observou-se, após o envelhecimento, que NPHPa

apresentou os menores valores (Tabela 8), indicando serem os poros de menores dimensões e conseqüentemente, menos prejudiciais a longevidade dos materiais.

A forte ligação entre o CIV e as NPHPa também favorece a dureza do material, uma das propriedades mecânicas mais importantes que pode indicar a resistência do mesmo a longo prazo frente a fraturas e abrasões<sup>23</sup>. Os achados deste estudo demonstraram aumento significativo da dureza superficial em no grupo NPHPa após envelhecimento (Tabela 9). Barandehfart et al.<sup>23</sup> encontraram aumento da dureza quando associaram um CIV à 5% de NPHPa ou NPFAp após imersão de 7 dias, indicando que as NPs tornam o material mais resistente. Cibim et al.<sup>60</sup> também observaram esse aumento de dureza quando da associação de um CIV à 5% de NP TiO<sub>2</sub>.

A associação do CIV com NPFAp<sup>21</sup> também favorecem o aumento da dureza após armazenamento em água, e isso pode estar relacionado com o aumento da intensidade da reação ácido-base do CIV e liberação de íons cálcio. Com isso há formação de ligações químicas com alta concentração de íons fosfato e cálcio que reforçam a matriz e melhoram a interação entre as redes orgânicas e inorgânicas. Além disso, as NP preenchem os espaços da matriz garantindo maior reforço<sup>60,80</sup>. De acordo com Moshaverinea et al.<sup>21</sup> à medida em que o cimento envelhece em água destilada, promove mais ligações cruzadas, levando ao aumento dos valores de dureza superficial.

Diminuição na dureza também foi observada após associação do CIV com o VB, tendo o grupo VB os menores valores desta propriedade após o envelhecimento, Da mesma forma, Yli-Urpo et al.<sup>48</sup> observaram, que após associação de um CIV a 10% de VB, ocorreu diminuição da dureza após 180 dias de armazenamento. Esses autores também apontaram aumento da dureza do CIV convencional isolado após esse mesmo período, fato também observado neste estudo (Tabela 9). Valenezhad et al.<sup>47</sup> também encontraram diminuição da dureza em 50%, após imersão da associação de um CIV com 10% de VB. Essa diminuição também pode estar relacionada, como já mencionado anteriormente, pela reatividade das partículas do VB, falha na sua dispersão na matriz ionômica e das rachaduras, favorecendo também a absorção da água<sup>47</sup>.

As imagens obtidas em MEV e analisadas qualitativamente, apresentaram rachaduras na superfície dos materiais dos três grupos experimentais, provenientes, provavelmente, de artefato de técnica decorrente da desidratação sofrida pelo

material, além de demonstrar superfície com maior degradação após o processo de envelhecimento (Figuras 1, 2 e 3).

Alatawi et al.<sup>22</sup>, por meio da utilização de MEV, também observaram rachaduras quando associaram CIV a diferentes concentrações de NPHPa e atribuíram a alteração à degradação da superfície da matriz ionômérica causada pela reação dos ácidos do polímero com os vidros e consequente liberação de íons metálicos e não metálicos. Os autores mencionam também alta ligação entre a superfície da matriz ionomérica e as NPHPa, aumento da resistência do CIV, quando a adsorção de HPa na superfície do CIV é completada durante a reação de presa.

Quando da associação do CIV a um VB, Valenezhad et al.<sup>47</sup> observaram rachaduras superficiais e possíveis pontos de tensão após imersão por 28 dias, decorrente da difusão inadequada do líquido na interface entre a matriz ionomérica e as partículas do VB. Relataram também ser essas rachaduras proporcionais às concentrações utilizadas, à manipulação das amostras, penetração do líquido no material e consequente dissolução da matriz ionômérica.

A partir dos resultados demonstrados pelos gráficos obtidos pela análise em EDS, pôde-se observar que os grupos experimentais deste estudo apresentaram composição química semelhante antes e após o processo de envelhecimento (Gráficos 1, 2 e 3), o que confirma o artefato de técnica como responsável pelas rachaduras, e não os dados citados pelos autores acima.

Novamente cabe-se destacar o cuidado que o pesquisador deve ter ao associar diferentes materiais àqueles encontrados no mercado odontológico, uma vez que esse estudo, de acordo com o protocolo utilizado, observou mudanças importantes do CIV associado a NPHPa e ao VB 45S5 antes e após envelhecimento.

## 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. TiO<sub>2</sub> 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 TiO<sub>2</sub> 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.

**Não autorizo a publicação deste trabalho pelo prazo de até 2 anos após a data de defesa.**

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

**Araraquara, 04 de março de 2022.**

**Rafael Amorim Martins**