

Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Faculdade de Odontologia

Programa de Pós-Graduação em Odontologia

Mestrado em Odontologia

Área de Concentração Clínica Odontológica / Materiais Dentários

Influência da adição de fosfato octacálcico, alfa-fosfato tricálcico ou hidroxiapatita nas propriedades de um cimento de ionômero de vidro.

Paula Dapper Santos

Porto Alegre, julho de 2015.

Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Faculdade de Odontologia

Programa de Pós-Graduação em Odontologia

Mestrado em Odontologia

Área de Concentração Clínica Odontológica / Materiais Dentários

Influência da adição de fosfato octacálcico, alfa-fosfato tricálcico ou hidroxiapatita nas propriedades de um cimento de ionômero de vidro.

Paula Dapper Santos

Dissertação apresentada como requisito obrigatório para obtenção do título de **Mestre em Odontologia** na área de concentração em Clínica Odontológica.

Susana Maria Werner Samuel

Orientadora

Porto Alegre, julho de 2015.

CIP - Catalogação na Publicação

Dapper Santos, Paula

Influência da adição de fosfato octacálcico, alfa-fosfato tricálcico ou hidroxiapatita nas propriedades de um cimento de ionômero de vidro. / Paula Dapper Santos. -- 2015.

38 f.

Orientadora: Susana Maria Werner Samuel.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Faculdade de Odontologia, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Porto Alegre, BR-RS, 2015.

1. Cimentos de Ionômero de Vidro. 2. Remineralização Dentária. 3. Cárie Dentária. I. Werner Samuel, Susana Maria, orient. II. Título.

DEDICATÓRIA

Dedico essa conquista aos meus pais, **Renato e Luciana**, aos meus irmãos, **Vinícius e Renata**, à minha avó, **Mercilda**, e ao meu marido, **Pedro**, meus amores, meus alicerces de vida.

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, **Susana Maria Werner Samuel**, pelo exemplo, incentivo, postura e dedicação que tem na vida pessoal e profissional.

À professora **Carmen Beatriz Borges Fortes**, ao professor **Fabício Mezzomo Collares** e ao professor **Vicente Castelo Branco Leiture**, pela dedicação que têm à Universidade e pelos ensinamentos desde a minha graduação.

À técnica **Letícia Moreira**, amiga e profissional dedicada, pela parceria e ajuda em todos os anos de pesquisa.

Aos colegas do **Laboratório de Materiais Dentários (LAMAD)**, por todo o aprendizado e companhia, em especial ao **Fernando Freitas Portella**, com quem pude trabalhar e aprender em diversos projetos.

Ao **Programa de Educação Tutorial (PET)**, em especial à minha orientadora e à aluna **Siméri Isabel Wermuth**, pelo apoio a esse trabalho.

Ao **Laboratório de Microbiologia e Bioquímica (LABIM)**, em especial ao professor **Rodrigo Alex Arthur** e à técnica **Luísa Mercado**, pelo auxílio na realização desse trabalho.

Aos meus pais, **Renato Pereira dos Santos** e **Luciana Dapper dos Santos**, exemplos fundamentais de profissionais e pessoas, por sempre entenderem e apoiarem as decisões dos filhos e por proporcionarem aprendizado e amor em todos os momentos.

Aos meus irmãos, **Vinícius Dapper Santos** e **Renata Dapper Santos**, profissionais exemplares, pessoas humanas, pelo exemplo de que sempre podemos alcançar nossos sonhos e pela parceria, cumplicidade e amizade em todas nossas vidas.

Ao meu amor, **Pedro Schuch Mallmann**, pelo apoio, dedicação, ajuda e carinho em todos os momentos.

À minha avó, **Mercilda Dapper**, mulher de garra, pessoa de bom coração, por colocar a família sempre em primeiro lugar e por lidar com a vida com alegria e dedicação em todos os momentos.

A toda minha família, grande e unida, pelo impulso, carinho e confiança, em especial à minha prima, amiga, afilhada e colega **Ana Cláudia Pereira dos Santos** e ao meu querido cunhado **Fábio Silveira Rachelle**.

À família do Pedro, pela adoção, auxílio e carinho, em especial à tia **Lêda Beatriz Schuch Mallmann** e ao tio **Pedro João Mallmann Neto**.

A todos os meus amigos, fundamentais na minha vida, pelo apoio e compreensão, em especial à **Caroline Simão Sarti**, companhia sem a qual não teria concluído esse trabalho.

À **Universidade Federal do Rio Grande do Sul** e ao **Programa de Pós-Graduação em Odontologia**, pela oportunidade de formação e aprendizado.

Olhos abertos, o longe é perto e o que vale é o sonho...

Sérgio Napp

NOTA PRELIMINAR

Essa dissertação foi redigida de acordo com a Resolução 093/2007 do Conselho de Ensino, Pesquisa e Extensão da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, estando enquadrada na forma descrita no item “b” do artigo 3º da resolução: “Tese, Dissertação ou Trabalho de Conclusão de Curso que contenham artigo(s) pronto(s) para a submissão à publicação”.

RESUMO

O protocolo moderno de tratamento da doença cárie está baseado na intervenção minimamente invasiva, que pode lançar mão da remoção parcial de tecido cariado para reduzir os riscos de problemas pós-operatórios. Por possuir capacidade de aderir aos substratos dentários, os cimentos de ionômero de vidro apresentam indicação para esse processo. Em contrapartida, fosfatos cálcicos apresentam potencialidade de induzir deposição mineral. Sendo assim, o objetivo desse estudo foi avaliar o efeito da incorporação de fosfato octacálcico (OCP), α -fosfato tricálcico (α -TCP) ou hidroxiapatita (HA) sobre as propriedades de um cimento de ionômero de vidro comercial restaurador, bem como caracterizar a dentina bovina desmineralizada restaurada com esses materiais. Foram produzidos três grupos testes: **GOCP**, **GTCP** e **GHA**, por meio da substituição de 5% em massa do pó do cimento original, por 5% em massa de OCP, de α -TCP ou de HA, respectivamente. O grupo **GCIIV**, sem alterações, foi o grupo controle. As propriedades avaliadas foram radiopacidade, tempo de presa inicial e profundidade de polimerização, de acordo com a ISO 9917-2:2010. A caracterização da dentina foi realizada através de microdureza Knoop e espectroscopia Raman, através da intensidade do pico 962 cm^{-1} , para verificar-se a presença de fosfato no interior da dentina. Os resultados de radiopacidade foram equivalentes a 3 mmAl . O tempo de presa inicial variou entre $39,06 \pm 1,15\text{ min}$, para o GCIIV, e $58,39 \pm 2,64\text{ min}$, para o GTCP. Na profundidade de polimerização, os valores variaram entre $1,61 \pm 0,04$, para o GHA, e $1,77 \pm 0,04\text{ mm}$, para o GTCP. Todos os resultados de radiopacidade, tempo de presa inicial e profundidade de polimerização foram de acordo com os preconizados pela norma. A dureza da dentina hígida foi superior tanto à dureza dos grupos que foram submetidos à restauração quanto à dureza da dentina desmineralizada. Mesmo sendo ilustrativas, as imagens obtidas da dentina dos diferentes grupos mostram intensidades variadas de fosfato, especialmente em relação à dentina hígida, permitindo inferir que, dentre os grupos desmineralizados, há maior intensidade no GHA. Pode-se concluir que a adição de fosfatos cálcicos não prejudicou as propriedades do cimento de ionômero de vidro comercial e que as imagens que representam a intensidade de fosfato no interior da dentina dos grupos sugerem que os materiais avaliados podem apresentar uma potencial ação indutora de deposição mineral.

Palavras-chave: Cimentos de Ionômero de Vidro; Remineralização Dentária; Cárie Dentária.

ABSTRACT

The modern protocol for treating caries disease is based on minimal invasive intervention, which can employ incomplete caries removal, to reduce post-operative problems. For bearing capacity to adhere to tooth substrate, the glass ionomer cement is indicated for this process. Furthermore, the calcium phosphates have potential to induce mineral deposition. Thus, the aim of this study was to evaluate the effect of the addition of octacalcium phosphate (OCP), α -tricalcium phosphate (α -TCP), or nanostructured hydroxyapatite (HA) on the properties of commercial restorative glass ionomer cement, and to characterize demineralised bovine dentin restored with these materials. Three test groups were produced: **GOCP**, **GTCP**, and **GHA**, through the substitution of 5%, by mass, of original cement powder with 5%, by mass, of OCP, α -TCP or HA, respectively. The group **GCIV**, without alteration, was the control group. Radiopacity, initial hardening time, and depth of cure were the properties evaluated, all according to ISO 9917-2:2010. Dentin characterization was conducted using Knoop microhardness and Raman spectroscopy, through 962 cm^{-1} intensity peak, to verify phosphate existence in inner dentin. Radiopacity results were equivalent to 3 mmAl. Initial hardening time varied between 39.06 ± 1.15 min, for GCIV, and 58.39 ± 2.64 min, for GTCP. For depth of cure, values varied between 1.61 ± 0.04 mm, for GHA, and 1.77 ± 0.04 mm, for GTCP. All results of radiopacity, initial hardening time and depth of cure were according to what is established by the standard. Hard sound dentin values were superior both for restored groups hardness and for demineralised dentin hardness. Though illustrative, different groups dentin images show varied phosphate intensities, especially regarding sound dentin, allowing to infer that, among demineralised groups, there are higher intensity in GHA. Thus, it is possible to conclude that the addition of calcium phosphates did not impaired commercial glass ionomer cement properties and that groups images representing inner dentin phosphate intensity suggest that evaluated materials may present potential mineral deposition induction action.

Keywords: Glass Ionomer Cements; Tooth Remineralization; Dental Caries.

SUMÁRIO

1. Introdução.....	11
2. Objetivo.....	13
3. Manuscrito.....	14
3.1 Resumo.....	15
3.2 Introdução.....	16
3.3 Objetivo.....	19
3.4 Materiais e Métodos.....	20
3.5 Resultados.....	26
3.6 Discussão.....	29
3.7 Conclusão.....	32
Referências.....	33
4. Considerações Finais.....	37
Referências.....	38

1. INTRODUÇÃO

Na concepção moderna de tratamento da doença cárie, quando há necessidade de procedimento restaurador, lança-se mão do protocolo de remoção parcial de tecido cariado. Nesse protocolo, a fim de evitar problemas pós-operatórios, preserva-se parte de tecido desmineralizado (MALTZ; JARDIM; ALVES, 2010; MALTZ; ALVES, 2013; TOLEDANO *et al.*, 2015). Por proporcionar adesão à estrutura dentária e capacidade bacteriostática, os cimentos de ionômero de vidro são indicados para esse procedimento (KLEVERLAAN; VAN DUINEN; FEILZER, 2004; SALAS *et al.*, 2011; BEZERRA *et al.*, 2012; CORRALO; MALTZ, 2013).

Na sua apresentação convencional, o cimento de ionômero de vidro é composto de uma solução aquosa de poliácidos e de um pó com partículas de vidro de fluorossilicato de cálcio e sua presa se dá através de uma reação ácido-base. Dentre as características próprias do material, estão a capacidade de promover adesão aos tecidos dentários (através de trocas iônicas e de pontes de hidrogênio), ser isolante térmico e elétrico, ser biocompatível e apresentar capacidade de reter e de liberar os fluoretos contidos na cavidade bucal (KLEVERLAAN; VAN DUINEN; FEILZER, 2004; KHOROUSHI; KESHANI, 2013; WATSON *et al.*, 2014; BAIG; FLEMING, 2015; CHAU *et al.*, 2015; EL WAKEEL; ELKASSAS; YOUSRY, 2015). A fim de conferir estética, aumentar o tempo de trabalho, diminuir a solubilidade e aumentar a retenção aos substratos dentários, o cimento de ionômero de vidro convencional foi beneficiado com a adição de monômeros de metacrilato (KLEVERLAAN; VAN DUINEN; FEILZER, 2004; SALAS *et al.*, 2011; KHOROUSHI; KESHANI, 2013; WATSON *et al.*, 2014; EL WAKEEL; ELKASSAS; YOUSRY, 2015).

Visando melhorar as propriedades originais de materiais odontológicos, partículas são incorporadas a esses materiais (AL ZRAIKAT *et al.*, 2011; PORTELLA *et al.*, 2015; RODRIGUES *et al.*, 2015). Quando se trata de biomateriais, os fosfatos cálcicos têm sido utilizados, uma vez que possuem grande semelhança com os tecidos ósseos e dentários, bioatividade, osteocondutividade e ausência de toxicidade. Esses ortofosfatos variam entre si de acordo com sua relação entre fosfato e cálcio, gerando diferença nas suas propriedades, solubilidade em meio aquoso e capacidade de deposição mineral (GUASTALDI; APARECIDA, 2010; DOROZHKIN, 2013).

A hidroxiapatita (HA), por ser similar à encontrada nos tecidos vivos e exibir biocompatibilidade e bioatividade, tem sido incorporada em biomateriais. A HA é um ortofosfato altamente estável, pouco solúvel e que apresenta lenta biodegradação. Já os fosfatos tricálcicos (TCP) apresentam maior solubilidade que a hidroxiapatita. Esse material pode ocorrer nas formas α e β -TCP, de mesma composição e capacidade de osteocondutividade, mas, devido a seu arranjo estrutural, o α -TCP é mais reativo em meio aquoso. Já o fosfato octacálcico (OCP) é um ortofosfato que apresenta arranjo semelhante à HA, apesar de possuir maior solubilidade em meio aquoso, bem como reabsorção mais rápida e maior adsorção iônica sendo um biomaterial que apresenta a capacidade de induzir a proliferação celular e a osteocondutividade (DOROZHKIN, 2010; GUASTALDI; APARECIDA, 2010; DOROZHKIN, 2013).

Apesar de haver estudos que mostrem a melhora das propriedades de cimentos de ionômero de vidro com a incorporação de outros biomateriais (MAZZAOUI *et al.*, 2003; AL ZRAIKAT *et al.*, 2011; KHOROUSHI; KESHANI, 2013), há ausência de trabalhos quando se trata de incorporação de fosfatos cálcicos no interior de cimentos de ionômero de vidro modificados por resina.

2. OBJETIVO

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito da incorporação de três fosfatos cálcicos – fosfato octacálcico (OCP), α -fosfato tricálcico (α -TCP) ou hidroxiapatita (HA) – sobre as propriedades de um cimento de ionômero de vidro comercial modificado por resina restaurador, bem como caracterizar a dentina bovina desmineralizada e restaurada com os diferentes materiais, no que se refere à dureza e à intensidade de fosfato.

3. MANUSCRITO

Esse trabalho foi desenvolvido no formato de manuscrito científico.

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE FOSFATO OCTACÁLCICO, α -FOSFATO TRICÁLCICO OU HIDROXIAPATITA NAS PROPRIEDADES DE UM CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO.

Paula Dapper Santos, DDS¹

Siméri Isabel Wermuth²

Fernando Freitas Portella, DDS, PhD¹

Rodrigo Alex Arthur, DDS, MSc, PhD³

Vicente Castelo Branco Leitune, DDS, MSc, PhD¹

Fabício Mezzomo Collares, DDS, MSc, PhD¹

Susana Maria Werner Samuel, DDS, MSc, PhD^{1,2}

¹Laboratório de Materiais Dentários, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, Brasil.

²Programa de Educação Tutorial, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, Brasil.

³Laboratório de Bioquímica e Microbiologia, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, Brasil.

Autor de correspondência:

Susana Maria Werner Samuel

Laboratório de Materiais Dentários, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, Brasil.

Rua Ramiro Barcelos, 2492, Bairro Rio Branco,

Porto Alegre, RS, Brasil. 90035-003

Tel/Fax: +55 51 33085197

susana.samuel@ufrgs.br

3.1 RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito da incorporação de fosfato octacálcico (OCP), α -fosfato tricálcico (α -TCP) ou hidroxiapatita (HA) sobre as propriedades de um cimento de ionômero de vidro comercial restaurador, bem como caracterizar a dentina bovina desmineralizada restaurada com esses materiais. Foram produzidos três grupos testes: **GOCP**, **GTCP** e **GHA**, por meio da substituição de 5% em massa do pó do cimento original, por 5% em massa de OCP, de α -TCP ou de HA, respectivamente. O grupo **GCIV**, sem alterações, foi o grupo controle. As propriedades avaliadas foram radiopacidade, tempo de presa inicial e profundidade de polimerização, de acordo com a ISO 9917-2:2010. A caracterização da dentina restaurada foi realizada através de microdureza Knoop e espectroscopia Raman. Os resultados de radiopacidade foram equivalentes a 3 mmAl. O tempo de presa inicial variou entre $39,06 \pm 1,15$ min, para o GCIV, e $58,39 \pm 2,64$ min, para o GTCP. Na profundidade de polimerização, os valores variaram entre $1,61 \pm 0,04$, para o GHA, e $1,77 \pm 0,04$ mm, para o GTCP. Todos valores de radiopacidade, tempo de presa inicial e profundidade de polimerização foram de acordo com os preconizados pela norma. A dureza da dentina hígida foi superior à dureza da dentina desmineralizada e à dureza dos grupos submetidos à restauração. Através do pico 962 cm^{-1} , verificou-se presença de fosfato no interior da dentina submetida à restauração. Pode-se concluir que a adição de fosfatos cálcicos não prejudicou as propriedades do cimento de ionômero de vidro comercial e que as imagens que representam a intensidade de fosfato no interior da dentina dos grupos restaurados sugerem que os materiais avaliados podem apresentar uma potencial ação indutora de deposição mineral.

Palavras-chave: Cimentos de ionômero de vidro; Remineralização dentária; Cárie dentária.

3.2 INTRODUÇÃO

A cárie dentária é definida como a dissolução química da estrutura mineral dos dentes, sendo resultante de eventos metabólicos que ocorrem em um biofilme (MALTZ; JARDIM; ALVES, 2010). Quando há formação de lesão de cárie profunda, pode-se lançar mão de um protocolo de intervenção minimamente invasiva (MALTZ; ALVES, 2013; TOLEDANO *et al.*, 2015). Esse protocolo, além de englobar ações de promoção de saúde, visa preservar tecidos dentários desmineralizados, reduzindo os riscos de sintomatologia pós-operatória, bem como de exposição pulpar (MALTZ; JARDIM; ALVES, 2010; MALTZ; ALVES, 2013; TOLEDANO *et al.*, 2015). Os cimentos de ionômero de vidro são indicados para o uso em procedimentos minimamente invasivos. Esse material proporciona união ao cálcio presente na estrutura dentária, além de apresentar capacidade bacteriostática por meio da liberação lenta de flúor (KLEVERLAAN; VAN DUINEN; FEILZER, 2004; SALAS *et al.*, 2011; BEZERRA *et al.*, 2012; CORRALO; MALTZ, 2013).

O cimento de ionômero de vidro convencional resulta de uma reação ácido-base entre uma solução aquosa de poliácidos e um pó com partículas de vidro de fluoralumíniosilicato de cálcio. A presa do material convencional ocorre em duas fases. Na primeira fase há o ataque ácido às partículas de vidro, gerando sua degradação e a consequente liberação iônica. Já na segunda fase há a geleificação do material decorrente das ligações cruzadas. Esse material apresenta algumas características próprias, tais como promover adesão aos tecidos dentários (por meio de trocas iônicas e de pontes de hidrogênio), ser isolante térmico e elétrico, ser biocompatível e apresentar capacidade de reter os fluoretos contidos na cavidade bucal, liberando-os lentamente. Apesar das vantagens, o cimento de ionômero de vidro é um material suscetível à degradação hidrolítica (KLEVERLAAN; VAN DUINEN; FEILZER, 2004; KHOROUSHI; KESHANI, 2013; WATSON *et al.*, 2014; BAIG; FLEMING, 2015; CHAU *et al.*, 2015; EL WAKEEL; ELKASSAS; YOUSRY, 2015). A fim de melhorar as propriedades do cimento de ionômero de vidro convencional, esse material foi beneficiado com a adição de monômeros de metacrilato. A incorporação desses monômeros conferiu estética ao material, bem como aumentou seu tempo de trabalho, diminuiu sua solubilidade e aumentou sua retenção aos substratos dentários (KLEVERLAAN; VAN DUINEN; FEILZER, 2004; SALAS *et al.*, 2011; KHOROUSHI; KESHANI, 2013; EL WAKEEL; ELKASSAS; YOUSRY, 2015).

Materiais odontológicos vêm sendo modificados com a incorporação de substâncias que potencializem as suas propriedades originais (AL ZRAIKAT *et al.*, 2011; LEITUNE *et al.*, 2013; PORTELLA *et al.*, 2015; RODRIGUES *et al.*, 2015). Os fosfatos cálcicos apresentam-se como materiais de referência quando se trata de biomateriais, sendo empregados para a reposição e regeneração dos tecidos mineralizados. Isso se deve ao fato de possuírem grande semelhança com os tecidos ósseos e dentários, bioatividade, osteocondutividade e ausência de toxicidade. Esses ortofosfatos variam entre si de acordo com sua relação entre fosfato e cálcio, gerando diferença nas suas propriedades, solubilidade em meio aquoso e capacidade de deposição mineral (DOROZHKIN, 2010; GUASTALDI; APARECIDA, 2010; DOROZHKIN, 2013).

A hidroxiapatita representa cerca de 96% da composição do esmalte dentário, 70% da composição da dentina e 55% da composição dos ossos, estando presente nos ossos e dentes de todos os vertebrados e atuando como reservatório iônico. Na área de biomateriais, a hidroxiapatita sintética (HA) apresenta-se como um material de referência, pois além de ser similar à encontrada nos tecidos vivos, exibe biocompatibilidade e bioatividade. Esse material é um ortofosfato altamente estável, que apresenta lenta biodegradação (DOROZHKIN, 2010; GUASTALDI; APARECIDA, 2010; DOROZHKIN, 2013) e já foi aplicado em alguns materiais odontológicos com o intuito de melhorar suas propriedades (SADAT-SHOJAI *et al.*, 2010; COLLARES *et al.*, 2012; LEITUNE *et al.*, 2013).

Os fosfatos tricálcicos (TCP), por sua vez, apresentam maior solubilidade que a hidroxiapatita. Esse material pode ocorrer nas formas α e β -TCP, de mesma composição e capacidade de osteocondutividade, mas de diferente estrutura cristalina e solubilidade. O α -TCP, devido a seu arranjo estrutural, é mais reativo em sistemas aquosos, apresentando maior bioatividade (DOROZHKIN, 2010; GUASTALDI; APARECIDA, 2010; DOROZHKIN, 2013). Como apresenta comportamento biodegradável, o TCP tem se tornado objeto de interesse na área de biomateriais, já tendo sido introduzido em materiais poliméricos (GUASTALDI; APARECIDA, 2010; PORTELLA *et al.*, 2015).

O fosfato octacálcico (OCP) é um ortofosfato que apresenta arranjo semelhante à HA. No entanto, possui maior solubilidade em meio aquoso, bem como reabsorção mais rápida e maior adsorção iônica. Fisiologicamente, o OCP está presente como fase intermediária durante a formação óssea e dentária, convertendo-se diretamente em HA através de sua hidrólise. Esse material apresenta a capacidade de induzir a proliferação celular e a

osteocondutividade e, pela sua alta velocidade de reabsorção, é indicado quando se requer rápida bioatividade (DOROZHKIN, 2010; GUASTALDI; APARECIDA, 2010; DOROZHKIN, 2013), já tendo apresentado comportamento bioativo no uso em material odontológico (IMAMURA *et al.*, 2010).

A despeito de haver estudos que mostrem que cimentos de ionômero de vidro com a incorporação de outros biomateriais apresentam melhoras nas propriedades (MAZZAOUI *et al.*, 2003; AL ZRAIKAT *et al.*, 2011; KHOROUSHI; KESHANI, 2013), há uma lacuna na literatura quando se trata de incorporação de fosfatos cálcicos no interior de cimentos de ionômero de vidro modificados por resina.

3.3 OBJETIVO

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito da incorporação de três fosfatos cálcicos – fosfato octacálcico (OCP), α -fosfato tricálcico (α -TCP) ou hidroxiapatita (HA) – sobre as propriedades de um cimento comercial de ionômero de vidro restaurador, modificado por resina, bem como caracterizar a dentina bovina desmineralizada restaurada com os diferentes materiais, no que se refere à dureza e à intensidade de fosfato.

3.4 MATERIAIS E MÉTODOS

Delineamento do estudo

O presente estudo foi experimental, laboratorial e controlado. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Materiais Dentários (LAMAD) da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Para a produção dos grupos experimentais, foi utilizado um cimento comercial de ionômero de vidro restaurador, modificado por resina (Vitremer. 3M, St. Paul, Minnesota, EUA), na cor A3 (Quadro 1). A proporção volumétrica pó/líquido recomendada pelo fabricante foi transformada em massa, a qual foi aferida por meio da média de três diferentes aferições da massa em balança analítica (AUW220D, Shimadzu, Tóquio, Japão) tanto do pó quanto do líquido do material comercial. Os pós de três fosfatos cálcicos – hidroxiapatita (HA), α -fosfato tricálcico (α -TCP) ou fosfato octacálcico (OCP) – foram introduzidos no pó do ionômero de vidro comercial (CIV), de forma que os grupos **GHA**, **GTCP** e **GOCP** foram compostos a partir da substituição de 5% em massa do pó do cimento comercial por 5% em massa de HA, por 5% em massa de α -TCP ou por 5% em massa de OCP, respectivamente. O grupo **GCIV**, utilizando o pó original do CIV, foi o grupo controle, conforme o Quadro 1. O líquido do CIV, utilizado em todos os grupos, não sofreu modificações.

Quadro 1. Composição do Vitremer, conforme informações do fabricante.

Composição	
Primer	Copolímero de ácido polialquenoico modificado, monômeros de metacrilato, etanol, canforoquinona.
Pó	Cristais de fluoralumínioossilicato, persulfato de potássio, ácido ascórbico e pigmentos.
Líquido	Ácido polialquenoico, monômeros de metacrilato, água, HEMA, canforoquinona.
Glaze	BISGMA, TEGDMA e canforoquinona.

Os grupos foram submetidos à avaliação de tempo de presa inicial, da profundidade de polimerização e da radiopacidade, conforme a norma indicada para cimentos de base aquosa ativados por luz (ISO 9917-2:2010). A caracterização da dentina desmineralizada e restaurada foi realizada através de Microdureza Knoop e espectroscopia Raman.

Quadro 2. Proporção (% em massa) de pó de CIV/fosfato cálcico dos grupos experimentais.

Grupo	Pó CIV (%)	Fosfato Cálcico		
		OCP (%)	α -TCP (%)	HA (%)
GHA	95	0	0	5
GTCP	95	0	5	0
GOCP	95	5	0	0
GCIV	100	0	0	0

Radiopacidade

O teste de radiopacidade foi realizado de acordo com a ISO 9917-2:2010 (ISO 9917-2:2010). Foram produzidas cinco amostras de $15,0 \pm 1,0$ mm de diâmetro e $1,0 \pm 0,1$ mm de espessura. As imagens radiográficas foram obtidas em placas de fósforo (VistaScan; Durrell mais GmbH & Co. KG, Bietigheim-Bissingen, Alemanha) utilizando-se uma exposição de 0,4 s, a 70 kV e 8 mA, e uma distância foco-filme de 400 mm. Um corpo de prova de cada grupo foi colocado sobre a placa de fósforo juntamente com uma escala de alumínio, que varia de 1,0 a 9,0 mm, com incrementos de 1,0 mm. As imagens foram salvas no formato TIFF e a densidade de pixels foi avaliada com o auxílio do software ImageJ (Wayne Rasband, National Institutes of Health, EUA) e convertida em mmAl.

Tempo de presa inicial

O teste de tempo de presa inicial foi realizado de acordo com a ISO 9917-2:2010 (ISO 9917-2:2010). Após 90 s do início do preparo, o material foi colocado em uma matriz de

silicone com um diâmetro interno de 10,0 mm e uma altura de 1,0 mm. Um penetrador com uma massa de $400,0 \pm 5,0$ g e extremidade plana de $1,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro foi colocado verticalmente sobre a superfície do material. A superfície do material foi inspecionada visualmente, e o processo foi repetido até que não fosse deixada a marca de um círculo completo. O tempo desde o início do preparo do material até não haver edentações foi cronometrado. O teste foi realizado três vezes, e o resultado de tempo de presa inicial foi a média desses valores.

Profundidade de polimerização

O teste de profundidade de polimerização foi realizado de acordo com a ISO 9917-2:2010 (ISO 9917-2:2010). Os corpos de prova foram produzidos em uma matriz metálica formada por uma placa de 6 mm de espessura com uma perfuração cilíndrica de 4 mm de diâmetro posicionada sobre uma lâmina de vidro e uma matriz de poliéster. A matriz foi preenchida com excesso de material e coberta com uma segunda tira de poliéster e, sobre ela, uma lâmina de vidro foi pressionada, provocando o escoamento do material excedente à matriz. A lâmina de vidro superior foi removida, e o material foi fotoativado durante 40 s (Radii cal, SDI, Bayswater, Austrália). Imediatamente após o preparo e fotoativação da amostra, a matriz de poliéster do lado oposto ao de irradiação foi removida. Com o auxílio de uma espátula plástica, o material não polimerizado foi delicadamente removido (lado oposto ao de irradiação). Então, com um paquímetro digital (Digimess, São Paulo, Brasil), foi mensurada a espessura do material polimerizado, que quando dividida por dois representa, segundo a norma, o valor da profundidade de polimerização do material. O teste foi realizado três vezes por grupo experimental.

Análise da dentina

Preparação dos dentes

Para a análise do efeito dos materiais sobre dentina desmineralizada, foram utilizadas coroas de dentes incisivos bovinos. Foram obtidas 30 amostras de dentina profunda a partir da secção das coroas em uma cortadeira (Low Speed Saw, Buehler, EUA), sob irrigação constante. A totalidade das amostras foi dividida em 6 grupos de 5 unidades, sendo que a

dentina hígida não foi submetida a nenhum tratamento antes de ser submetida aos ensaios de Dureza e Raman. No que se refere aos demais 5 grupos, toda a superfície externa das amostras foi protegida com esmalte de unha ácido-resistente, com exceção de uma área circular com 6,0 mm de diâmetro que permaneceu com dentina exposta para sofrer a ciclagem de pH.

. *Ciclagem de pH*

A ciclagem de pH foi baseada no método descrito por de-Melo e colaboradores, em 2013 (DE-MELO *et al.*, 2013). Os espécimes de dentina foram submetidos a 8 ciclos de desmineralização-remineralização, a 37°C. Cada ciclo consistiu da imersão de cada amostra em 20 mL na solução desmineralizante durante 4 h, seguida da imersão em 10 mL na solução remineralizante durante 20 h. A solução desmineralizante foi constituída de 2 mM de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 2 mM de KH_2PO_4 , 75 mM de ácido acético, 0,03 ppm de flúor e 0,1 mM de Tris ($\text{NH}_2\text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_3$) e o pH foi ajustado em 4,6. A solução remineralizante foi constituída de 1,5 mM de CaCl_2 , 0,9 mM de KH_2PO_4 , 0,05 ppm de flúor e 0,15 M de KCl e o pH foi ajustado em 7,4.

Restauração

Após os ciclos de pH, os espécimes referentes aos grupos GHA, GTCP, GOCP e GCIV foram submetidos às restaurações com o auxílio de uma matriz de silicona de 6 mm de diâmetro e 1 mm de espessura. As restaurações foram realizadas sobre a superfície de dentina submetida à ciclagem de pH. Para a confecção das restaurações, o protocolo foi seguido conforme as indicações do fabricante. Inicialmente, a superfície de dentina foi seca com papel absorvente. Após, foi aplicado o primer comercial (Vitremer. 3M, St. Paul, Minesota, EUA) sobre a área desmineralizada, seco com jato de ar durante 15 s e fotoativado durante 20 s (Radii cal, SDI, Bayswater, Austrália). Então, os materiais dos diferentes grupos, manipulados de acordo com a orientação do fabricante, foram inseridos sobre o primer e fotoativados durante 40 s. Por fim, a matriz foi removida e o Glaze comercial (Vitremer. 3M, St. Paul, Minesota, EUA) foi aplicado sobre a restauração e fotoativado durante 20 s.

Armazenamento em saliva artificial

Os espécimes referentes aos grupos GHA, GTCP, GOCP e GCIV foram armazenados em saliva artificial durante 28 dias a 37°C, sendo 150 mL de saliva para cada grupo. A saliva artificial foi produzida baseada no método descrito por Lippert e colaboradores em 2014 (LIPPERT *et al.*, 2014), sendo constituída de 1,45 mM de CaCl₂.2H₂O, 4,40 mM de KH₂PO₄, 14,90 mM de KCl, 28,40 mM de NaCl, 3,08 mM de NaN₃ e 2,20 g/L de mucina gástrica, com pH ajustado para 7,00 com KOH. A cada três dias foi realizada a substituição da saliva artificial.

Após o armazenamento em saliva artificial, os espécimes foram seccionados transversalmente no centro da restauração, conforme o longo eixo do dente, em uma cortadeira de precisão (Low Speed Saw, Buehler, EUA) sob irrigação constante. Com isso, foram obtidas amostras que continham a interface entre material e dentina previamente desmineralizada. Além disso, os espécimes não restaurados foram seccionados transversalmente no centro da área desmineralizada, obtendo-se também espécimes de dentina não submetida à restauração.

O corte dos espécimes em duas partes gerou amostras duplicadas para a avaliação da dentina tanto em microdureza Knoop quanto em espectroscopia Raman.

Microdureza Knoop

Para a avaliação de microdureza em profundidade, os espécimes foram embutidos em resina acrílica autopolimerizável incolor, mantendo-se exposta a área transversal à superfície restaurada. Os espécimes foram submetidos a polimento, sob irrigação constante, em lixas de carbetto de silício de granulação 600, 1200, 2000 e 3000 e em de disco de feltro.

Em cada espécime foram realizadas três linhas de edentações em profundidade a partir da superfície dentinária, distantes entre si em 100 µm. Para isso, foi utilizado um microdurômetro automático HMV-2 (Shimadzu, Japão) com uma carga de 10 g, por 5 s. As edentações foram realizadas nas profundidades de 100, 150 e 200 µm distantes da superfície submetida à desmineralização. O cálculo do valor da microdureza foi realizado por meio da equação:

$$\text{Dureza Knoop} = (14228 \cdot c) / d^2$$

Onde:

14228 é uma constante

c é a carga em gramas

d é o comprimento da diagonal maior do losango formado, em μm .

Espectroscopia Raman

A presença de fosfato foi avaliada por meio de espectroscopia Raman através de um espectrômetro vibracional Raman (Senterra, Bruker, Alemanha). Foi realizada a análise de uma amostra por grupo (dentina hígida, dentina desmineralizada, GHA, GTCP, GOCP e GCIV), sendo verificada uma área com 150 μm em profundidade (a partir da restauração) e 10 μm de largura, sendo realizadas verificações a cada 1 μm . As amostras foram analisadas com um laser de comprimento de onda de 785 nm, com potência de 100 mW, resolução espectral $\approx 3,5 \text{ cm}^{-1}$, 3 s de tempo de integração e 5 coadições (Olympus UK, Londres, UK). A análise dos espectros foi realizada com o auxílio do software Opus na versão 6.5 (BrukerOptik GmbH, Ettlingen, Baden- Württemberg, Alemanha), sendo utilizado o pico 962 cm^{-1} para o cálculo da integral, considerando a intensidade de fosfato.

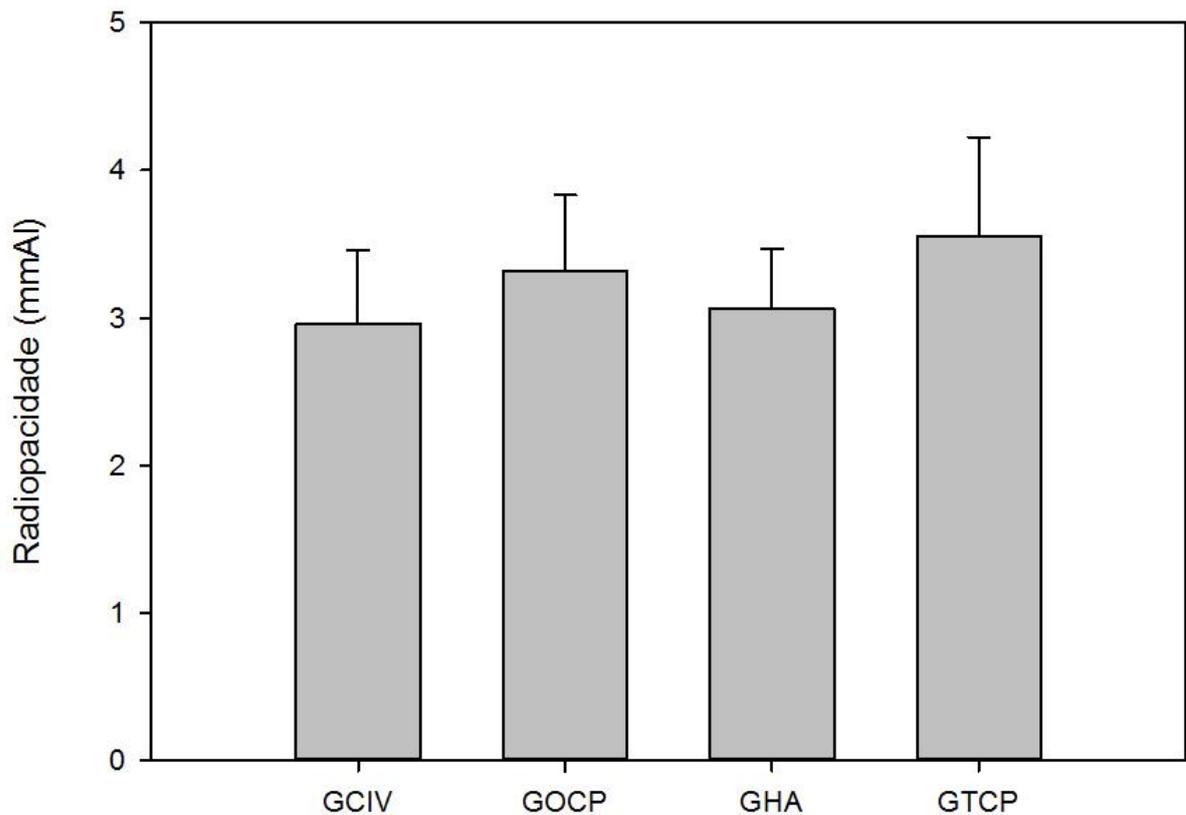
Análise estatística

A normalidade dos dados foi avaliada utilizando o teste de Kolmogorov-Smirnov. A análise estatística foi realizada usando Anova de uma via e teste de comparações múltiplas de Tukey, com um nível de significância de 0,05 para radiopacidade, tempo de presa inicial, profundidade de polimerização e microdureza Knoop.

3.5 RESULTADOS

A radiopacidade dos materiais experimentais está apresentada na Figura 1, em equivalência a mmAl. Todos os grupos apresentaram radiopacidade equivalente a 3 mmAl, não havendo diferença estatisticamente significativa entre os grupos ($p>0,05$).

Figura 1. Radiopacidade dos materiais experimentais.



Não houve diferença estatística entre os grupos ($p>0,05$).

Os resultados de tempo de presa inicial variaram entre $39,06 \pm 0,94$ min e $58,39 \pm 2,15$ min. Já os resultados de profundidade de polimerização variaram entre $1,77 \pm 0,04$ mm e $1,61 \pm 0,04$ mm. Ambos os achados estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Média (\pm desvio padrão) dos valores de tempo de presa inicial e de profundidade de polimerização dos grupos experimentais.

	Tempo de presa inicial (min)	Profundidade de polimerização (mm)
GHA	42,64 \pm 7,06 AB	1,61 \pm 0,04 B
GTCP	58,39 \pm 2,15 C	1,74 \pm 0,10 A
GOCP	54,17 \pm 1,01 BC	1,73 \pm 0,08 A
GCIV	39,06 \pm 0,94 A	1,77 \pm 0,04 A

Letras distintas indicam diferença entre os grupos na mesma coluna ($p < 0,05$).

Os valores de média e desvio padrão da microdureza Knoop, bem como a análise estatística, estão apresentados na Tabela 2. Os valores de dureza da dentina não desmineralizada (hígida) foram superiores aos da dentina dos grupos submetidos à restauração, bem como ao grupo que somente foi submetido às ciclagens de pH, em todas as profundidades avaliadas, 100, 150 e 200 μm ($p < 0,05$).

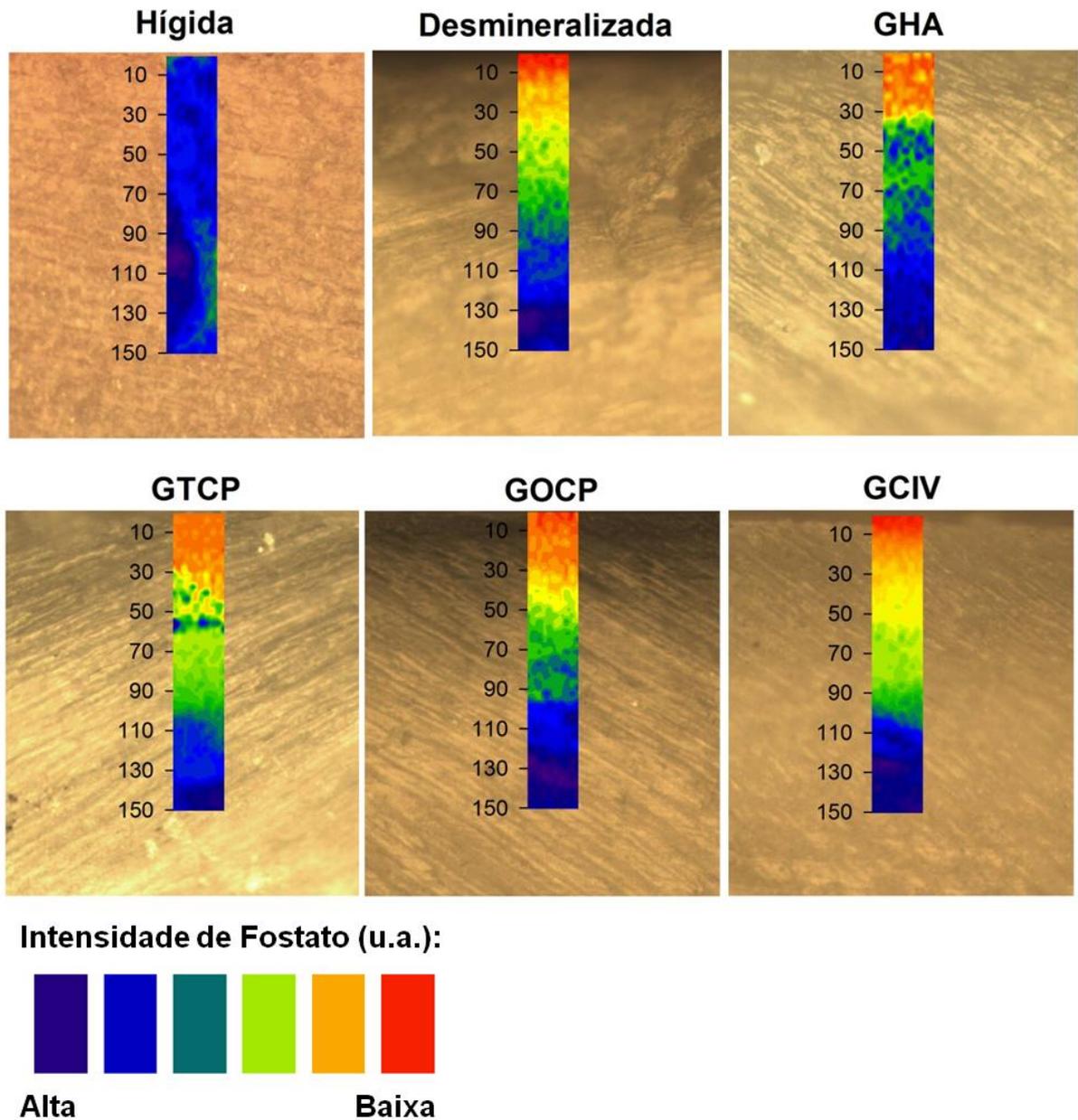
Tabela 2. Média (\pm desvio padrão) dos valores de dureza Knoop avaliada em dentina.

	Hígida	Desmineralizada	GHA	GTCP	GOCP	GCIV
100 μm	41,0 \pm 17,9 A,a	6,0 \pm 0,0 B,b	7,6 \pm 3,1 B,b	6,5 \pm 0,3 B,b	6,1 \pm 0,2 B,b	8,2 \pm 3,2 A,b
150 μm	44,9 \pm 12,7 A,a	7,1 \pm 0,6 AB,b	19,4 \pm 5,1 A,b	13,6 \pm 2,7 A,b	12,0 \pm 4,2 A,b	16,3 \pm 8,9 A,b
200 μm	47,2 \pm 15,9 A,a	11,3 \pm 2,0 A,c	21,5 \pm 5,5 A,b	17,2 \pm 5,8 A,bc	15,5 \pm 6,0 A,bc	15,2 \pm 4,5 A,bc

Letras maiúsculas distintas indicam diferença nas colunas e letras minúsculas distintas indicam diferença nas linhas ($p < 0,05$).

A intensidade de fosfato no interior da dentina foi avaliada por meio da presença do pico 962 cm^{-1} e está ilustrada na Figura 3. De acordo com a escala de cores, pode-se inferir que há maior intensidade de fosfato na dentina hígida do que nos demais grupos avaliados.

Figura 3. Intensidade de fosfato, através do pico 962 cm^{-1} , no interior de dentina previamente desmineralizada a partir da superfície até $150\text{ }\mu\text{m}$ em profundidade.



3.6 DISCUSSÃO

A fim de potencializar a indução de deposição mineral, novos materiais odontológicos estão sendo propostos com a incorporação de fosfatos cálcicos (AL ZRAIKAT *et al.*, 2011; PORTELLA *et al.*, 2015; RODRIGUES *et al.*, 2015). Esse estudo foi realizado incorporando fosfatos de cálcio a um cimento de ionômero de vidro comercial modificado por resina, com o intuito de agregar a potencial deposição mineral às propriedades do CIV. Porém, para que o material a ser modificado mantenha suas características, vantagens e durabilidade, o acréscimo de um modificador não pode trazer prejuízos às suas propriedades originais, o que inviabilizaria, de imediato, a proposta do trabalho. Por isso, os materiais desenvolvidos foram submetidos inicialmente à avaliação de três propriedades descritas pela norma específica para o material em tela: radiopacidade, tempo de presa inicial e profundidade de polimerização (ISO 9917-2:2010).

A radiopacidade adequada dos materiais restauradores permite a detecção da adaptação do material à estrutura dentária, bem como o diagnóstico de existência de falhas ou excessos na restauração. Nesse estudo, a substituição de 5% do pó por fosfatos cálcicos não alterou a radiopacidade dos materiais testados em relação ao material original (GCIV), que mostraram valores equivalentes a 3 mmAl. Esses resultados estão de acordo com os valores preconizados pela norma, que exige radiopacidade equivalente ou superior à mesma espessura em alumínio (1 mm) (ISO 9917-2:2010). De forma análoga aos achados deste trabalho, em 2012, Antonijevic e colaboradores, avaliando a radiopacidade de cimentos de ionômero de vidro em comparação com a escala de alumínio, dentina e esmalte, encontraram radiopacidade superior ao exigido pela norma correspondente (ANTONIJEVIC *et al.*, 2012).

Como se trata de um ionômero de vidro modificado por resina, composto em parte por um ionômero de vidro convencional que sofre uma reação ácido-base e em parte por monômeros resinosos fotoativados (SALAS *et al.*, 2011), o teste de tempo de presa avalia a presa química do material, uma vez que, durante esse teste, não é realizada a sua fotoativação. A norma preconiza que o resultado das três mensurações deve ser igual ou maior que o tempo de trabalho informado pelo fabricante (ISO 9917-2:2010). Ainda que haja diferença entre os grupos, todos os resultados atenderam aos requisitos da norma, ou seja, ultrapassaram o tempo de 3 min, que é o informado pelo fabricante como tempo de trabalho, sendo que a

norma não estabelece faixa de tempo ideal. De acordo com a norma, o tempo de presa inicial pode ser considerado uma estimativa do tempo de trabalho do material. Os achados desse estudo mostram os materiais avaliados apresentaram um tempo de presa inicial maior de que aquele indicado pelo fabricante, o que proporcionaria ao clínico um maior tempo de trabalho.

A profundidade de polimerização é uma característica de relevância clínica fundamental, visto que influencia diretamente na técnica incremental dos materiais restauradores com componentes resinosos. Nesse estudo, todos os grupos apresentaram valores superiores a 1 mm, atendendo ao exigido pela ISO 9917-2, que é de no mínimo 1 mm. Já Yaman e colaboradores, em 2011, avaliando também o Vitremer, encontraram valores de profundidade de polimerização próximos a 2 mm, que são superiores aos encontrados nesse estudo. Talvez a diferença encontrada, mesmo pequena, deva-se às limitações metodológicas do teste descrito pela norma que preconiza a remoção manual do material não polimerizado (ISO 4049:2009; ISO 9917-2:2010; YAMAN *et al.*, 2011; SALGADO *et al.*, 2015).

Com o propósito de verificar o comportamento dos materiais quando utilizados sobre uma dentina desmineralizada, foram realizados os testes de microdureza Knoop e espectroscopia Raman em profundidade, tendo em vista que a reincorporação de mineral no interior da matriz dentinária desmineralizada pode favorecer a posterior remineralização (LIU *et al.*, 2011). Através dos resultados obtidos, verifica-se que o protocolo de ciclagem de pH utilizado para desmineralizar a dentina gerou diminuição da dureza Knoop em até 200 μm em comparação com a dentina hígida, mostrando a eficácia do protocolo utilizado para a desmineralização. No estudo de Melo e colaboradores em 2013, realizado em dentina humana, a dureza após ciclagem de pH foi verificada até 180 μm em profundidade, e também observaram que, nesta profundidade, os valores encontrados de dureza não atingiram os valores da dentina hígida, a semelhança deste trabalho. Além disso, os autores encontraram maiores valores de dureza com o aumento de profundidade (DE-MELO *et al.*, 2013). No presente estudo, a dureza dos grupos restaurados com materiais que tiveram a incorporação de fosfatos também aumentou com a progressão da profundidade. O maior amolecimento superficial da dentina que recebeu o material restaurador deve-se ao fato de que esta superfície teve maior contato com a solução desmineralizante, sofrendo maior perda mineral em relação às porções mais internas das amostras.

Na avaliação realizada por meio de espectroscopia Raman, a intensidade de fosfato foi verificada através do pico 962 cm^{-1} (PORTELLA *et al.*, 2015). Na Figura 3, ilustra-se a

presença de maior intensidade de fosfato na dentina hígida tanto em comparação com a dentina desmineralizada quanto em comparação com os grupos que foram restaurados e submetidos à imersão em saliva artificial. No estudo de Toledano, assim como no presente estudo, foi encontrada menor intensidade de fosfato em dentina desmineralizada em comparação com a dentina hígida (TOLEDANO *et al.*, 2015). Já, quando se avalia as ilustrações da intensidade de fosfato dos grupos restaurados, há indícios de um maior conteúdo mineral na dentina do grupo GHA, embora a HA seja o ortofosfato com maior relação Ca/P utilizado nesse estudo e, por consequência, solubilidade mais lenta em comparação com o α -TCP e o OCP. Nesse estudo, as partículas de HA são nanoestruturadas, enquanto as partículas de α -TCP e OCP são microestruturadas. Então, uma vez que a redução do tamanho da partícula para a escala nanométrica pode alterar a reatividade química e biológica do material (ALLAKER; REN, 2008) e acelerar a deposição mineral (DE OLIVEIRA *et al.*, 2013), a HA nanoestruturada parece ser uma estratégia alternativa para a remineralização de tecidos dentários desmineralizados (BESINIS; VAN NOORT; MARTIN, 2014).

Diferentemente de estudos que armazenam os espécimes desprotegidos em “simulated body fluid” (SBF) para verificar a indução de deposição mineral (KOKUBO; TAKADAMA, 2006; DE OLIVEIRA *et al.*, 2013; CHATZISTAVROU *et al.*, 2015; TOLEDANO *et al.*, 2015), nesse trabalho somente a área restaurada dos espécimes ficou em contato com saliva artificial durante a armazenagem por 28 dias, a 37°C, e todo o restante da dentina permaneceu protegida por verniz, sendo avaliada a área subjacente à restauração. Os resultados deste trabalho não parecem conclusivos sobre a eficiência da saliva em atravessar os materiais ionoméricos e induzir a precipitação de fosfatos no interior da dentina desmineralizada. Trabalhos complementares utilizando SBF podem confirmar se o potencial de indução de deposição mineral dos materiais avaliados foi realmente baixo ou se a saliva foi incompetente para tal, de acordo com a metodologia adotada neste trabalho.

Além disso, embora haja a sugestão de maior deposição mineral no GHA, não houve analogamente, significância estatística no aumento da dureza do mesmo grupo. Isto se deve talvez, ao fato de que o ensaio de dureza, neste caso, não tenha tido sensibilidade suficiente para detectar as alterações que ocorreram no interior da dentina desmineralizada.

3.7 CONCLUSÃO

A substituição de 5% do pó de um cimento de ionômero de vidro modificado por resina, por 5% de HA, TCP ou OCP gerou valores de radiopacidade, tempo de presa inicial e profundidade de polimerização de acordo com a ISO 9917-2:2010. Além disso, as imagens que representam a intensidade de fosfato no interior da dentina dos grupos desmineralizados e restaurados com os materiais enriquecidos com fosfatos cálcicos sugerem que os materiais avaliados apresentam uma potencial ação indutora de deposição mineral.

REFERÊNCIAS

AL ZRAIKAT, H., *et al.* The incorporation of casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate into a glass ionomer cement. **Dent Mater**, v.27, n.3, p.235-43, Mar 2011.

ALLAKER, R. P.; REN, G. Potential impact of nanotechnology on the control of infectious diseases. **Trans R Soc Trop Med Hyg**, v.102, n.1, p.1-2, Jan 2008.

ANTONIJEVIC, D., *et al.* An in vitro radiographic analysis of the density of dental luting cements as measured by CCD-based digital radiography. **Quintessence Int**, v.43, n.5, p.421-8, May 2012.

BAIG, M. S.; FLEMING, G. J. Conventional glass-ionomer materials: A review of the developments in glass powder, polyacid liquid and the strategies of reinforcement. **J Dent**, Apr 14 2015.

BESINIS, A.; VAN NOORT, R.; MARTIN, N. Remineralization potential of fully demineralized dentin infiltrated with silica and hydroxyapatite nanoparticles. **Dent Mater**, v.30, n.3, p.249-62, Mar 2014.

BEZERRA, A. C., *et al.* Ion concentration adjacent to glass-ionomer restorations in primary molars. **Dent Mater**, v.28, n.11, p.e259-63, Nov 2012.

CHATZISTAVROU, X., *et al.* Designing dental composites with bioactive and bactericidal properties. **Mater Sci Eng C Mater Biol Appl**, v.52, p.267-72, Jul 1 2015.

CHAU, N. P., *et al.* Relationship between fluoride release rate and anti-cariogenic biofilm activity of glass ionomer cements. **Dent Mater**, v.31, n.4, p.e100-8, Apr 2015.

COLLARES, F. M., *et al.* Nanostructured hydroxyapatite as filler for methacrylate-based root canal sealers. **Int Endod J**, v.45, n.1, p.63-7, Jan 2012.

CORRALO, D. J.; MALTZ, M. Clinical and ultrastructural effects of different liners/restorative materials on deep carious dentin: a randomized clinical trial. **Caries Res**, v.47, n.3, p.243-50 2013.

DE-MELO, M. A., *et al.* Effect of chlorhexidine on the bond strength of a self-etch adhesive system to sound and demineralized dentin. **Braz Oral Res**, v.27, n.3, p.218-24, May-Jun 2013.

DE OLIVEIRA, A. A., *et al.* Synthesis, characterization and cytocompatibility of spherical bioactive glass nanoparticles for potential hard tissue engineering applications. **Biomed Mater**, v.8, n.2, p.025011, Apr 2013.

DOROZHKIN, S. V. Bioceramics of calcium orthophosphates. **Biomaterials**, v.31, n.7, p.1465-85, Mar 2010.

DOROZHKIN, S. V. Calcium orthophosphates in dentistry. **J Mater Sci Mater Med**, v.24, n.6, p.1335-63, Jun 2013.

EL WAKEEL, A. M.; ELKASSAS, D. W.; YOUSRY, M. M. Bonding of contemporary glass ionomer cements to different tooth substrates; microshear bond strength and scanning electron microscope study. **Eur J Dent**, v.9, n.2, p.176-82, Apr-Jun 2015.

GUASTALDI, A. C.; APARECIDA, A. H. Fosfatos de cálcio de interesse biológico: importância como biomateriais, propriedades e métodos de obtenção de recobrimentos. **Química Nova**, v.33, p.1352-1358 2010.

IMAMURA, Y., *et al.* Self-sealing ability of OCP-mediated cement as a deciduous root canal filling materia. **Dent Mater J**, v.29, n.5, p.582-8, Oct 2010.

ISO 4049: Dentistry – Polymer-based filling, restorative and luting materials. International Organization for Standardization. Geneva; 2009.

ISO 9917-2: Dentistry – Water-based cements – Part 2: Light-activated cements. International Organization for Standardization. Geneva; 2010.

KHOROUSHI, M.; KESHANI, F. A review of glass-ionomers: From conventional glass-ionomer to bioactive glass-ionomer. **Dent Res J (Isfahan)**, v.10, n.4, p.411-20, Jul 2013.

KLEVERLAAN, C. J.; VAN DUINEN, R. N.; FEILZER, A. J. Mechanical properties of glass ionomer cements affected by curing methods. **Dent Mater**, v.20, n.1, p.45-50, Jan 2004.

KOKUBO, T.; TAKADAMA, H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? **Biomaterials**, v.27, n.15, p.2907-15, May 2006.

LEITUNE, V. C., *et al.* The addition of nanostructured hydroxyapatite to an experimental adhesive resin. **J Dent**, v.41, n.4, p.321-7, Apr 2013.

LIPPERT, F., *et al.* Laboratory investigations into the potential anticaries efficacy of fluoride varnishes. **Pediatr Dent**, v.36, n.4, p.291-5, Jul-Aug 2014.

LIU, Y., *et al.* Intrafibrillar collagen mineralization produced by biomimetic hierarchical nanoapatite assembly. **Adv Mater**, v.23, n.8, p.975-80, Feb 22 2011.

MALTZ, M.; ALVES, L. S. Incomplete caries removal significantly reduces the risk of pulp exposure and post-operative pulpal symptoms. **J Evid Based Dent Pract**, v.13, n.3, p.120-2, Sep 2013.

MALTZ, M.; JARDIM, J. J.; ALVES, L. S. Health promotion and dental caries. **Braz Oral Res**, v.24 Suppl 1, p.18-25 2010.

MAZZAOUI, S. A., *et al.* Incorporation of casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate into a glass-ionomer cement. **J Dent Res**, v.82, n.11, p.914-8, Nov 2003.

PORTELLA, F. F., *et al.* Glycerol salicylate-based containing alpha-tricalcium phosphate as a bioactive root canal sealer. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, Jan 21 2015.

RODRIGUES, M. C., *et al.* Calcium and phosphate release from resin-based materials containing different calcium orthophosphate nanoparticles. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, Jan 21 2015.

SADAT-SHOJAI, M., *et al.* Hydroxyapatite nanorods as novel fillers for improving the properties of dental adhesives: Synthesis and application. **Dent Mater**, v.26, n.5, p.471-82, May 2010.

SALAS, C. F., *et al.* Mineral loss on adjacent enamel glass ionomer cements restorations after cariogenic and erosive challenges. **Arch Oral Biol**, v.56, n.10, p.1014-9, Oct 2011.

SALGADO, V. E., *et al.* Effect of photoinitiator combinations on hardness, depth of cure, and color of model resin composites. **J Esthet Restor Dent**, v.27 Suppl 1, p.S41-8, Mar-Apr 2015.

TOLEDANO, M., *et al.* Mechanical and chemical characterisation of demineralised human dentine after amalgam restorations. **J Mech Behav Biomed Mater**, v.47, p.65-76, Jul 2015.

WATSON, T. F., *et al.* Present and future of glass-ionomers and calcium-silicate cements as bioactive materials in dentistry: biophotonics-based interfacial analyses in health and disease. **Dent Mater**, v.30, n.1, p.50-61, Jan 2014.

YAMAN, B. C., *et al.* The effects of halogen and light-emitting diode light curing on the depth of cure and surface microhardness of composite resins. **J Conserv Dent**, v.14, n.2, p.136-9, Apr 2011.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Esse trabalho preenche uma lacuna da literatura ao incorporar HA, OCP ou α -TCP a um ionômero de vidro restaurador modificado por resina e avaliar sua potencial ação remineralizadora. As imagens obtidas na dentina dos diferentes grupos mostram intensidades variadas de fosfato, permitindo inferir que, dentre os grupos desmineralizados, há maior intensidade no GHA. Pode-se concluir que a adição de fosfatos cálcicos não prejudicou as propriedades do cimento de ionômero de vidro comercial e que estudos posteriores são necessários para confirmar uma potencial ação indutora de deposição mineral por parte dos materiais avaliados.

Como perspectivas futuras, podem ser realizados estudos em que não haja proteção do material, a fim de induzir maior solubilização. Além disso, podem ser realizados estudos com a exposição da dentina e a imersão em SBF, a fim de que haja penetração de fluidos por meio da estrutura dentinária, simulando uma situação sistêmica.

REFERÊNCIAS

AL ZRAIKAT, H., *et al.* The incorporation of casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate into a glass ionomer cement. **Dent Mater**, v.27, n.3, p.235-43, Mar 2011.

BAIG, M. S.; FLEMING, G. J. Conventional glass-ionomer materials: A review of the developments in glass powder, polyacid liquid and the strategies of reinforcement. **J Dent**, Apr 14 2015.

BEZERRA, A. C., *et al.* Ion concentration adjacent to glass-ionomer restorations in primary molars. **Dent Mater**, v.28, n.11, p.e259-63, Nov 2012.

CHAU, N. P., *et al.* Relationship between fluoride release rate and anti-cariogenic biofilm activity of glass ionomer cements. **Dent Mater**, v.31, n.4, p.e100-8, Apr 2015.

CORRALO, D. J.; MALTZ, M. Clinical and ultrastructural effects of different liners/restorative materials on deep carious dentin: a randomized clinical trial. **Caries Res**, v.47, n.3, p.243-50 2013.

DOROZHKIN, S. V. Bioceramics of calcium orthophosphates. **Biomaterials**, v.31, n.7, p.1465-85, Mar 2010.

DOROZHKIN, S. V. Calcium orthophosphates in dentistry. **J Mater Sci Mater Med**, v.24, n.6, p.1335-63, Jun 2013.

EL WAKEEL, A. M.; ELKASSAS, D. W.; YOUSRY, M. M. Bonding of contemporary glass ionomer cements to different tooth substrates; microshear bond strength and scanning electron microscope study. **Eur J Dent**, v.9, n.2, p.176-82, Apr-Jun 2015.

GUASTALDI, A. C.; APARECIDA, A. H. Fosfatos de cálcio de interesse biológico: importância como biomateriais, propriedades e métodos de obtenção de recobrimentos. **Química Nova**, v.33, p.1352-1358 2010.

KHOROUSHI, M.; KESHANI, F. A review of glass-ionomers: From conventional glass-ionomer to bioactive glass-ionomer. **Dent Res J (Isfahan)**, v.10, n.4, p.411-20, Jul 2013.

KLEVERLAAN, C. J.; VAN DUINEN, R. N.; FEILZER, A. J. Mechanical properties of glass ionomer cements affected by curing methods. **Dent Mater**, v.20, n.1, p.45-50, Jan 2004.

MALTZ, M.; ALVES, L. S. Incomplete caries removal significantly reduces the risk of pulp exposure and post-operative pulpal symptoms. **J Evid Based Dent Pract**, v.13, n.3, p.120-2, Sep 2013.

MALTZ, M.; JARDIM, J. J.; ALVES, L. S. Health promotion and dental caries. **Braz Oral Res**, v.24 Suppl 1, p.18-25 2010.

MAZZAOUI, S. A., *et al.* Incorporation of casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate into a glass-ionomer cement. **J Dent Res**, v.82, n.11, p.914-8, Nov 2003.

PORTELLA, F. F., *et al.* Glycerol salicylate-based containing alpha-tricalcium phosphate as a bioactive root canal sealer. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, Jan 21 2015.

RODRIGUES, M. C., *et al.* Calcium and phosphate release from resin-based materials containing different calcium orthophosphate nanoparticles. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, Jan 21 2015.

SALAS, C. F., *et al.* Mineral loss on adjacent enamel glass ionomer cements restorations after cariogenic and erosive challenges. **Arch Oral Biol**, v.56, n.10, p.1014-9, Oct 2011.

TOLEDANO, M., *et al.* Mechanical and chemical characterisation of demineralised human dentine after amalgam restorations. **J Mech Behav Biomed Mater**, v.47, p.65-76, Jul 2015.

WATSON, T. F., *et al.* Present and future of glass-ionomers and calcium-silicate cements as bioactive materials in dentistry: biophotonics-based interfacial analyses in health and disease. **Dent Mater**, v.30, n.1, p.50-61, Jan 2014.