**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU**

TICIANE CESTARI FAGUNDES

**PROPRIEDADES E ADESÃO DE CIMENTOS DE IONÔMERO DE
VIDRO MODIFICADOS POR RESINA E VITROCERÂMICAS
BIOATIVAS**

**BAURU
2009**

TICIANE CESTARI FAGUNDES

**PROPRIEDADES E ADESÃO DE CIMENTOS DE IONÔMERO DE
VIDRO MODIFICADOS POR RESINA E VITROCERÂMICAS
BIOATIVAS**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia
de Bauru da Universidade de São Paulo, para
obtenção do título de Doutor em Odontologia.

Área de Concentração: Dentística
Orientadora: Profa. Dra. Maria Fidela de Lima
Navarro

**BAURU
2009**

Fagundes, Ticiane Cestari

F139p

Propriedades e adesão de cimentos de ionômero de vidro modificados por resina e vitrocerâmicas bioativas / Ticiane Cestari Fagundes. Bauru, 2009.

157p. ; il. ; 30cm

Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo.

Orientadora: Profa. Dra. Maria Fidela de Lima Navarro

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta tese, por processos fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura do autor:

Data:

Projeto de pesquisa aprovado pelo comitê de ética em pesquisa da Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, em 28 de novembro de 2007 – processo nº 160/2007.

DEDICATÓRIA

A **DEUS**, ser supremo de esperança, refúgio e fortaleza, pelo presente da vida; e pela certeza de nela estar me conduzindo em todos os momentos bons e ruins, fazendo sentir-me sempre forte e confiante.

Aos meus queridos pais, **GENÉSIO E ZULEICA**, pelo apoio incondicional, pelas renúncias e pela dedicação que tornaram minha caminhada mais suave.

À minha irmã **TANIESCA** pela amizade e apoio constantes.

AGRADECIMENTOS FRATERNOS

*Aos meus avôs **HAILTON e IVONE** pelo amor e aconchego que me proporcionaram durante esses anos e toda a minha vida.*

*Ao meu primo **JOÃO BOSCO JÚNIOR** que em poucos anos tornou-se um irmão.*

*Ao meu tio **JOÃO BOSCO** por nunca ter negado ajuda nos momentos que precisei.*

*À **SANDRA E MARIA TERESA** que desde o momento que passaram a fazer parte da família tem tornado nossos dias mais alegres.*

*À família **ZORZETO** pelo apoio e companhia constantes.*

*Às amigas **ALINE, MARIA CECÍLIA e DANIELLE** por serem sempre tão atenciosas comigo.*

*À amiga **ROSANE**, prova de que a distância não rompe laços de amizade.*

*À **ADRIANA** pela paciência em meus momentos explosivos.*

AGRADECIMENTO ESPECIAL

À ***Professora Maria Fidela de Lima Navarro***, minha orientadora, pela confiança em mim depositada e pelos ensinamentos transmitidos.

De maneira sempre suave, me mostrou durante esses anos, que tudo o que é ruim passa e que temos que valorizar ao máximo os momentos de alegria para que eles se perpetuem.

Não tenho palavras para agradecer a oportunidade de estar ao seu lado por esses anos!

MUITO OBRIGADA!

AGRADECIMENTOS

Agradeço...

Aos professores do Departamento de Dentística, pela valiosa contribuição para a minha formação profissional.

Prof. Dr. José Carlos Pereira

Prof. Dr. Carlos Eduardo Francischone

Prof. Dr. Eduardo Batista Franco

Prof. Dr. José Mondelli

Profa. Dra. Maria Teresa Atta

Prof. Dr. Rafael Francisco Lia Mondelli

Profa. Dra. Linda Wang

Prof. Dr. Sérgio Ishiquiriama

*Aos professores **Manuel Toledano e Raquel Osorio** pela co-orientação deste trabalho durante o período de Estágio na Universidade de Granada, Espanha.*

*Ao **Prof. Dr. Carlos Ferreira dos Santos**, pessoa com quem sempre posso contar para as correções da língua inglesa.*

*Aos amigos, **Marcela e Bruno**, pela amizade e companheirismo desde Granada até hoje. Vocês tornaram a solidão longe da terra bem mais suave, não consigo imaginar como teria sido sem vocês...*

*Aos amigos de Granada, **Carolina, Tuti, Rogério, Francesca e Jesus**, agradeço a companhia.*

*Aos colegas e amigos do curso de Doutorado: **Adilson, Ana, Juliana, Maria Cecília, Nádia, Ordilei, Renato e Rosana**, pelo companheirismo e convivência harmônica.*

À Terezinha, Eduardo, Carlos Augusto, Karin, Maria Cristina e Guilherme, pelo trabalho realizado sempre como uma equipe.

*À aluna de Iniciação Científica, **Daniele Somensi**, por sua responsabilidade e dedicação à pesquisa.*

Aos funcionários da Pós-graduação, Departamento de Dentística, Materiais Dentários e Endodontia, bem como Esterilização, Informática e Serviço de Biblioteca da FOB-USP, pela competência e maneira atenciosa que desempenham suas funções.

*Agradeço em especial à funcionária **Cleusa** da clínica de Pós-graduação por ser sempre prestativa e colaboradora durante as pesquisas clínicas.*

*À **Eloísa e Valéria**, funcionárias da Diretoria, agradeço a amizade e a disposição em sempre ajudar.*

*À **Mariane e Liz**, do Laboratório de Caracterização Tecnológica da Escola Politécnica da USP, agradeço pela atenção dispensada durante as Microscopias de Varredura.*

*À Universidade de São Paulo, por meio da magnífica reitora, **Profa. Dra. Suely Vilela**.*

*À Faculdade de Odontologia de Bauru - Universidade de São Paulo, por meio de seu diretor **Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro**, vice-diretor **Prof. Dr. José Carlos Pereira** e à comissão de Pós-graduação da FOB-USP, na pessoa de sua presidente **Profa. Dra. Maria Aparecida Andrade Moreira Machado**.*

À Faculdade de Odontologia de Lins - Universidade Metodista de Piracicaba, minha querida Faculdade, obrigada pela oportunidade de participar de pesquisas durante a graduação, bem como incentivar o crescimento de seus alunos.

À Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP e aos professores de Dentística pelos ensinamentos transmitidos durante a especialização.

À Capes pela concessão da bolsa de Doutorado, meus sinceros agradecimentos e reconhecimento da sua importância para o desenvolvimento científico do país.

Ao Santander/Banespa pelo auxílio concedido para minha permanência na Espanha.

A todas as pessoas que contribuíram direta ou indiretamente para a realização desse trabalho.

Resumo

RESUMO

As vitrocerâmicas bioativas são materiais sintéticos capazes de aderirem quimicamente aos minerais presentes na estrutura dentária. A união dos cimentos de ionômero de vidro modificados por resina (CIVMRs) à dentina pode ser influenciada por diferentes tipos de tratamentos prévios à restauração. Os objetivos deste estudo foram: avaliar a resistência à compressão, a rugosidade e a adesão à dentina de CIVMRs (Fuji II LC e Vitremer) após a incorporação de partículas de vitrocerâmicas bioativas (Biosilicato®); foi ainda, avaliar a resistência à degradação da adesão à dentina dos CIVMRs, utilizando-se EDTA como pré-tratamento dentinário. Para o teste de resistência à compressão foram confeccionados cilindros sendo que 2, 5 e 10 % em peso de partículas de vitrocerâmica bioativa foram incorporadas aos pós dos CIVMRs, armazenados em água destilada por 24h a 37°C até a realização dos testes. A rugosidade dos cimentos experimentais (2% de vitrocerâmica bioativa) e controles foi avaliada por microscopia de força atômica (MFA) após armazenamento a seco e em 100 % de umidade por 1 mês. Para os testes de microtração, as superfícies das cavidades foram tratadas seguindo-se as instruções dos fabricantes ou utilizando-se EDTA. Os espécimes foram restaurados com os CIVMRs experimentais (2% de vitrocerâmica) e controles. Após as restaurações, os espécimes foram armazenados em água por 24h e 7d. Para o teste de degradação, os CIVMRs foram armazenados por 24h, 3m e imersos em 10% de hipoclorito de sódio por 5h. Os dentes foram seccionados em palitos e submetidos ao teste de microtração. ANOVA e teste de múltiplas comparações foram realizados ($p < 0,05$). O modo de fratura foi classificado em adesivo, misto e coesivo e alguns espécimes foram analisados em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Apenas os cimentos com 2% de vitrocerâmica bioativa obtiveram resistência a compressão semelhante ao grupo controle. Para os grupos controles, Fuji II LC apresentou-se mais rugoso que o Vitremer e o seu armazenamento à seco aumentou sua rugosidade. A condição de armazenamento, seco ou úmido, não afetou a rugosidade dos CIVMRs experimentais. A vitrocerâmica bioativa aumentou significativamente a adesão à dentina dos CIVMRs após armazenamento por 24h, exceto para o Fuji II LC quando EDTA foi utilizado. A aplicação de EDTA aumentou significativamente os valores de resistência adesiva. No estudo de degradação da união, valores de resistência adesiva significativamente maiores foram obtidos nos grupos onde a dentina foi pré-tratada com EDTA. A resistência adesiva do Fuji II LC à dentina não foi afetada pelos métodos de degradação utilizados. Valores de resistência adesiva significativamente menores foram observados para os espécimes restaurados com Vitremer após os dois métodos de degradação, exceto quando a dentina foi pré-tratada com EDTA. As falhas do tipo mistas foram prevalentes. Em conclusão, 2% de partículas de vitrocerâmica bioativa podem ser incluídas nos CIVMRs sem afetar suas propriedades mecânicas. A rugosidade dos CIVMRs experimentais não foi afetada pelo meio de armazenamento. A inclusão de vitrocerâmicas bioativas aumentou a resistência adesiva somente após armazenamento de 24h. A utilização de EDTA como pré-tratamento dentinário aumentou a resistência adesiva para todas as condições e preveniu a degradação da interface adesiva do Vitremer.

Palavras-Chave: Vitrocerâmica bioativa. Resistência à compressão. Rugosidade. EDTA. Resistência de união. Degradação.

Abstract

ABSTRACT

Properties and adhesion of glass ionomer cements modified by resin and bioactive glass-ceramic

Bioactive glass-ceramics are synthetic materials capable of chemically bonding to dental structures. Adhesion of resin-modified glass-ionomer cements (RMGICs) to dentin may be influenced by different types of dentin pre-treatments. The objective of this study was to analyze the compressive strength, roughness and adhesion to dentin of RMGICs (Fuji II LC and Vitremer) after the incorporation of bioactive glass-ceramic particles (Biosilicate™). Additionally, the durability of the RMGICs adhesion was analyzed after the application of EDTA as a pre-treatment of dentin. Cylinders of RMGICs with incorporation of 2, 5 and 10 % in weight of bioactive glass-ceramic particles were made for compressive strength, and stored in water for 24h at 37°C. Roughness of control and experimental (2% bioactive glass-ceramic) RMGICs was analyzed by atomic force microscopic (MFA) after storage in dry and humidity conditions for 1 month. For the microtensile test, the surfaces of the cavities were treated following the manufacturers' instructions or by applying EDTA. The cavities were restored with control and experimental (2% bioactive glass-ceramic) RMGICs. After restorations, the specimens were stored in water for 24h and 7 days. For the degradation test, the RMGICs were stored for 24h, 3 months or immersed in 10% NaOCl for 5h. Teeth were sectioned in beams and submitted to microtensile test. ANOVA and multiple-comparisons tests were used ($p < 0.05$). Mode of failure was classified in adhesive, mixed and cohesive, some specimens were analyzed by scanning electronic microscopic. Only the RMGICs with 2% of bioactive glass-ceramic obtained compressive strength similar to the control RMGICs. The storage conditions, dry or humidity, did not affect the roughness of experimental RMGICs. Bioactive glass-ceramic significantly increased the adhesion to dentin of RMGICs after storage for 24h, except for Fuji II LC when EDTA was applied. The application of EDTA significantly increased the values of bond strength. For the degradation study, high values of bond strength were also observed in groups where the dentin was pre-treated with EDTA. The bond strength of Fuji II LC to dentin was not affected by the degradation methods. Vitremer specimens presented significantly lower bond strength values after degradation methods, except when EDTA was applied. Mixed failures were the most prevalent in all groups. In conclusion, 2% of bioactive glass-ceramic particles may be included in RMGICs without affecting their mechanical properties. Roughness of experimental RMGICs was not affected by storage conditions. The incorporation of bioactive glass-ceramic increased the bond strength after storage for 24h. The application of EDTA as a pre-treatment of dentin increased the bond strength for all conditions studied and prevented the degradation of adhesive interface of Vitremer.

Keywords: Bioactive glass-ceramic. Compressive strength. Roughness. EDTA. Bond strength. Degradation.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** - Deflexão do cantilever operando em não-contato e em contato.... 56
- Figura 2** - Forças entre a ponteira e a amostra em função da distância entre elas, com os respectivos regimes de operação..... 56
- Figura 3** - Sequência laboratorial para o teste de resistência à compressão. A: matriz de aço inoxidável; B: remoção do corpo-de-prova da matriz; C: remoção dos excessos; D: aplicação de vaselina; E: modo de armazenamento; F: corpo-de-prova sendo testado..... 79
- Figura 4** - Sequência laboratorial para a análise em MFA. A: matriz para confecção dos espécimes; B: polimento dos espécimes; C: análise da morfologia superficial em MFA 83
- Figura 5** - Sequência laboratorial para preparo do espécime para o teste de microtração: A: delimitação do preparo cavitário; B: abertura da câmara pulpar para ser restaurada com resina composta; C: medição das dimensões da cavidade; D: medição da profundidade da cavidade; E: limpeza da cavidade com ácido poliacrílico para os espécimes restaurados com Fuji II LC; F: lavagem da cavidade com jato de água destilada; G: remoção do excesso de água com bolinha de algodão; H: aplicação de *primer* para os espécimes restaurados com Vitremer; I: Fotopolimerização dos CIVMRs; J: aplicação de proteção superficial; K: espécime sendo fatiado; L: palitos prontos para serem testados 91
- Figura 6** - Fuji II LC armazenado em meio seco 97
- Figura 7** - Fuji II LC armazenado em meio úmido 97
-

Figura 8 -	Vitremer armazenado em meio seco.....	99
Figura 9 -	Vitremer armazenado em meio úmido	99
Figura 10 -	Fuji II LC com Biosilicato armazenado em meio seco	99
Figura 11 -	Fuji II LC com Biosilicato armazenado em meio úmido.....	99
Figura 12 -	Vitremer com Biosilicato armazenado em meio seco	99
Figura 13 -	Vitremer com Biosilicato armazenado em meio úmido.....	99
Figura 14 -	Fuji II LC: ácido poliacrílico, 24h. Espécime apresentando falha mista. Falha coesiva dentro do CIVMR pode ser observada na porção inferior direita	105
Figura 15 -	Fuji II LC: ácido poliacrílico, 24h. Espécime apresentando falha mista.....	105
Figura 16 -	Vitremer, <i>primer</i> , 24h. Espécime apresentando falha mista	105
Figura 17 -	Vitremer, <i>primer</i> , 24h. Mesmo espécime da figura 16 em maior aumento. Pode-se observar que a dentina está coberta por <i>smear layer</i> e que apresenta ranhuras da ponta usada no preparo cavitário. Resíduos do CIVMR são visíveis sobre a dentina.....	105
Figura 18 -	Fuji II LC: ácido poliacrílico, 7d. Espécime apresentando falha mista.....	107
Figura 19 -	Fuji II LC: ácido poliacrílico, 7d. Mesmo espécime da figura 18 em maior aumento, no qual se pode observar que os túbulos dentinários permanecem fechados e grandes áreas de CIVMR recobrem a dentina	107

-
- Figura 20 -** Vitremer: *primer*, 7d. Espécime apresentando falha mista. Pouca quantidade de CIVRM remanescente sobre a dentina. Ranhuras provenientes da ponta diamantada podem ser observadas 107
- Figura 21 -** Vitremer: *primer*, 7d. Espécime apresentando falha mista. Pouca quantidade de CIVRM remanescente sobre a dentina. Ranhuras provenientes da ponta diamantada podem ser observadas 107
- Figura 22 -** Fuji II LC, EDTA, 24h. Espécime apresentando falha mista 107
- Figura 23 -** Fuji II LC, EDTA, 24h. Mesmo espécime da figura 22 em maior aumento, no qual podem ser observadas áreas de dentina cobertas pelo CIVMR. O pré-tratamento com EDTA eliminou a *smear layer* e abriu os túbulos dentinários 107
- Figura 24 -** Vitremer: EDTA, *primer*, 24h. Espécime apresentando falha mista 109
- Figura 25 -** Vitremer: EDTA, *primer*, 24h. Mesmo espécime da figura 24 em maior aumento, no qual se podem observar grandes áreas de dentina cobertas pelo CIVMR. Formações circulares semelhantes a gotículas de água estão presentes no *primer*... 109
- Figura 26 -** Vitremer: EDTA, *primer*, 24h. Mesmo espécime das figuras 24 e 25 com maior aumento em área de dentina. O pré-tratamento com EDTA eliminou a *smear layer* e abriu os túbulos dentinários. A dentina peritubular permaneceu intacta .. 109
- Figura 27 -** Fuji II LC: EDTA, 7d. Espécime apresentando falha mista 109
-

Figura 28 -	Fuji II LC: EDTA, 7d. Mesmo espécime da figura 27 com maior aumento. Na porção de dentina pode-se observar ausência de <i>smear layer</i> e abertura dos túbulos dentinários.....	109
Figura 29 -	Vitremer: EDTA, 7d. Espécime apresentando falha mista.....	111
Figura 30 -	Fuji II LC + Biosilicato: ácido poliacrílico, 24h. Espécime apresentando falha mista. Aglomerados de partículas de Biosilicato podem ser observados.....	111
Figura 31 -	Fuji II LC + Biosilicato: ácido poliacrílico, 24h. Mesmo espécime da figura 30 com maior aumento, no qual se pode observar presença de <i>smear layer</i> e possível deposição de hidroxiapatita	111
Figura 32 -	Vitremer + Biosilicato: <i>primer</i> , 24h. Espécime apresentando falha mista.....	111
Figura 33 -	Vitremer + Biosilicato: <i>primer</i> , 24h. Mesmo espécime da figura 32 com maior aumento, no qual se pode observar presença de <i>smear layer</i> e possível deposição de hidroxiapatita	111
Figura 34 -	Fuji II LC + Biosilicato: ácido poliacrílico, 7d. Espécime apresentando falha mista	113
Figura 35 -	Fuji II LC + Biosilicato: ácido poliacrílico, 7d. Mesmo espécime da figura 34 com maior aumento. Remanescentes de CIVMR são observados sobre a dentina	113
Figura 36 -	Fuji II LC + Biosilicato: ácido poliacrílico, 7d. Mesmo espécime das figuras 34 e 35 com maior aumento, no qual se pode observar a presença de <i>smear plugs</i> na entrada dos túbulos dentinários.....	113

Figura 37 - Vitremer + Biosilicato: <i>primer</i>, 7d. Espécime apresentando falha mista	113
Figura 38 - Vitremer + Biosilicato: <i>primer</i>, 7d. Mesmo espécime da figura 37 com maior aumento. Há presença de <i>smear layer</i> e CIVMR sobre a dentina	113
Figura 39 - Fuji II LC + Biosilicato: EDTA, 24h. Espécime apresentando falha mista. Aglomerados de partículas de Biosilicato podem ser observados	115
Figura 40 - Vitremer + Biosilicato: EDTA, 24h. Espécime apresentando falha mista	115
Figura 41 - Vitremer + Biosilicato: EDTA, 24h. Mesmo espécime da figura 40 em maior aumento, no qual se pode notar ausência de <i>smear layer</i> e abertura dos túbulos dentinários. Pode-se observar possível deposição de hidroxiapatita	115
Figura 42 - Fuji II LC + Biosilicato: EDTA, 7d. Espécime apresentando falha mista	115
Figura 43 - Fuji II LC + Biosilicato: EDTA, 7d. Mesmo espécime da figura 42 em maior aumento apresentando aglomerado de partículas de Biosilicato.....	115
Figura 44 - Fuji II LC + Biosilicato: EDTA, 7d. Mesmo espécime das figuras 42 e 43 em maior aumento, evidenciando-se abertura dos túbulos dentinários pela ação do EDTA	117
Figura 45 - Vitremer + Biosilicato: EDTA, 7d. Espécime apresentando falha mista. Podem-se notar ranhuras na dentina provenientes do preparo cavitário	117

-
- Figura 46 -** Vitremer + Biosilicato: EDTA, 7d. Mesmo espécime da figura 45 em maior aumento, no qual se pode observar abertura dos túbulos dentinários 117
- Figura 47 -** Fuji II LC: ácido poliacrílico, NaOCl. Espécime apresentando falha mista com grande porção de falha coesiva no CIVMR 117
- Figura 48 -** Fuji II LC: ácido poliacrílico, NaOCl. Mesmo espécime da figura 47 em maior aumento na porção de dentina, a qual se apresenta recoberta por *smear layer* e *smear plugs* 117
- Figura 49 -** Vitremer: *primer*, NaOCl. Espécime apresentando falha puramente adesiva 119
- Figura 50 -** Vitremer: *primer*, NaOCl. Mesmo espécime da figura 49 em maior aumento. A dentina está recoberta por *smear layer* e *smear plugs* 119
- Figura 51 -** Vitremer: *primer*, 3 meses. Espécime apresentando falha mista. Podem-se observar formações circulares presentes no *primer* 119
- Figura 52 -** Vitremer: *primer*, 3 meses. Mesmo espécime da figura 51 em maior aumento, no qual se pode observar que a dentina está recoberta por *smear layer*, entretanto os *smear plugs* se mantiveram na abertura dos túbulos dentinários. Na parte direita podem-se observar remanescentes do CIVMR 119
- Figura 53 -** Fuji II LC: EDTA, NaOCl. Espécime apresentando falha mista. A dentina apresenta ranhuras provenientes da ponta diamantada. Remanescentes do CIVMR também são observados sobre a dentina 119
-

Figura 54 -	Vitremer: EDTA, <i>primer</i> , NaOCl. Espécime apresentando falha coesiva total no CIVMR.	119
Figura 55 -	Fuji II LC: EDTA, 3 meses. Espécime apresentando falha mista.	121
Figura 56 -	Fuji II LC: EDTA, 3 meses. Mesmo espécime da figura 55 em maior aumento, no qual se podem observar áreas de dentina cobertas pelo CIVMR e túbulos dentinários abertos	121
Figura 57 -	Vitremer: EDTA, <i>primer</i> , 3 meses. Espécime apresentando falha mista. A parte inferior direita apresenta uma porção de falha coesiva de CIVMR.	121
Figura 58 -	Vitremer: EDTA, <i>primer</i> , 3 meses. Mesmo espécime da figura 57 em maior aumento, no qual se podem observar pequenas áreas de dentina cobertas pelo CIVMR.	121
Figura 59 -	Vitremer: EDTA, <i>primer</i> , 3 meses. Mesmo espécime das figuras 57 e 58 com maior aumento. O pré-tratamento com EDTA eliminou a smear layer e abriu os túbulos dentinários. A dentina intertubular permaneceu intacta, sem sinais de degradação.	121

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Fabricante, composição e proporção pó/líquido dos materiais testados.....	76
Tabela 2 - Médias e desvios-padrões dos valores de resistência à compressão (MPa).	95
Tabela 3 - Médias e desvios-padrões dos valores de rugosidade (Ra nm). ...	97
Tabela 4 - Médias de resistência adesiva (MPa), respectivos desvios-padrões, proporção de falhas prematuras em relação ao número total de palitos testados para cada grupo (n=39-42).	102
Tabela 5 - Porcentagem (%) da distribuição dos tipos de falha dos espécimes para cada grupo.	102
Tabela 6 - Médias de resistência adesiva (MPa), respectivos desvios-padrões, proporção de falhas prematuras em relação ao número total de palitos testados para cada grupo (n=39-42).	103
Tabela 7 - Porcentagem (%) da distribuição dos tipos de falha dos espécimes para cada grupo..	103

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

°C	Graus Celsius
CIV	Cimento de ionômero de vidro
CIVMR	Cimento de ionômero de vidro modificado por resina
HEMA	2-hidroxietil metacrilato
Kgf	Quilograma força
MFA	Microscópio de força atômica
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
MPa	Mega pascal
s	Segundos
h	Horas
d	Dias
A	Adesiva
M	Mista
C	Coesiva
EDTA	Ácido etilenodiamino tetra-acético
HCA	Hidroxicarbonatoapatita
MMPs	Metaloproteinases
STM	Microscópio de tunelamento

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	39
2	REVISÃO DE LITERATURA	43
2.1	CIMENTOS DE IONÔMERO DE VIDRO	45
2.2	VIDROS, CERÂMICAS E VITROCERÂMICAS BIOATIVAS	47
2.2.1	Incorporação de materiais bioativos nos CIVMRs	50
2.3	RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS CIVMRs	53
2.4	MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA (MFA)	55
2.4.1	Princípios físicos.....	55
2.4.2	Modo de operação.....	57
2.4.3	Aplicações	57
2.4.4	Rugosidade dos CIVMRs	58
2.5	RESISTÊNCIA ADESIVA DOS CIVMRs.....	60
2.6	PRÉ-TRATAMENTO DENTINÁRIO	62
2.7	DEGRADAÇÃO DA INTERFACE ADESIVA	64
3	PROPOSIÇÃO	69
4	MATERIAL E MÉTODOS	73
4.1	MATERIAL	75
4.1.1	Incorporação de vitrocerâmica bioativa nos CIVMRs	75
4.2	MÉTODOS	76
4.2.1	Resistência à compressão	76
4.2.1.1	Confecção dos corpos-de-prova	77
4.2.1.2	Teste de resistência à compressão.....	79
4.2.1.3	Análise estatística	81
4.2.2	Análise da rugosidade em MFA	81
4.2.2.1	Confecção dos corpos-de-prova	81
4.2.2.2	Análise dos corpos-de-prova	81
4.2.2.3	Análise estatística	85
4.2.3	Testes de resistência adesiva	85
4.2.3.1	Aprovação pelo Comitê de Ética	85
4.2.3.2	Teste de resistência adesiva: vitrocerâmica bioativa + EDTA.....	85
4.2.3.2.1	<i>Preparo cavitário</i>	<i>85</i>
4.2.3.2.2	<i>Procedimentos restauradores</i>	<i>86</i>

4.2.3.2.3	Resistência à microtração.....	86
4.2.3.2.4	Análise estatística.....	87
4.2.3.2.5	Análise do modo de fratura.....	87
4.2.3.2.6	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	88
4.2.3.3	Teste de resistência adesiva: degradação	88
4.2.3.3.1	Preparo cavitário.....	88
4.2.3.3.2	Procedimentos restauradores.....	89
4.2.3.3.3	Resistência à microtração.....	89
4.2.3.3.4	Análise estatística.....	89
4.2.3.3.5	Análise do modo de fratura.....	89
4.2.3.3.6	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	90
5	RESULTADOS	93
5.1	RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO.....	95
5.2	ANÁLISE DA RUGOSIDADE EM MFA.....	95
5.3	TESTES DE RESISTÊNCIA ADESIVA	101
5.3.1	Resistência adesiva: vitrocerâmica bioativa + EDTA	101
5.3.2	Resistência adesiva: degradação	102
5.4	MICROSCOPIAS ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	105
6	DISCUSSÃO	123
6.1	RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO.....	125
6.2	ANÁLISE DA RUGOSIDADE EM MFA.....	126
6.3	RESISTÊNCIA ADESIVA: METODOLOGIA.....	128
6.4	RESISTÊNCIA ADESIVA: GRUPOS CONTROLE: GRUPOS CONTROLES (CIVMRs SEGUINDO-SE AS INSTRUÇÕES DO FABRICANTE PARA O PRÉ-TRATAMENTO DENTINÁRIO)	128
6.5	RESISTÊNCIA ADESIVA: VITROCERÂMICA BIOATIVA, EDTA, DEGRADAÇÃO	129
6.6	SUGESTÕES PARA FUTUROS ESTUDOS	134
7	CONCLUSÕES	135
	REFERÊNCIAS	139
	ANEXOS	155

1 Introdução

1 INTRODUÇÃO

Os cimentos de ionômero de vidro (CIVs) são largamente utilizados em dentística restauradora devido às seguintes vantagens: liberação de flúor, expansão térmica semelhante à dentina e adesão química às estruturas dentárias (COUTINHO et al., 2007; DAVIDSON, MJÖR, 1999; FUKUDA et al., 2003; LEE et al., 2000; TAY et al., 2001; YOSHIDA et al., 2000). Entretanto, esses cimentos têm algumas limitações quando comparados às resinas compostas: baixa resistência mecânica (XU; BURGESS, 2003; YAP et al., 2004) e baixa adesão à dentina (ALMUAMMAR; SCHULMAN; SALAMA, 2001). Com o objetivo de superar essas limitações, os CIVs foram modificados por resina. Os cimentos de ionômero de vidro modificados por resina (CIVMRs) são materiais em que as reações originais de ácido-base foram complementadas com polimerização fotoquímica de monômeros (SIDHU; WATSON, 1995).

Os vidros, vitrocerâmicas e cerâmicas bioativas são materiais sintéticos feitos de cálcio, fósforo, silício, e óxidos de sódio. Esses materiais possuem superfícies ativas em que os minerais presentes em tecidos ósseos podem se ligar quimicamente (HENCH, 1988; RAWLINGS, 1993). A seqüência de reações ocorre em 5 estágios resultando em precipitação de hidroxiapatita e consequentemente formação óssea (KASUGA, 2005; MOURA et al., 2007).

Embora a maioria dos estudos com materiais bioativos tenha sido realizada em engenharia óssea, há alguns estudos em Odontologia, nos quais partículas desses materiais foram incorporadas aos CIVs e CIVMRs com o objetivo de se obter bioatividade. Nesses estudos, observou-se que apesar da resistência mecânica ser diminuída (ANA et al., 2003; Yli-Urpo et al., 2005a), encontrou-se reação de presa similar (ANA et al., 2003; MATSUYA, MATSUYA, OHTA, 1999), alta liberação de flúor (YLI-URPO et al., 2004) e bioatividade (YLI-URPO et al., 2004; YLI-URPO et al., 2005). Adicionalmente, observou-se a precipitação de uma camada rica em cálcio na superfície externa dos CIVMRs (YLI-URPO et al., 2004), próximo à interface entre a dentina e a restauração e nas porções mais profundas dos túbulos dentinários (YLI-URPO, VALLITTU, NÄRHI, 2005).

Um tipo de vitrocerâmica bioativa (Biosilicato[®]) totalmente cristalizada foi desenvolvido com o objetivo de melhorar a resistência mecânica dos vidros

bioativos. Essa vitrocerâmica foi avaliada em um estudo *in vitro*, que evidenciou a formação de tecido ósseo em cultura de células osteogênicas (MOURA et al, 2007). Entretanto, não há estudos que incorporaram essa vitrocerâmica aos CIVMRs para avaliar os feitos no material de tal incorporação, assim como, a adesão à dentina.

Embora o exato mecanismo de adesão dos CIVMRs à dentina não seja totalmente decifrado, acredita-se que além da formação de adesão iônica, os CIVMRs apresentam retenção micromecânica na dentina condicionada (ABDALLA, 2000; FRIEDL, POWERS, HILLER, 1995; FRITZ, FINGER, UNO, 1996a). Adicionalmente, a adesão química dos CIVMRs é atribuída à adesão iônica da hidroxiapatita presente no colágeno (COUTINHO et al., 2007). Entretanto, fibras colágenas desprotegidas podem existir dependendo do tipo de pré-tratamento dentinário (TAY et al., 2001). A presença de colágenos desprotegidos pode ser um fator que comprometa a adesão de restaurações de CIVMRs sujeitas à degradação. Este fenômeno pode ser evitado se a solução para pré-tratamento dentinário for capaz de remover a *smear plugs*, mantendo os minerais presentes entre as fibras colágenas disponíveis para adesão química, permitindo uma retenção micromecânica estável. O ácido etilenodiamino tetra-acético (EDTA), por ser um composto orgânico quelante, pode ser uma alternativa para o tratamento dentinário prévio à inserção de CIVMRs, já que esse composto tem apresentado resultados promissores com a utilização de sistemas adesivos (OSORIO et al., 2005 a; TORRI et al., 2003)

Baseando-se nessas considerações, há falta de estudos que avaliem a incorporação de vitrocerâmica bioativa (Biosilicato[®]) aos CIVMRs, assim como, a utilização de EDTA como tratamento dentinário previamente a inserção de CIVMRs.

2 Revisão de Literatura

2 REVISÃO DE LITERATURA

Com a finalidade de facilitar a compreensão da literatura envolvida com o tema desta pesquisa, dividiu-se este capítulo nos seguintes tópicos: cimentos de ionômero de vidro; vidros, cerâmicas e vitrocerâmicas bioativas, incorporação de materiais bioativos nos CIVMRs, resistência à compressão dos CIVMRs, microscopia de força atômica, rugosidade dos CIVMRs, resistência adesiva dos CIVMRs, pré-tratamento dentinário, degradação da interface adesiva.

2.1 CIMENTOS DE IONÔMERO DE VIDRO

Desde sua divulgação, em 1971, por WILSON, KENT e introdução no mercado odontológico, os CIVs têm sido empregados em diferentes procedimentos, como cimentação de bandas ortodônticas e pinos protéticos, proteção do complexo dentino-pulpar e restauração de cavidades (DAVIDSON, MJÖR, 1999). Esta ampla indicação é atribuída às suas importantes propriedades como: liberação de flúor, biocompatibilidade, coeficiente de expansão térmica semelhante à dentina e adesão à estrutura dentária (DAVIDSON, MJÖR, 1999).

Os CIVs são compostos de pó e líquido. Nos pós há três constituintes que são essenciais: a sílica (SiO_2), a alumina (Al_2O_3) e o fluoreto de cálcio (CaF_2). O líquido é uma solução aquosa de ácidos polialcenólicos com a inclusão de aceleradores de presa (DAVIDSON, MJÖR, 1999).

A reação de presa dos CIVs é do tipo ácido-base e inicia-se a partir da mistura do pó e do líquido para formar um sal de hidrogel, que atua como matriz de ligação. A reação de presa ocorre em três estágios (NAASAN, WATSON, 1998; NAVARRO, PASCOTTO, 1998):

1- *Estágio de deslocamento de íons*: a camada externa das partículas de vidro do pó é umedecida pelo ácido durante a aglutinação do pó ao líquido. O íon hidrogênio do ácido desloca os íons cálcio e alumínio do pó, que reagem inicialmente com o flúor, formando fluoretos de cálcio e alumínio. Conforme a acidez aumenta, o fluoreto de cálcio, que é instável, se dissocia e reage com co-polímeros acrílicos para formar complexos mais estáveis.

2- *Estágio de formação da matriz de poliácidos*: o cálcio que está carregado positivamente reage com as cadeias de poliácidos, carregadas negativamente, para formar ligações cruzadas iônicas de poliacrilato de cálcio, reduzindo a mobilidade das cadeias poliméricas aquosas e formando um sal de hidrogel, que atuará como matriz de ligação.

3- *Estágio de formação do gel de sílica e incorporação do vidro a matriz*: formação de um gel de polissais, ou seja, é formada uma matriz constituída de gel de sílica, na qual são aprisionados os vidros que atuam como carga. A fase de gel de polissais ocorre principalmente nas primeiras 24 horas. A maturação da matriz ocorre quando o alumínio, que é liberado lentamente, auxilia na formação do hidrogel de polissais que circunda as partículas de vidro não totalmente dissolvidas. Assim, o cimento endurecido é formado por um aglomerado de partículas de pó não totalmente dissolvidas, circundadas por um gel de sílica em uma matriz amorfa de cálcio hidratado e de polissais de alumínio.

Os CIVMRs surgiram em 1988 (ANTONUCCI, MCKINNEY, STANSBURY, 1988); esses ionômeros contêm monômeros resinosos que polimerizam quimicamente através de luz. As propriedades físicas desses cimentos são superiores às dos convencionais e ainda exibem as vantagens de um tempo de trabalho controlado, facilidade de manipulação e um rápido endurecimento, minimizando os problemas de sensibilidade ao acabamento imediato e de desidratação, comuns aos cimentos convencionais (DAVIDSON, MJÖR, 1999).

Nos CIVMRs, enquanto ocorre a reação ácido-base entre os constituintes do pó e do líquido do material, a polimerização do HEMA (hidroxietil metacrilato) e grupos metacrílicos é iniciada por um processo de óxido-redução (polimerização química) ou por fotopolimerização. Esse processo resulta numa massa onde os polímeros de HEMA e os grupos carboxílicos são ligados pelo hidrogênio. Com o endurecimento, as ligações duplas de monômero polimerizável do líquido desaparecem, e o número de grupos carboxílicos no ácido poliacrílico diminui à medida que a reação ácido-base progride (NAVARRO, PASCOTTO, 1998; SIDHU; WATSON, 1995).

2.2 VIDROS, CERÂMICAS E VITROCERÂMICAS BIOATIVAS

Os vidros bioativos surgiram com o objetivo de induzirem uma atividade biológica específica, que resultaria em forte adesão ao osso (PEREIRA; HENCH; 2004). Esse conceito de um material ser capaz de se aderir ao osso foi sugerido inicialmente por LARRY HENCH no início da década de setenta. Desde então, tem-se desenvolvido várias formulações, mecanismos de adesão e aplicações clínicas para esses materiais (PEREIRA; HENCH; 2004).

O índice de bioatividade é definido como o tempo necessário para que 50% da superfície do material bioativo apresentem ligação com as células do tecido em experimentos *in vivo* (PEITL, ZANOTTO, HENCH, 2001) e este índice é dado por:

$$I_B = \frac{100}{t_{0.5bb}}$$

onde:

I_B = índice de bioatividade

$t_{0.5bb}$ = tempo em dias necessário para que ocorra a ligação de 50% da superfície do material bioativo com o tecido.

Os biomateriais podem ser classificados de acordo com o seu índice de bioatividade em duas classes:

A- materiais osteoprodutivos (resposta intracelular/extracelular, na interface material bioativo/tecido).

B- materiais osteocondutivos (somente uma resposta extracelular na interface material bioativo/tecido).

A osteoprodução é um processo onde a superfície bioativa é colonizada por células osteogênicas, ou seja, este material estimula a produção de tecido ósseo na interface entre material bioativo e tecido.

A osteocondução é um processo onde o material bioativo apresenta compatibilidade biológica que permite a migração do tecido ósseo sobre a interface do material.

Os materiais da classe A são os que possuem maior índice de bioatividade e podem apresentar os processos de osteoprodução e osteocondução simultaneamente.

Os materiais bioativos desenvolvem uma camada de hidroxicarbonatoapatita (HCA) na superfície, quando em contato com o tecido vivo, formando uma forte ligação química entre esse material e o tecido receptor. Dentre os materiais que são considerados bioativos, pode-se citar: cimento de fosfato de cálcio, biovidro, vitrocerâmica bioativa, cerâmica bioativa, HCA sintética (KENNY, BUGGY, 2003).

O mecanismo de adesão óssea inclui uma série de reações físico-química complexas na superfície do material bioativo e a formação de uma camada de HCA biologicamente ativa (KOKUBO, 1990, 1991, OHTSUKI et al., 1992, THOMAS, PULEO, AL-SABBAGH, 2005). As reações de superfície permitem a absorção bioquímica de fatores de crescimento e uma sequência de eventos celulares que promovem uma nova formação óssea. A camada de HCA que se forma é estruturalmente e quimicamente equivalente a fase mineral óssea (OHTSUKI, KOKUBO, YAMAMURO, 1992). A adesão interfacial óssea é proveniente dessa camada (PEREIRA; HENCH; 2004).

A bioatividade de vidros foi inicialmente observada pelos sistemas baseados na formulação $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5$. Bioglass[®] é a marca registrada de uma série de vidros baseados nessa composição (HENCH, 2006). Outras composições também têm sido desenvolvidas, tal como vitrocerâmicas e cerâmicas baseadas em fosfato de cálcio (RAWLINGS, 1993).

As reações químicas desses materiais podem ser divididas em cinco estágios (PEITL, ZANOTTO, HENCH, 2001):

Estágio I: Lixiviação (processo de extração de uma substância de sólido através da sua dissolução num líquido) dos cátions Na^+ e K^+ e sua substituição na estrutura do vidro por cátions H^+ e H_3O^+ do vidro.

Estágio II: aumento do pH local provocando a ruptura das ligações Si-O-Si, e o silício é liberado na solução na forma de Si(OH)_4 .

Estágio III: se o pH local for menor que 9,5 ocorre condensação do Si(OH)_4 , a sílica se repolimeriza na superfície do vidro, formando uma camada de sílica gel.

Estágio IV: a estrutura aberta de sílica gel permite que a troca iônica entre o vidro e a solução continue ocorrendo. Íons cálcio e fósforo se difundem a partir do

vidro pela camada de sílica gel e somando-se aos íons cálcio e fosfato da solução, formam sobre a superfície do vidro uma camada de fosfato de cálcio amorfa.

Estágio V: após o aumento da espessura das camadas de sílica gel e de fosfato de cálcio amorfa, esta última passa a incorporar íons hidroxila, carbonato e flúor iniciando sua cristalização em apatita.

A velocidade de ligação do material com o tecido através da camada de HCA será função da composição e estrutura do biomaterial utilizado: vidro, cerâmica, vitrocerâmica ou HCA sintética, distribuição e número de fases cristalinas; saúde e idade do tecido; pH da solução; razão área superficial do material/volume da solução e ajuste mecânico com o tecido (PEITL, ZANOTTO, HENCH, 2001).

Os vidros bioativos possuem as vantagens de sua aderirem rapidamente e estabelecerem uma ligação química forte com os tecidos, se comparados aos outros biomateriais. Entretanto, possuem baixa resistência mecânica e tenacidade à fratura (GUANABARA, 2003).

Uma maneira de minimizar essas desvantagens é a cristalização do vidro, já que as vitrocerâmicas possuem maior resistência mecânica; porém o aumento da porcentagem da fase cristalina pode diminuir a bioatividade dos materiais (GUANABARA, 2003).

Com o objetivo de melhorar a resistência mecânica dos vidros bioativos, ZANOTTO et al, em 2004, desenvolveram um tipo de vitrocerâmica totalmente cristalizada (Biosilicato®), a qual foi avaliada em um estudo *in vitro*, sendo evidenciada a formação de tecido ósseo em cultura de células osteogênicas (MOURA et al, 2007).

Os materiais bioativos vêm sendo utilizados na medicina para substituição de osso perdido por câncer e para a reconstrução de defeitos dos ossos da face (AITASALO et al., 2001). Mais recentemente, sua utilização expandiu-se para a Odontologia em tratamentos de reabilitação do complexo dentoalveolar, para a regeneração de defeitos ósseos advindos de doença periodontal, tratamentos de hipersensibilidade quando adicionados a dentifrícios ou previamente a cimentação resinosa de restaurações indiretas, além de tratamentos de capeamento pulpar e pulpotomia (GILLAM et al., 2003; GOLDBERG et al., 2001; PIRES-de-SOUZA et al., 2007; SALAKO et al, 2003; THOMAS, PULEO, AL-SABBAGH, 2005). Estudos *in vitro* têm demonstrado a possível remineralização dentinária com a aplicação de partículas de vidro bioativo sobre a dentina desmineralizada e formação de

hidroxiapatita na interface dentina/biovidro (EFFLANDT et al., 2002; SCHMIDLIN et al., 2007; VOLLENWEIDER et al., 2007). Efeitos antimicrobianos também têm sido associados a esses materiais (STOOR, SÖDERLING, SALONEN, 1998; WALTIMO, 2007; YLI-URPO, NARHI, SODERLING, 2003).

2.2.1 Incorporação de materiais bioativos nos CIVMRs

Apesar de alguns autores considerarem os CIVs como materiais bioativos, por suas propriedades de aderirem ao cálcio da estrutura dentária, esses materiais não possuem capacidade de osteocondução ou osteoprodução para possuírem um índice de bioatividade e serem considerados materiais biotivos (GJORGIEVSKA et al., 2008).

No entanto, devido às vantagens que os CIVs apresentam, alguns pesquisadores tiveram a idéia de incorporar partículas bioativas nesses materiais. Esses trabalhos serão descritos de maneira mais detalhada por estarem intensamente relacionados ao tema deste estudo.

MATSUYA, MATSUYA, OHTA, em 1999, foram os pioneiros a preparar um CIV contendo um vidro bioativo. Avaliaram o mecanismo de reação de presa do CIV após a incorporação desse material bioativo. Pelo teste de compressão, puderam obter o máximo de resistência mecânica com 16,3% em peso de biovidro no valor de 33,3 +/- 4,7 MPa. A análise por FT-IR mostrou que os grupos carboxila (COOH) diminuíram enquanto os íons carboxilatos (COO-Ca²⁺) aumentaram após a reação. O mecanismo de reação de presa foi essencialmente o mesmo dos CIVs.

Outro estudo foi realizado com os mesmos objetivos, ou seja, de avaliar a reação de presa e a resistência à compressão após incorporação de 33% e 50% de partículas bioativas, com diferentes formulações, no cimento Fuji II LC. Entretanto, neste estudo também se avaliou o tempo da reação de presa. O tempo de reação diminuiu ou aumentou de acordo com a formulação estudada, mas nenhum tornou-se inviável clinicamente (1,89 a 6,87 min). O maior tempo foi registrado para um dos cimentos que continha 50% de partículas bioativas, provavelmente pela extensão da reação ácido-base devido à basicidade das partículas bioativas. A resistência à compressão também foi diminuída após a incorporação de partículas bioativas (ANA et al., 2003).

Uma sequência de experimentos foram realizados por um grupo de pesquisadores com o objetivo de avaliarem as propriedades e bioatividade de CIVs e CIVMRs após a inclusão de um tipo comercial de biovidro (S53P4). Para todos os estudos, os autores acrescentaram 10% e 30% em peso de vidro bioativo nos cimentos Fuji II e Fuji II LC, CIV e CIVMR, respectivamente (YLI-URPO, NARHI, SODERLING, 2003; YLI-URPO, VALLITTU, NÄRHI, 2004; YLI-URPO, VALLITTU, NÄRHI, 2005; YLI-URPO et al., 2005).

O objetivo do primeiro estudo foi avaliar os efeitos antimicrobianos dos cimentos experimentais e controles em microorganismos da flora bucal *in vitro*. Para os testes realizados em ágar, apenas os cimentos contendo 30% de vidro bioativo inibiram o crescimento de *S. mutans*. Quando os materiais foram testados em meio de cultura, não houve efeito inibitório para os *S. mutans*. Apenas os materiais sem adição de vidro bioativo inibiram a produção de ácido proveniente dos *S. mutans*. O único material que teve efeito na atividade antibacteriana da *C. albicans* foi o pó do vidro bioativo quando em suspensão com esses microorganismos (YLI-URPO, NARHI, SODERLING, 2003).

Em seguida, os autores avaliaram a liberação de Si, Ca, P, and F em plasma humano artificial por meio de espectrofotometria. Discos de dentina foram também armazenados no mesmo fluido em presença dos materiais experimentais por 336 hs. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análise dos elementos químicos foram realizadas nos espécimes de dentina e material para se avaliar a presença ou não de precipitação. O CIVMR contendo 30% de vidro bioativo apresentou a maior bioatividade com precipitação de uma camada de fosfato de cálcio sobre a superfície de dentina (YLI-URPO, VALLITTU, NÄRHI, 2004).

Posteriormente, realizaram um estudo com o objetivo de avaliarem as propriedades mecânicas dos mesmos cimentos experimentais, exceto o CIV com 30% de biovidro. Os testes de resistência à compressão, módulo de elasticidade e microdureza foram realizados após armazenamento dos espécimes por 1, 3, 7, 14, 30 e 180 dias em água. MEV e análise dos elementos químicos foram realizadas para se observar a topografia superficial e a composição. A inclusão de vidro bioativo afetou de maneira negativa as propriedades mecânicas dos cimentos. Na análise dos elementos químicos, os cimentos com inclusão de vidro bioativo apresentaram uma maior quantidade de cálcio se comparados com os dos grupos controle. A microdureza dos CIVMRs contendo vidro bioativo aumentou após

imersão em água. O CIVMR contendo 30% de vidro bioativo apresentou uma maior quantidade de flúor após 180 dias de armazenamento (YLI-URPO et al., 2005).

Devido aos resultados promissores obtidos *in vitro*, houve a necessidade de testar esses cimentos experimentais em um estudo em animais. Os mesmos cimentos do estudo anterior foram utilizados em restaurações de Classe III realizadas em cachorros. Após 1, 3 e 6 semanas os animais foram sacrificados, e os dentes extraídos foram analisados por meio de MEV e dos elementos químicos, para verificar a topografia, composição e adaptação marginal das restaurações. Observou-se deposição mineral próximo à interface dente/restauração e em áreas de dentina mais profundas quando foi utilizado o CIVMR com adição de vidro bioativo (YLI-URPO, VALLITTU, NÄRHI, 2005).

Mais recentemente, Xie et al. (2008), incorporaram o mesmo tipo comercial de biovidro (S53P4) utilizado nos estudos citados anteriormente ao pó do CIVMR (Fuji II LC), em proporções de 10, 15 e 20% em peso. Testes de compressão, módulo de elasticidade, tração diametral e microdureza foram realizados para se observar as propriedades mecânicas dos materiais. Discos de dentina também foram obtidos para serem avaliados em MEV e análise dos elementos químicos. Para todos os experimentos foram utilizados diferentes proporções de pó/líquido e os espécimes foram armazenados em plasma humano artificial por 1h, 1d, 1 semana e 1 mês. De acordo com os resultados obtidos pode-se observar que as propriedades mecânicas dos cimentos experimentais foram comparáveis aos cimentos controles. O armazenamento em plasma humano artificial permitiu a mineralização dos discos de dentina quando em presença dos CIVMRs após inclusão de vidro bioativo (XIE et al., 2008).

CHOI, LEE, KIM, em 2008, investigaram uma outra formulação de vidro bioativo adicionada ao CIV Fuji I em proporção de 10 e 30% em peso. O tempo de presa, a resistência à tração diametral e a bioatividade dos cimentos experimentais e controles foram testados. O tempo de presa aumentou em alguns minutos com a adição do vidro bioativo, entretanto a resistência à tração diametral não foi alterada. Somente os cimentos experimentais induziram a precipitação de apatita na superfície após imersão em plasma humano artificial. A viabilidade de células osteogênicas foi maior nos cimentos experimentais se comparados com os cimentos controles após 7 dias. Os autores concluíram que os CIVs modificados pela inclusão de vidro bioativo podem ser úteis para a regeneração da estrutura dentária.

2.3 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS CIVMRs

Devido à maioria das forças mastigatórias serem de natureza compressiva, o teste de resistência à compressão tem sido utilizado para investigar a resistência mecânica dos materiais restauradores odontológicos (WANG et al., 2003). No teste de resistência à compressão, duas forças axiais opostas são aplicadas no corpo-de-prova, com o objetivo de aproximar as estruturas moleculares dos materiais. Este teste é indicado para materiais frágeis, tais como, os cimentos de ionômero de vidro. Os valores de resistência permitem inferências preditivas a respeito do comportamento clínico, porém, são mais uma condição do que uma propriedade inerente do material. Sendo assim, os dados de resistência não podem ser diretamente extrapolados para se predizer um comportamento clínico dos materiais (KELLY, 1995). Predições de durabilidade clínica requerem informações adicionais, como por exemplo, o tempo de dependência do aumento de uma trinca (KELLY, 1995).

Sendo assim, vários estudos têm utilizado este teste para avaliar a resistência mecânica dos CIVs (MITRA, KEDROWSKI, 1994; KERBY, KNOBLOCH, THAKUR, 1997). Com a introdução dos CIVMRs no mercado, também houve o interesse de avaliar sua resistência mecânica.

Alguns estudos tiveram como objetivo avaliar e comparar a resistência mecânica dos cimentos Fuji II LC e Vitremer dentre outros (MITRA, KEDROWSKI, 1994; KERBY, KNOBLOCH, THAKUR, 1997). A resistência à compressão foi um dos testes empregados para esse objetivo.

Armazenando-se esses cimentos entre outros materiais por 24h até 52 semanas, o cimento Fuji II LC apresentou-se estável ao longo do tempo; entretanto o cimento Vitremer apresentou um aumento de resistência à compressão na 1ª semana tornando-se estável até a 52ª semana (MITRA, KEDROWSKI, 1994). Comparando-se os dois cimentos após 1h, 24h e 7d, o Vitremer apresentou valores de resistência significativamente maiores que o Fuji II LC somente após 7d (KERBY, KNOBLOCH, THAKUR, 1997). Em outro estudo, os autores também não encontraram diferença estatisticamente significativa entre Fuji II LC e Vitremer após 24h de armazenamento (XU, BURGESS, 2003). Entretanto, XIE et al, em 2007, observaram valores de resistência à compressão superiores do cimento Fuji II LC em relação ao Vitremer após os tempos de 1h, 1d, 1 e 2 semanas.

Avaliando-se a possibilidade da polimerização sem ativação de luz, o cimento Vitremer apresentou valores de resistência à compressão significativamente menores se comparados à utilização de fotopolimerizador para os períodos de 1h, 24h e 7d, enquanto o mesmo ocorreu somente para o período de 1h para o cimento Fuji II LC (KERBY, KNOBLOCH, THAKUR, 1997).

XIE et al., em 2000, tiveram como objetivo determinar a resistência flexural, à compressão e à tração diametral, além da dureza Knoop e o desgaste superficial de dez marcas comerciais de CIVs. As superfícies fraturadas desses cimentos foram avaliadas por meio de MEV para avaliar se existia relação entre as propriedades mecânicas e a microestrutura dos cimentos. Todos os testes foram realizados após 7 dias de armazenamento em água destilada a 37°C. O cimento Fuji II LC teve valores maiores de resistência à compressão se comparado ao Vitremer. Os CIVs convencionais apresentaram um comportamento frágil, entretanto os CIVMRs sofreram deformação plástica na compressão. Valores altos de resistência à compressão foram relacionados com partículas de vidro pequenas. Os autores concluíram que as propriedades mecânicas dos cimentos estão relacionadas com suas microestruturas. Fatores tais como a integridade da interface entre as partículas de vidro e a matriz polimérica, o tamanho das partículas, e o número e tamanho de bolhas são importantes para determinar as propriedades mecânicas dos cimentos. Apesar de esse estudo ter observado que os CIVMRs apresentaram alta resistência à compressão se comparados com os CIVS, em outros estudos observaram-se resultados similares entre os dois tipos de cimentos (ATTIN, VATASCHKI, HELLWIG, 1996; XIE et al., em 2000; XIE et al., 2007).

Em uma avaliação da resistência à compressão e liberação de flúor de 15 marcas comerciais de materiais que liberam flúor observou-se uma correlação linear negativa entre esses dois fatores, ou seja, quanto maior a liberação de flúor, menores os valores de resistência à compressão (XU, BURGESS, 2003).

2.4 MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA (MFA)

2.4.1 Princípios físicos

Após a invenção do microscópio de tunelamento (STM), passou a ser possível não só ver, mas medir e manipular átomos ou moléculas. A invenção do STM desencadeou o desenvolvimento de uma grande variedade de microscópios de varredura por sonda tais como o microscópio de força atômica (MFA), o microscópio de força magnética, o microscópio de força eletrostática, o microscópio óptico de campo próximo, e todos os derivados (DUARTE, 2009).

O MFA foi inventado por BINNING, QUATE e GERBER (1986), após observação que a ponta do STM exerce forças sobre a superfície da amostra na mesma ordem das forças inter-atômicas, ou seja, o MFA usa interação entre as forças sonda-amostra para traçar o mapa da superfície (FUKUI, 1992).

O MFA pode ser operado de diversos modos. Entretanto, seu princípio fundamental é a medida das deflexões de um suporte em cuja extremidade livre está montada a sonda. Estas deflexões são causadas pelas forças que agem entre a sonda e a amostra. Os modos de fazer as imagens, também chamados modos de varredura ou de operação, referem-se fundamentalmente à distância mantida entre a sonda (ponteira) e a amostra, no momento da varredura, e às formas de movimentar a ponteira sobre a superfície a ser estudada (DUARTE, 2009).

Estes modos de fazer imagens podem ser classificados em dois tipos: modo contato e modo não-contato, dependendo das forças líquidas entre a ponteira e a amostra. Quando o aparelho é operado na região atrativa, o método chama-se não-contato. Nesta região, o cantilever do MFA se enverga na direção da amostra. A operação na região repulsiva chama-se contato e o cantilever se dobra, afastando-se da amostra.

A figura 1 mostra a deflexão do cantilever em ambos os modos. No modo de não contato ele é atraído pelas forças de capilaridade da camada de contaminação ou pelas forças de van der Waals, quando a amostra é limpa. No modo de contato, vê-se como a deflexão do cantilever é na direção oposta à da amostra (DUARTE, 2009).

Figura 1 - Deflexão do cantilever operando em não-contato e em contato.

Na figura 2 estão representadas as duas regiões que determinam os modos de operação do MFA, onde, a área abaixo da linha do zero as forças são atrativas e acima da linha do zero, as forças são repulsivas. Os efeitos de uma variedade de forças atuando entre ponta-amostra podem ser analisados, essas forças incluem as forças atrativas de van der Waals, forças magnéticas, e forças Coulombianas (DUARTE, 2009).

Figura 2 - Forças entre a ponteira e a amostra em função da distância entre elas, com os respectivos regimes de operação.

Em resumo, quando a ponteira se aproxima da amostra, é primeiramente atraída pela superfície, devido a uma ampla gama de forças atrativas existentes na região, como as forças de van der Waals. Esta atração aumenta até que, quando a ponteira aproxima-se muito da amostra, os átomos de ambas estão tão próximos que seus orbitais eletrônicos começam a se repelir. Esta repulsão eletrostática enfraquece a força atrativa à medida que a distância diminui. A força anula-se quando a distância entre os átomos é da ordem de alguns angstroms (da ordem da distância característica de uma união química). Quando as forças se tornam

positivas, podemos dizer que os átomos da ponteira e da amostra estão em contato e as forças repulsivas acabam por dominar (DUARTE, 2009).

2.4.2 Modo de operação

A ponta de prova é varrida sobre a superfície de uma amostra, onde forças entre a ponteira e a amostra causam deflexões no cantilever, que são detectados e apresentados como imagens.

A força que a amostra exerce sobre a ponteira é determinada pela deflexão do cantilever, dada pela lei de Hooke $F = -k x$, sendo x o deslocamento do cantilever e k a sua constante de mola própria, determinada pelas características de construção. O cantilever possui duas propriedades importantes: a constante de mola e sua frequência de ressonância. A primeira determina a força entre a ponteira e a amostra quando estão próximas e é determinada pela geometria e pelo material utilizado na construção do cantilever. O componente mais importante do MFA é, sem dúvida, o cantilever. São necessárias grandes deflexões para atingir alta sensibilidade. Portanto, a mola deve ser tão macia quanto possível. Por outro lado, é preciso uma alta frequência de ressonância para minimizar a sensibilidade a vibrações mecânicas, especialmente quando se está fazendo a varredura. A ponta permanece fixa e a amostra que se move com uso de cerâmicas piezoelétricas nas direções dos três eixos ortogonais.

2.4.3 Aplicações

A primeira e mais importante aplicação para o MFA, está relacionada com o estudo de superfícies de metais e semicondutores, através da qual se pode observar a geometria da estrutura atômica, bem como a estrutura eletrônica das superfícies.

Outra aplicação para o MFA está no estudo da estrutura superficial de materiais biológicos, dentre eles: ácidos nucleicos (RNA e DNA), as proteínas e membranas biológicas (BAY, 1995). Para análises de materiais biológicos, o MFA apresenta algumas vantagens, pois se trabalha em ar ou meio líquido e pode ser usado em baixas temperaturas para a observação de estruturas biológicas

congeladas. O MFA permite estudar não apenas materiais condutores, mas também todo tipo de material isolante, já que o método não utiliza corrente de tunelamento para produção de imagens. Um aspecto interessante desse tipo de microscopia é sua natureza de análise não destrutiva, não provocando danos irreversíveis na amostra.

2.4.4 Rugosidade dos CIVMRs

A rugosidade dos CIVMRs é uma propriedade importante a ser avaliada, pois uma alta rugosidade contribui para a retenção de corantes, acúmulo de placa bacteriana e consequentemente inflamação dos tecidos periodontais e recidiva de cárie (TATE, POWERS, 1996). Dois métodos têm sido utilizados para a avaliação da rugosidade superficial dos materiais odontológicos: rugosímetro e microscopia de força atômica. As técnicas de medição de rugosidade por rugosímetro e por MFA apresentaram resultados similares, mesmo sendo a medição da rugosidade por MFA realizada em um campo bem menor. Porém, as imagens captadas e os recursos do MFA possibilitam visualização espacial em 3D, sendo uma ferramenta útil para trabalhos de caracterização de superfícies (SANTOS, 2007).

A rugosidade dos cimentos Fuji II, Fuji II LC e Vitremer foram avaliadas com o uso de MFA com o objetivo de se testar os efeitos do polimento seco/úmido. A rugosidade dos espécimes polimerizados contra uma tira de poliéster foi menor do que a dos espécimes polidos. Fuji II LC e Vitremer apresentaram comportamento semelhante para todas as condições. O polimento a seco foi recomendado por produzir uma superfície mais lisa que o polimento úmido (WILDER et al., 2000).

Devido à similaridade dos resultados de ambas as metodologias para análise da rugosidade, alguns estudos que avaliaram a rugosidade dos cimentos Fuji II LC e Vitremer pelo método do rugosímetro serão mencionados de maneira sucinta (CEHRELI, YAZICI, GARCÍA-GODOY, 2000, 2003; DAVIS, FRIEDL, POWERS, 1995; DE WITTE et al., 2003; GLADYS et al., 1997; LAM, SMALES, 1999a; St GERMAIN, MEIERS, 1996; TATE, POWERS, 1996; YIP, 1999b).

Os efeitos dos tipos de polimento dos CIVMRs tem sido um dos objetivos estudados, sendo que Fuji II LC e Vitremer apresentaram comportamentos distintos conforme o tipo de polimento utilizado (St GERMAIN, MEIERS, 1996; TATE,

POWERS, 1996). Valores de rugosidade semelhantes entre ambos os cimentos foram observados quando se utilizou tira de poliéster, discos Sof-Lex após carbide, além de pontas diamantadas (ST GERMAIN, MEIERS, 1996). O cimento Fuji II LC apresentou-se mais rugoso que o Vitremer com o uso de Enhance após carbide, o oposto ocorreu quando se utilizou borrachas tipo Politip após carbide ou somente carbide (ST GERMAIN, MEIERS, 1996). Em outro estudo, o sistema de polimento de discos Sof-Lex promoveu superfícies mais lisas para ambos os cimentos comparando-se a outros tipos de polimento (TATE, POWERS, 1996).

Outro objetivo é a análise da rugosidade frente à aplicação de soluções de flúor (CEHRELI, YAZICI, DE WITTE et al., 2003; GARCÍA-GODOY, 2000; YIP, LAM, SMALES, 1999a, 1999b). O aumento da rugosidade tem ocorrido devido a uma desintegração progressiva ou uma erosão química da matriz dos CIVMRs após aplicação de soluções de flúor (DE WITTE et al., 2003; YIP, LAM, SMALES, 1999a, 1999b).

GLADYS et al., em 1997, avaliaram várias propriedades dos CIVMRs dentre elas a rugosidade após abrasão por escovação. Os autores observaram que a rugosidade aumentou após a escovação devido a projeção das partículas e a intrusão das porosidades. O cimento Fuji II LC apresentou partículas e rugosidade maior que o Vitremer.

CEHRELI, YAZICI, GARCÍA-GODOY, em 2003, avaliaram a rugosidade de alguns materiais restauradores após aplicação de gel clareador. Os autores observaram que sem a aplicação dos géis, o cimento Vitremer apresentou rugosidade superior ao Fuji II LC. Após aplicação dos géis ambos os cimentos tornaram-se mais lisos.

Um estudo em que se utilizou de um método de aceleração da degradação observou-se que os CIVMRs apresentaram suas superfícies significativamente mais rugosas com evidências de trincas após a degradação (DAVIS, FRIEDL, POWERS, 1995).

Avaliando-se a rugosidade de CIVMRs *in vivo*, observou-se que tais cimentos apresentam uma curva de rugosidade de natureza cíclica, ocorrendo nos dois primeiros anos (SIDHU, SHERRIFF, WATSON, 1995).

2.5 RESISTÊNCIA ADESIVA DOS CIVMRs

A mesma reação que ocorre entre o líquido e pó durante a reação de presa ocorre entre o líquido e a estrutura dentária (YOSHIDA et al., 2000). O mecanismo de adesão dos CIVs e CIVMRs está baseado em dois princípios. O primeiro baseia-se no deslocamento de íons fosfatos da estrutura dentária pelos grupos carboxílicos do ácido poliacrílico e formação de ligações iônicas com os íons cálcio da hidroxiapatita (YOSHIDA et al., 2000). O quanto a interação química contribui para a efetividade da união não está completamente esclarecido, mas estima-se que esta seja favorável em termos de resistência à degradação, uma vez que proporciona uma íntima adaptação entre substrato e material (VAN MEERBEEK et al., 2003). Mais recentemente, evidenciou-se a adesão iônica dos CIVMRs à hidroxiapatita presente no colágeno (COUTINHO et al., 2007). O segundo princípio baseia-se na interdifusão de componentes ionoméricos entre as fibras colágenas expostas pelo tratamento pré-dentinário, estabelecendo retenção micromecânica (VAN MEERBEEK et al., 1992).

Recentemente, têm-se observado com o uso de microscopia confocal, uma camada com espessura inferior a 30µm entre os CIVMRs e a dentina. O termo camada de absorção tem sido utilizado pois esta estrutura funciona como um colchão amortecedor para compensar a contração de polimerização conseqüente da porção resinosa contida nesses cimentos. Esta camada é observada após 24 horas da inserção do material, e é formada apenas próxima aos túbulos dentinários em comunicação com o fluido pulpar, ou seja, não ocorre em esmalte ou dentina seca. Além disso, esta estrutura não é ácido dependente, estando também presente quando a *smear layer* é removida com jato abrasivo (NGO, MOUNT, PETERS, 1997, SIDHU, WATSON, 1998; SIDHU et al., 2002; WATSON et al., 1998).

Poucos estudos utilizam o teste de microtração para avaliar a resistência adesiva dos CIVMRs devido à dificuldade em se obter os espécimes sem que ocorra grande número de falhas prematuras, sendo assim, a execução dos cortes deve ser feita por um operador treinado. Dentre os estudos que utilizaram o teste de microtração para avaliar a resistência adesiva dos CIVMRs, serão abordados de maneira sucinta os relacionados com os materiais testados neste presente estudo.

PEREIRA et al., em 2000, estudaram o efeito da região e da pressão pulpar na resistência adesiva dos CIVMRs: Fuji II LC, Vitremer e Photac Fil Quick). A resistência adesiva do Fuji II LC à região de corno pulpar foi significativamente menor que às regiões de centro e periferia, independentemente da pressão pulpar. Para o Vitremer e Photac Fil Quick, não existiram diferenças regionais na resistência, na ausência de pressão pulpar. Na presença de pressão, a resistência do Vitremer à região de corno pulpar foi menor que as outras regiões. Para o Photac Fil Quick, na presença de pressão pulpar, a resistência para todas as regiões foi menor. Os autores concluíram que a pressão pulpar teve uma maior influência na resistência adesiva dos CIVMRs que as diferenças regionais do substrato.

TANUMIHARJA; BURROW; TYAS, em 2000, relataram que o pré-tratamento dentinário é importante para o aumento da resistência à microtração do cimento Fuji II LC.

BURROW, NOPNAKEEPPONG, PHRUKKANON (2002) compararam a resistência à microtração de um CIV (Fuji IX), um CIVMR (Fuji II LC) e dois sistemas adesivos, um autocondicionante (Prime&Bond NT) e um convencional (Single Bond) às dentinas permanente e decídua. Os valores de resistência adesiva foram superiores para a dentina permanente em comparação à decídua. O CIV convencional apresentou médias de resistência de união à dentina permanente e decídua estatisticamente inferiores aos demais materiais, cujas médias não diferiram entre si, tendo o CIVMR apresentado valores equiparáveis aos sistemas adesivos/resinas compostas.

O desenvolvimento de um sistema adesivo auto-condicionante experimental aumentou os valores de resistência à microtração do cimento Fuji II LC após 1 semana de armazenamento em água (COUTINHO et al., 2006).

JORDEHI et al., em 2007, avaliaram os efeitos do condicionamento com laser Er,Cr:YSGG na resistência à microtração à dentina dos cimentos: Fuji II, Vitremer, and Fuji II LC (com e sem condicionamento com ácido poliacrílico). Os autores concluíram que o condicionamento com laser não melhorou os valores de adesão dos cimentos Fuji II LC e Vitremer à dentina, sendo que reduziram tais valores para os cimentos Fuji II e Fuji II LC após condicionamento com ácido poliacrílico.

Quando vários materiais restauradores foram inseridos sobre a dentina cariada removida por um método químico-mecânico (Carisolv), o cimento Fuji II LC

foi o único que apresentou os valores de resistência adesiva afetados pela condição do substrato dentinário (Burrow et al., 2003).

2.6 PRÉ-TRATAMENTO DENTINÁRIO

Um requisito fundamental para uma adesão efetiva é um substrato limpo, ou seja, livre de biofilme, sangue, saliva e outros agentes que possam contaminá-lo. Na ausência de pré-tratamento, a adesão ocorre dentro da *smear layer* e a união dessa com a dentina subjacente é fraca (TAY et al, 2001). Muitos agentes condicionantes têm sido estudados desde o surgimento dos CIVs e CIVMRs. A concentração e o tempo mais indicados são 10% de ácido poliacrílico por 20 segundos (NAVARRO, PASCOTTO,1998). Este ácido muda a energia de superfície e aumenta a capacidade de molhamento, melhorando a adaptação do material (NAVARRO, PASCOTTO,1998). Mesmo sendo um ácido fraco, a aplicação do ácido poliacrílico não deve exceder 20s, para não ocorrer excesso de desmineralização da estrutura dentária. A utilização de ácidos mais agressivos não resultou em maior resistência adesiva à dentina além de poder ocasionar o aumento da permeabilidade da dentina e a presença de colágeno desnudo abaixo da interface adesiva (TAY et al., 2001).

O uso de condicionadores e *primers* contendo HEMA previamente à aplicação dos CIVMRs promove uma adesão interfacial semelhante à camada híbrida observada com o uso dos sistemas adesivos/resinas, porém com uma espessura menor. A fotopolimerização do agente condicionador e *primers* é fundamental na força de união CIVMRs à estrutura dentária (NAVARRO, PASCOTTO,1998).

CHARLTON; HAVEMAN, em 1994, analisaram o efeito do tratamento da superfície dentinária sobre a resistência de união ao cisalhamento dos cimentos Fuji II LC e Variglass. Três grupos para cada material foram testados: dentina sem pré-tratamento, tratada com ácido poliacrílico a 10% (GC Dentin Conditioner) por 20s e com aplicação de um *primer* dentinário (Prisma Universal Bond 3 Primer) por 30s. Após 72 horas de armazenamento e 500 ciclos de termociclagem os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento. Para o Fuji II LC, a média de resistência de união à dentina condicionada foi significativamente maior que a dentina tratada com *primer* e dentina não tratada. Para o Variglass, a média de resistência ao

cisalhamento foi significativamente maior com a dentina tratada com *primer* do que na dentina que não recebeu tratamento. Entretanto, os resultados não foram significativamente diferentes entre dentina tratada com *primer* e condicionada com ácido poliacrílico.

Analisando-se o efeito da contaminação da dentina com saliva na resistência adesiva ao cisalhamento do cimento Fuji II LC, os espécimes não contaminados foram significativamente mais resistentes que os contaminados (SAFAR; DAVIS; OVERTON, 1999).

O Fuji II LC Improved é uma nova formulação do Fuji II LC. Com essa formulação há a possibilidade do condicionamento ser realizado com o Cavity Conditioner (ácido poliacrílico a 20 % contendo 3% de cloridrato de alumínio). Para avaliar se haveria diferença na adesão com a utilização de tal condicionador, PEREIRA, et al., em 1997, realizaram teste de resistência adesiva e análise da micromorfologia da interface cimento/dentina. Os resultados mostraram que a adesão em relação ao esmalte do grupo que utilizou Cavity Conditioner e Fuji II LC Improved foi significativamente maior do que o grupo condicionado com Dentin Conditioner (ácido poliacrílico 10%) e Fuji II LC, nos períodos de um dia e uma semana. Para a dentina, o sistema aperfeiçoado mostrou-se significativamente melhor após 5 minutos, mas após um dia e uma semana não houve diferença estatística. A análise com estereomicroscópio mostrou uma mistura de falhas coesiva e adesiva em todos os grupos. A micromorfologia da interface sugeriu a formação de uma camada rica em resina e uma zona distinta entre o cimento de ionômero de vidro e a dentina adjacente.

TANUMIHARJA; BURROW; TYAS, em 2000, estudaram a resistência adesiva de três cimentos de ionômero de vidro (Photac Fil Quick, Fuji II LC e Fuji IX GP) à dentina tratada com quatro diferentes condicionadores: Ketac Conditioner (ácido poliacrílico 25%), Dentin Conditioner (ácido poliacrílico 10%), Cavity Conditioner (ácido poliacrílico 20% e AlCl_3). A resistência adesiva do Photac Fil foi maior que a do Fuji II LC apenas para o grupo que não recebeu condicionamento ácido. Somente para o Fuji II LC a resistência dos grupos que receberam o condicionamento foi maior que a do grupo não condicionado. Há outros relatos na literatura que não encontraram diferenças na resistência adesiva à dentina de CIVs e CIVMRs quando esta foi previamente condicionada ou não (GORDAN, 2000, HEWLETT; CAPUTO; WROBEL, 1991; INOUE et al., 2004; PIMENTA et al., 1992).

SETIEN, ARMSTRONG, WEFEL, em 2005, avaliaram a resistência adesiva do cimento Fuji II LC com a utilização prévia de Cavity Conditioner, Scotchbond Multipurpose ou Scotchbond com apenas o ácido fosfórico e o *primer*. O armazenamento foi realizado em saliva artificial e óleo por 1 e 24 semanas. Apesar do sistema adesivo Scotchbond Multipurpose apresentar os melhores resultados, a resistência adesiva diminuiu ao longo do tempo após imersão em saliva artificial, evidenciando a degradação hidrolítica do sistema adesivo.

O uso de EDTA previamente a aplicação de sistema adesivo tem sido investigado, sendo que sua ação tem aumentado a resistência adesiva para alguns sistemas adesivos (TORRI et al., 2003) assim como tem evitado mecanismos de degradação dos mesmos (OSORIO et al., 2005). Isto se deve a capacidade que o EDTA tem de evitar grandes alterações na estrutura das fibrilas colágenas (HABELITZ et al., 2002; OSORIO et al., 2005).

Em relação ao uso de EDTA como tratamento dentinário prévio a inserção de CIVMR, PRATI et al., em 1992, avaliaram vários tipos de soluções para pré-tratamento dentinário na adesão do CIV Vitrabond. Os autores observaram aproximadamente o dobro da resistência adesiva para os espécimes tratados com EDTA se comparados aos tratados com ácido poliacrílico a 10%, entretanto os maiores valores foram obtidos para o tratamento com solução de oxalato.

Outra formulação de EDTA (solução de EDTA contendo EDTA 3-2 EDTA·Na e EDTA·Fe Na) foi utilizada como tratamento prévio à inserção do cimento Fuji II LC. Maiores valores de adesão foram obtidos para os espécimes tratados com EDTA com duas formulações de *primers* diferentes, se comparados ao pré-tratamento com ácido poliacrílico a 10% (NAKANUMA et al., 1998).

2.7 DEGRADAÇÃO DA INTERFACE ADESIVA

Existem muitos processos pelos quais a degradação pode ocorrer (DE MUNCK et al., 2005). No meio oral a degradação é um processo complexo que inclui desintegração e dissolução dos materiais na saliva e outros tipos de degradação físico-química causadas por alimentos, mastigação e atividade bacteriana (SANTERRE, SHAJII, LEUNG, 2001). Embora os testes *in vitro* não possam reproduzir a complexidade desse processo, permitem que algumas dessas

variáveis sejam isoladas para estudo, enquanto as demais seguem controladas e homogeneamente distribuídas em toda a amostra. Devido à falta da reprodução do sinergismo dos processos que ocorrem *in vivo*, não se pode fazer uma correlação direta entre os resultados dos testes laboratoriais e o desempenho clínico (OILO,1992).

Existem tentativas de simular o envelhecimento das restaurações com o objetivo de prever a sua efetividade clínica por meio de armazenamento em água, imersão em solução de hipoclorito de sódio (NaOCl), ciclagens térmica e mecânica, ciclagem de pH para simular o desafio cariogênico e imersão em soluções que simulam alimentos (AMARAL et al., 2007). A avaliação se dá por meio da investigação de alterações estruturais da interface adesiva e alteração na resistência de união que representa degradação da interface (AMARAL et al., 2007).

Como os métodos de degradação utilizados nesta pesquisa foram a imersão em água e em NaOCl, alguns mecanismos relacionados a esses dois métodos de degradação serão abordados.

O método mais utilizado para avaliação da degradação da interface adesiva é o armazenamento em água ao longo do tempo (DE MUNCK et al., 2005). Os espécimes são armazenados a 37°C por um período que varia de poucas semanas a 4-5 anos (DE MUNCK et al., 2005). O armazenamento dos espécimes resulta em diminuição da resistência de união para a maioria dos materiais adesivos (DE MUNCK et al., 2003; 2004; 2006; OSORIO et al., 2005b; TOLEDANO et al., 2007). A degradação ocorre por hidrólise dos componentes da interface adesiva (resina e colágeno), plasticização das cadeias poliméricas, e diluição dos monômeros não polimerizados (DE MUNCK et al., 2005).

Os estudos que envolvem degradação requerem que alguns fatores sejam cuidadosamente controlados. Um deles é o crescimento bacteriano que necessita ser inibido com o objetivo de manter o pH estável ao longo do tempo. Para prevenir o crescimento bacteriano, tem se utilizado azida de sódio, cloramina ou mesmo antibióticos (DE MUNCK et al., 2005). Outro fator a ser considerado é a frequência com que a solução deve ser trocada, pois uma troca frequente leva a uma aceleração no processo de degradação (KITASAKO et al., 2000).

Para simular o meio oral, saliva artificial também pode ser utilizada como solução de armazenamento, entretanto tem-se observado resultados similares se comparado com o armazenamento em água destilada (KITASAKO et al., 2000). Até

mesmo enzimas podem ser adicionadas ao líquido de armazenamento para reproduzir a ação de enzimas bacterianas (SANTERRE, SHAJII, LEUNG, 2001).

Outro fator é como o teste irá ser realizado, muitos métodos de degradação são dependentes do tempo de difusão no meio. Um método para diminuir os efeitos da dependência da difusão é o armazenamento de micro-espécimes, por exemplo, os palitos do teste de microtração, para permitir que a difusão ocorra da maneira mais rápida possível e consequentemente acelerar o processo de degradação (DE MUNCK et al., 2005). Em contrapartida, quando as restaurações tipo Classe I são desafiadas por meio de imersão em água por longo período, existe a possibilidade da união material-esmalte circundante proteger a interface material-dentina e retardar a degradação (De MUNCK et al., 2003).

Poucos estudos tem avaliado a degradação dos CIVMRs após armazenamento em água por longo período. Entretanto, tem se observado que a degradação adesiva após imersão em água pode ocorrer na matriz resina/polialcenóicos e na liberação de flúor das partículas vítreas (AMARAL et al., 2007). Adicionalmente, a formação da camada de absorção, resultante da difusão de água através dos componentes resinosos, provoca absorção de água pelo material, que pode aumentar o fluído de água na interface adesiva acelerando o processo de degradação (DE MUNCK et al., 2004; SIDHU, WATSON, 1998).

FRITZ, FINGER, UNO (1996a) realizaram o teste de cisalhamento para avaliarem os efeitos do armazenamento em água por 24h, 7d, 1, 3 e 6 meses, na adesão à dentina e esmalte de vários materiais dentre eles o Fuji II LC e o Vitremer. Os autores concluíram que em geral a adesão dos CIVMRs não foi afetada pelo armazenado em água por longo prazo de tempo, entretanto o cimento Vitremer apresentou grande número falhas prematuras após 6 meses de armazenamento.

ABDALLA, GARCÍA-GODOY (1997) avaliaram a resistência adesiva dos cimentos Fuji II LC e Vitremer dentre outros por meio do teste de cisalhamento. O mecanismo de degradação por termociclagem foi utilizado para estressar a interface adesiva. Apenas para o cimento Vitremer a resistência adesiva foi afetada pela ação da termociclagem.

Considerando especificamente o CIVMR Fuji Bond LC, a resistência de união não foi afetada após 12 meses de exposição indireta à água (De MUNCK et al., 2006; SHIRAI et al., 2005). Entretanto, o mesmo material apresentou diminuição da resistência adesiva após quatro anos de armazenamento, mesmo com exposição

indireta (DE MUNCK et al., 2004). Quando a exposição foi de maneira direta, ou seja, os palitos foram armazenados, não foi possível a realização dos testes devido ao grande número de falhas prematuras (De MUNCK et al., 2006).

A não degradação de espécimes armazenados em óleo se comparados a rápida degradação dos armazenados em água demonstra a ação da água na degradação hidrolítica da interface adesiva *in vitro* (AMARAL et al., 2007). Entretanto vale ressaltar que a degradação da interface adesiva é um processo complexo que envolve vários outros mecanismos (SANTERRE, SHAJII, LEUNG, 2001).

O método de degradação por armazenamento em NaOCl é utilizado para simular a degradação que ocorre *in vivo* quando há desproteção dos componentes orgânicos que não se encontram totalmente envolvidos pelos materiais restauradores na interface adesiva (YAMAUTI et al., 2003). O NaOCl age formando radicais superoxidantes em solução aquosa, induzindo o fenômeno de oxidação o qual fragmenta as cadeias peptídicas (YAMAUTI et al., 2003). Em um dos estudos pioneiros desse método de degradação, observou-se a diminuição da resistência adesiva de sistemas adesivos após 5h de imersão em 10% de solução aquosa de NaOCl (YAMAUTI et al., 2003). Acreditava-se que a solução de NaOCl é responsável pela degradação química do componente orgânico da interface adesiva não agindo na degradação dos componentes resinosos, pois a água está associada a este último processo (YAMAUTI et al., 2003). Entretanto, TOLEDANO et al., em 2006, observaram que a imersão dos espécimes em solução aquosa de 10% NaOCl por 5 horas poderia também promover a dissolução dos componentes resinosos da camada híbrida, sendo que este efeito depende do sistema adesivo utilizado.

Assim como o armazenamento em longo prazo em água, a imersão em solução aquosa de NaOCl é um método de degradação que não pode prever o comportamento clínico dos materiais restauradores, pois foca apenas em um tipo de processo de degradação (AMARAL et al., 2007).

3 Proposição

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos desse trabalho foram avaliar os efeitos da incorporação de partículas de vitrocerâmica bioativa nos CIVMRs, na resistência mecânica, na rugosidade e na adesão à dentina bem como, a resistência à degradação da interface adesiva dentina/CIVMRs quando EDTA foi utilizado como pré-tratamento dentinário.

As hipóteses nulas testadas foram:

1) Não há diferença estatisticamente significativa na resistência à compressão após a incorporação de 2%, 5% e 10% de partículas de vitrocerâmica bioativa.

2) Não há diferença estatisticamente significativa na rugosidade de CIVMRs após a incorporação de 2% de partículas de vitrocerâmica bioativa, quando armazenados à seco ou em umidade.

3) Não há diferença estatisticamente significativa na resistência adesiva à dentina de CIVMRs com a incorporação de 2% de partículas de vitrocerâmica bioativa, após pré-tratamento dentinário com EDTA ou seguindo-se as instruções dos fabricantes.

4) Não há diferença estatisticamente significativa na resistência à degradação da interface adesiva dentina/CIVMRs quando EDTA foi utilizado como pré-tratamento dentinário se comparado as instruções dos fabricantes.

4 Material e Métodos

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

Dois CIVMRs foram utilizados neste estudo: Fuji II LC (GC Corporation, Tokyo, Japan) e Vitremer (3M ESPE, Seefeld, Germany), além das partículas de vitrocerâmica bioativa (P_2O_5 - Na_2O - CaO - SiO_2 , Biosilicato[®], Vitrovita, São Carlos, SP, Brazil), de acordo com a Tabela 1.

4.1.1 Incorporação de vitrocerâmica bioativa nos CIVMRs

As partículas de vitrocerâmica bioativa que foram adicionadas nos CIVMRs possuem um tamanho menor que 10 μ m (média de 2 μ m). A composição e os tratamentos térmicos para obtenção do Biosilicato[®] estão descritas em detalhes na patente WO 2004/074199 (ZANOTTO et al., 2004).

Dois, cinco, e dez por cento em peso de partículas de vitrocerâmica bioativa foram incorporados ao pó dos materiais. Esta mistura foi inserida em um Ependorf plástico de 0.5 ml e agitada mecanicamente em um amalgamador (Ghimas 92, Imperial, Casaluchio, Italy) por 30s para se obter uma distribuição uniforme das partículas.

Devido à inclusão de vitrocerâmica bioativa, uma maior quantidade de líquido foi necessária para se obter uma mistura inicial brilhante, sendo assim, a alteração pó/líquido foi modificada de acordo com a Tabela 1.

Tabela 1 - Fabricante, composição e proporção pó/líquido dos materiais testados.

Materiais Fabricante (# Lote)	Composição	Partículas %peso %volume média (µm)	Proporção Pó/Líquido			
			0%	2%	5%	10%
Fuji II LC GC Corporation, Tokyo, Japan (0604191)	Pó: vidro fluoroaluminossilicato, pequenas quantidades de pigmentos	71				
	Líquido: copolímero de ácido maleico, água, HEMA, fotoiniciadores	51	3.0/1.0	2.5/1.0	2.3/1.0	2.0/1.0
		3				
Vitremer 3M ESPE, Seefeld, Germany (20061011)	Primer: copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e polialquenóico, HEMA, etanol e fotoiniciadores	76				
	Pó: vidro fluoroaluminossilicato, persulfato de potássio microencapsulado e ácido ascórbico, pequenas quantidades de pigmentos	---	2.5/1.0	2.2/1.0	1.9/1.0	1.6/1.0
	Líquido: solução aquosa de ácido policarboxílico modificado com grupos metacrilatos, copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e polialcenóico, água, HEMA, fotoiniciadores	1.8				
Biosilicato Vitrovita, São Carlos, Brasil	$P_2O_5-Na_2O-CaO-SiO_2$	2	-----			

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Resistência à compressão

O teste de resistência à compressão foi realizado com o objetivo de verificar a quantidade de vitrocerâmica bioativa que poderia ser incorporada aos CIVMRs sem alterar suas propriedades mecânicas.

4.2.1.1 Confeção dos corpos-de-prova

Todos os procedimentos para confecção dos corpos-de-prova foram realizados em um laboratório com temperatura ambiente controlada em $23\pm1^{\circ}\text{C}$, e humidade relativa de $50\pm5\%$ de acordo com a ISO 9917:1991.

O proporcionamento dos CIVMRs foi realizado em balança de Precisão Analítica (Mettler Toledo, AB204, Suíça), a fim de se alcançar uma padronização precisa das devidas proporções pó/líquido.

Os CIVMRs foram manipulados, em folha de papel impermeável, que acompanha os materiais, com auxílio de uma espátula de plástico.

Após a manipulação, os CIVMRs foram inseridos nas matrizes de aço inoxidável, desmontáveis (Figura 3A), com 4mm de diâmetro e 6mm de altura, previamente isoladas com vaselina sólida.

A inserção foi realizada com auxílio de uma seringa (Centrix Incorporated, Shelton, CT, USA), logo em seguida, uma tira de poliéster foi posicionada sobre material. Os CIVMRs foram fotopolimerizados por 40s nos dois lados da matriz (Astralis 10, Ivoclar/Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Uma lamínula de vidro foi colocada sobre o material e um peso de 250 gramas foi posicionado sobre esta com o objetivo de se evitar alterações dimensionais. Após 2 minutos do início da manipulação, o conjunto matriz/corpo-de-prova foi levado à estufa a $37 \pm 1^{\circ}\text{C}$ até que fossem completados 15 minutos do início da manipulação. Os corpos-de-prova foram então removidos das matrizes e os excessos eliminados com uma lâmina de bisturi (Figura 3B e C). Em seguida, os corpos-de-prova foram protegidos com vaselina e colocados em recipientes plásticos contendo 20 ml de água destilada (Figura 3D e E). Os recipientes de plástico com os corpos-de-prova permaneceram na estufa a 37°C por 24h.

Foram confeccionados 6 corpos-de-prova por grupo, perfazendo um total de 48 corpos-de-prova que foram distribuídos por grupos denominados de 1 a 8, conforme as duas variáveis estudadas: CIVMRs (Fuji II LC e Vitremer) e porcentagens de vitrocerâmica bioativa (0, 2, 5 e 10%).

4.2.1.2 Teste de resistência à compressão

O teste de resistência à compressão foi realizado seguindo-se a ISO 3824. Os testes foram realizados em uma Máquina de Ensaio (Emic, São Paulo, Brasil) a uma velocidade de deslocamento de 1,0 mm/min (Figura 3F).

A resistência à compressão (RC) [kgf/cm²] foi calculada a partir da carga obtida nos testes realizados na máquina de ensaios, conforme a seguinte equação:

$$RC = \frac{F}{\pi R^2}$$

onde:

$\pi = 3,14$ (constante)

F= Carga aplicada, em (Kgf)

r= Raio do corpo-de-prova [cm]

Pelo raio do cilindro, onde $\pi = 3,14$, temos que:

$$A = \pi R^2 \longrightarrow 3,14 \cdot (3)^2 = 28,26 \text{ mm}^2 \quad 0,2826 \text{ cm}^2$$

Exemplo: supondo que o valor obtido do teste de compressão para um corpo-de-prova foi de 500 Kgf, devemos ter:

$$RC = \frac{500}{0,2826}$$

$$RC = 1769,28 \text{ Kgf/cm}^2$$

Para se transformar em MPa multiplica-se o resultado obtido em Kgf/cm² por 0,09807.

Figura 3 - Sequência laboratorial para o teste de resistência à compressão. A: matriz de aço inoxidável; B: remoção do corpo-de-prova da matriz; C: remoção dos excessos; D: aplicação de vaselina; E: modo de armazenamento; F: corpo-de-prova sendo testado.

4.2.1.3 Análise estatística

A análise estatística foi realizada com o uso de um programa específico (SPSS 14, Chicago, IL, USA). Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística por meio da Análise de Variância (ANOVA) a um critério e para comparações múltiplas foi aplicado o teste de Tukey. O nível de significância adotado foi de 5% ($p < 0,05$).

4.2.2 Análise da rugosidade em MFA

Mediante os resultados de resistência à compressão, foi utilizada a incorporação de apenas 2% de vitrocerâmica bioativa nos CIVMRs.

4.2.2.1 Confeção dos corpos-de-prova

Seis discos de cada material (Fuji II LC e Vitremer, com e sem vitrocerâmica bioativa), medindo 0.5 cm (diâmetro) x 0.5 cm (espessura) foram confeccionados em uma matriz de plástico (Figura 4A). Os discos foram polidos metalograficamente com uma seqüência de lixas de carbeto de silício até granulação #4000 (Figura 4B). Após o polimento, os espécimes foram lavados em água e colocados em uma cuba ultrasônica durante 30 minutos. Em seguida, os espécimes foram armazenados em estufa a 37°C secos ou em 100% de umidade por 30 dias.

4.2.2.2 Análise dos corpos-de-prova

A morfologia da superfície dos cimentos foi determinada mediante o uso de um Microscópio de Força Atômica (Nanoscope IIIa, Digital Instruments, Santa Barbara, CA, EUA) através do modo *tapping* (contato intermitente), que mantém o cantilever vibrante em constante amplitude e constante deflexão. O MFA utiliza uma agulha de Si₃N que é montada em um cantilever. A agulha no cantilever é modulada mediante excitação mecânica e um feixe de laser é refletido atrás do cantilever,

sobre um espelho. O laser oscila verticalmente, e como resultado da vibração do cantilever, o sinal do diodo emissor do laser é decodificado e filtrado. O espécime é montado em um tubo piezoelétrico que movimenta tridimensionalmente a amostra com acurácia nanométrica (Figura 4C).

Três campos de 20 x 20 μm foram selecionados em cada espécime para a tomada da imagem da superfície e quatro medidas de rugosidade foram registradas de cada imagem.

Figura 4 - Sequência laboratorial para a análise em MFA. A: matriz para confecção dos espécimes; B: polimento dos espécimes; C: análise da morfologia superficial em MFA.

4.2.2.3 Análise estatística

A análise estatística foi realizada com o uso de um programa específico (SPSS 14, Chicago, IL, USA). As medidas de rugosidade (Ra) foram submetidas à análise estatística por meio da Análise de Variância (ANOVA) a dois critérios e para comparações múltiplas foi aplicado o teste de Student t. O nível de significância adotado foi de 5% ($p < 0,05$).

4.2.3 Testes de resistência adesiva

4.2.3.1 Aprovação pelo Comitê de Ética

O protocolo de pesquisa foi aprovado pelo Comitê de Ética em pesquisa (CEP) da Faculdade de Odontologia de Bauru-USP, sob o processo nº 160/2007. Os dentes apresentavam as coroas íntegras sem lesões de cárie, defeitos de esmalte, trincas e/ou rachaduras que pudessem interferir na adesão.

4.2.3.2 Teste de resistência adesiva: vitrocerâmica bioativa + EDTA

4.2.3.2.1 Preparo cavitário

Sessenta e quatro molares humanos hígidos, armazenados em soro fisiológico contendo timol a 0,1%, foram utilizados dentro de 6 meses após a extração. Após seccionamento das raízes, as coroas dentárias tiveram suas porções radiculares seladas com resina composta (Figura 5A) e foram fixadas paralelamente ao seu longo eixo em cilindros de resina acrílica autopolimerizável com o auxílio de cera pegajosa, de forma que suas coroas permanecessem expostas para permitir o preparo dos espécimes. Cavidades Classe-I foram preparadas na superfície oclusal, com o uso de alta rotação e ponta diamantada cilíndrica (2094 KG Sorensen, São Paulo, SP, Brazil) as quais foram substituídas a cada 5 dentes preparados. As dimensões das cavidades

foram 7 mm x 6 mm x 2 mm de profundidade (Figuras 5B, C, D). Os espécimes foram divididos aleatoriamente em 16 grupos de acordo com o pré-tratamento dentinário (seguindo as instruções dos fabricantes ou utilizando EDTA), CIVMR (Fuji II LC e Vitremer controles; Fuji II LC e Vitremer com 2% em peso de vitrocerâmica bioativa) e períodos de armazenamento (24h e 7d), sendo 3 molares por grupo.

4.2.3.2.2 Procedimentos restauradores

Os espécimes foram submetidos aos procedimentos restauradores. Metade dos espécimes foi tratada de acordo com as instruções dos fabricantes. Para os espécimes que foram restaurados com Fuji II LC, foi aplicada solução de ácido poliacrílico a 10% na superfície dentinária (Dentin Conditioner, GC Corporation, Tóquio, Japão), com o uso de bolinha de algodão agitando-se por 20s (Figura 5E). Posteriormente, a superfície foi lavada, o excesso de água foi removido com jato de ar e a superfície foi seca com bolinha de algodão (Figuras 5F e G). Para os espécimes restaurados com Vitremer, o *primer* foi aplicado por 30s e polimerizado por 20s (Bluephase, Ivoclar/Vivadent, Schaan, Liechtenstein), Figura 5H. Na outra metade dos espécimes, a dentina foi tratada com 0,1 M EDTA (pH 7,4) por 60s e lavada por 10s antes da inserção do cimento Fuji II LC ou aplicação do *primer* para os espécimes restaurados com Vitremer.

Após a manipulação, os materiais foram inseridos nas cavidades com o uso de uma seringa (Centrix Incorporated, Shelton, CT, USA) em um único incremento. As restaurações foram polimerizadas por 40s com o mesmo aparelho citado anteriormente (Figura 5I). Com o objetivo de prevenir sinérese e embebição, um adesivo fluído (finishing gloss, Vitremer system, 3M ESPE) foi aplicado e polimerizado por 20s (Figura 5J). Os espécimes foram armazenados em 6ml de água deionizada a $37\pm 1^{\circ}\text{C}$ por 24 horas e 7 dias.

4.2.3.2.3 Resistência à microtração

Após os respectivos períodos, os espécimes foram seccionados ocluso-gingivalmente em cortes paralelos e seriados no sentido vestibulo-lingual com disco

diamantado refrigerado com água (Isomet 4000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) (Figura 5K), produzindo quatro fatias de 1 mm de espessura. As fatias foram então seccionadas no sentido mésio-distal de forma a se obter 16 espécimes em forma de palito com aproximadamente 1 mm² de área seccional (Figura 5L).

Cada palito foi fixado a um dispositivo tipo Bencor Multi-T modificado (Danville Engineering Co., Danville, CA, USA) com adesivo de cianoacrilato (Zapit, Dental Venture of America Inc., Corona, CA, USA), paralelamente ao seu longo eixo. A distância entre as hastes do dispositivo foi padronizada em 1,0 mm. Os espécimes foram tracionados até a fratura em uma máquina de ensaio Universal (Instron 4411, Instron Corporation, Canton, MA, USA), provida de uma célula de carga de 50 N, a uma velocidade de 0,5 mm/min. A máquina de ensaio estava conectada a um computador, e o programa gerou as medidas de resistência de união em Newton, que foram posteriormente convertidas para MPa. Os espécimes fraturados foram removidos do dispositivo de teste, e a área da secção transversal foi medida próxima à interface com paquímetro digital (Sylvae Ultra-Call, Fowler Co., Inc., Newton, USA).

4.2.3.2.4 Análise estatística

A análise estatística foi realizada com o uso de um programa específico (SPSS 14, Chicago, IL, USA). Os valores de adesão foram expressos em MPa e analisados pelo teste ANOVA a múltiplos critérios e Student–Newman–Keuls ($p < 0,05$).

4.2.3.2.5 Análise do modo de fratura

Os espécimes fraturados foram visualizados em um microscópio óptico (Olympus SZ-CTV, Olympus, Tóquio, Japão) com um aumento de 40X para se determinar o modo de fratura. Os espécimes fraturados foram classificados em uma das três categorias: adesiva, mista ou coesiva (dentro do cimento).

4.2.3.2.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Alguns espécimes (10% do total) representativos de cada grupo foram preparados para serem analisados em MEV, como segue: desidratados em concentrações crescentes de etanol por cinco minutos em cada concentração (30, 50, 70, 90, 96). O último banho foi em álcool absoluto por 10 minutos, repetido duas vezes. Logo os espécimes foram imersos em Hexametildisilazano (HMDS) por trinta minutos e deixados secar em capela de fluxo laminar equipada com exaustor. Os espécimes preparados foram, então, montados em *stubs* e metalizados com ouro e analisados em MEV (1430 VP, LEO Electron Microscopy Ltd., Cambridge, UK) quanto à morfologia da superfície fraturada.

4.2.3.3 Teste de resistência adesiva: degradação

Mediante os resultados adesivos com a utilização de EDTA como pré-tratamento dentinário, teve-se como objetivo de investigar a resistência à degradação da interface adesiva dentina/CIVMRs frente a este pré-tratamento.

4.2.3.3.1 Preparo cavitário

Trinta e seis molares humanos hígidos, armazenados em soro fisiológico contendo timol a 0,1%, foram utilizados em até 6 meses após a extração. Cavidades Classe-I foram preparadas conforme citado no item 4.2.3.2.1. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em 12 grupos de acordo com o pré-tratamento dentinário (seguindo as instruções dos fabricantes ou utilizando EDTA), os dois CIVMRs (Fuji II LC e Vitremer) e períodos de armazenamento (24h, imersão em NaOCl por 5h e 3 meses), sendo 3 molares por grupo.

4.2.3.3.2 Procedimentos restauradores

Em seguida, os espécimes foram submetidos aos procedimentos restauradores. Metade dos espécimes foi tratada de acordo com as instruções dos fabricantes e outra metade foi tratada com EDTA, conforme o item 4.2.3.2.2. Após 24 horas de imersão em água a 37°C, os grupos controles foram submetidos ao teste de microtração e os espécimes separados para serem submetidos aos métodos de degradação tiveram suas restaurações polidas com disco de granulação 600 de forma a expor a margem da restauração (CIVMR/dentina). Com intuito de avaliar o efeito de diferentes métodos sobre a degradação da interface, dois tipos de armazenamento *in vitro* foram realizados.

Um dos métodos foi o armazenamento em água destilada a 37°C por 3 meses, com 0.02% azida de sódio (Sigma–Aldrich, S.A., Madrid, Spain) para se evitar crescimento microbiológico. O outro método foi a degradação por imersão em 10% de NaOCl por 5 horas seguido de lavagem com água por 1h.

4.2.3.3.3 Resistência à microtração

Foi realizada de acordo com o item 4.2.3.2.3.

4.2.3.3.4 Análise estatística

Foi realizada de acordo com o item 4.2.3.2.4.

4.2.3.3.5 Análise do modo de fratura

Foi realizada de acordo com o item 4.2.3.2.5.

4.2.3.3.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Foi realizada de acordo com o item 4.2.3.2.6.

Figura 5 - Sequência laboratorial para preparo do espécime para o teste de microtração: A: delimitação do preparo cavitário; B: abertura da câmara pulpar pronta para ser restaurada com resina composta; C: medição das dimensões da cavidade; D: medição da profundidade da cavidade; E: limpeza da cavidade com ácido poliacrílico para os espécimes restaurados com Fuji II LC; F: lavagem da cavidade com jato de água destilada; G: remoção do excesso de água com bolinha de algodão; H: aplicação de *primer* para os espécimes restaurados com Vitremer; I: Fotopolimerização dos CIVMRs; J: aplicação de proteção superficial; K: espécime sendo fatiado; L: palitos prontos para serem testados.

5 Resultados

5 RESULTADOS

5.1 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Os dois tipos de cimento ($F=99,614$; $p<0,0001$) e a adição de vitrocerâmica bioativa ($F=521,148$; $p<0,0001$) afetaram significativamente os resultados de resistência à compressão. A interação entre esses dois fatores também influenciaram nos dados obtidos ($F=8,173$ $p<0,0001$). As médias e desvios-padrões dos valores de resistência à compressão obtidas para os diferentes grupos estão presentes na Tabela 2.

Tabela 2 - Médias e desvios-padrões dos valores de resistência à compressão (MPa).

	Fuji II LC	Vitremer
Controle	182,5 (16,3) ^A	142,1 (14,1) ^A
2%	151,0 (5,5) ^A	122,4 (9,6) ^A
5%	120,0 (7,7) ^B	87,0 (5,3) ^B
10%	21,5 (3,2) ^C	16,7 (7,2) ^C

Letras diferentes representam diferenças estatisticamente significantes entre linhas. Não houve diferença estatisticamente significativa entre colunas.

Apenas os cimentos experimentais nos quais foram adicionados 2% de vitrocerâmica bioativa não obtiveram resistência mecânica estatisticamente inferior ao grupo controle ($p>0,05$). Não houve diferença estatisticamente significativa entre os dois CIVMRs para todos os grupos estudados ($p>0,05$).

5.2 ANÁLISE DA RUGOSIDADE EM MFA

A análise em MFA permitiu uma observação complementar ilustrando aspectos tridimensionais das superfícies dos CIVMRs tanto dos grupos controle, como após a adição de 2% de vitrocerâmica bioativa. Os efeitos do armazenamento a seco e em umidade também foram analisados. A Tabela 3 apresenta os resultados obtidos para os diferentes grupos analisados.

Tabela 3 - Médias e desvios-padrões dos valores de rugosidade (R_a nm).

	Com 2% de Biosilicato		Sem Biosilicato	
	SECO	ÚMIDO	SECO	ÚMIDO
FUJI II LC	295,65 (19,61) A1	271,20 (37,64) A1	616,91 (119,43) B2	359,05 (37,79) C2
VITREMER	226,80 (42,14) a1	273,50 (15,12) a1	112,23 (27,41) b1	172,38 (7,35) c1

Letras iguais em linhas e números em colunas indicam grupos que são semelhantes estatisticamente ($p > 0.05$).

O CIVMR Fuji II LC apresentou-se mais rugoso que o Vitremer para os cimentos do grupo controle. Quando o Fuji II LC foi armazenado a seco, sua rugosidade aumentou. A condição de armazenamento, seco ou úmido, não afetou os resultados de rugosidade quando a vitrocerâmica bioativa foi adicionada aos CIVMRs.

As imagens em MFA representativas dos respectivos grupos estão apresentadas a seguir (Figuras 6 a 13).

Figure 6 - Fuji II LC armazenado em meio seco. **Figure 7** - Fuji II LC armazenado em meio úmido.

Figure 8 - Vitremer armazenado em meio seco.

Figure 9 - Vitremer armazenado em meio úmido.

Figure 10 - Fuji II LC com Biosilicato armazenado em meio seco.

Figure 11 - Fuji II LC com Biosilicato armazenado em meio úmido.

Figure 12 - Vitremer com Biosilicato armazenado em meio seco.

Figure 13 - Vitremer com Biosilicato armazenado em meio úmido.

5.3 TESTES DE RESISTÊNCIA ADESIVA

5.3.1 Resistência adesiva: vitrocerâmica bioativa + EDTA

Os pré-tratamentos dentinários ($F=172,4$; $p<0,0001$), os dois tipos de CIVMRs ($F=6,5$; $p=0,011$), a incorporação de vitrocerâmica bioativa ($F=4,8$; $p<0,0001$) e os tempos de armazenamento ($F=9,3$; $p=0,002$) afetaram significativamente os resultados de microtração. A interação entre os quatro fatores influenciaram significativamente os resultados de resistência adesiva ($p<0,0001$). As medias e desvios-padrões dos valores de resistência adesiva estão presentes na Tabela 4.

A incorporação de vitrocerâmica bioativa somente aumentou significativamente a adesão à dentina dos CIVMRs quando os espécimes foram armazenados por 24h, exceto para o Fuji II LC quando EDTA foi utilizado como pré-tratamento dentinário.

A aplicação de EDTA como pré-tratamento dentinário aumentou significativamente os valores de resistência adesiva quando comparados às instruções dos fabricantes.

Não houve diferença estatisticamente significante entre os materiais avaliados, exceto quando EDTA foi aplicado nos espécimes restaurados com os CIVMRs controles.

Para os CIVMRs controles, apenas não ocorreu diferença estatística entre 24h e 7d o cimento Fuji II LC quando a dentina foi pré-tratada com EDTA. Para os cimentos experimentais, houve diferença estatística entre os dois períodos para Fuji II LC quando seguidas as instruções dos fabricantes.

Tabela 4 - Médias de resistência adesiva (MPa), respectivos desvios-padrões, proporção de falhas prematuras em relação ao número total de palitos testados para cada grupo (n=39-42).

	Fuji II LC				Vitremer			
	Polyacrylic acid		EDTA		Primer		EDTA+Primer	
	24h	7d	24h	7d	24h	7d	24h	7d
Sem Biosilicato	6,7±1,8 ^A 9/39	9,2±2,8 ^B 8/40	10,7±2,8 ^C 7/41	11,1±3,0 ^C 6/42	7,9±2,7 ^A 8/40	9,3±2,0 ^B 7/41	9,5±2,2 ^B 9/39	12,5±3,4 ^D 3/42
Com 2% de Biosilicato	8,3±2,1 ^{a*} 7/41	9,7±2,7 ^b 6/42	10,9±1,5 ^c 7/41	11,4±2,0 ^c 4/42	9,3±2,8 ^{ab*} 9/39	9,5±2,1 ^{ab} 5/42	11,3±2,2 ^{c*} 5/42	12,0±3,1 ^c 2/42

Linhas: valores com letras iguais não são significativamente diferentes ($p>0,05$).

Colunas: asteriscos indicam diferença estatisticamente significativa entre os grupos ($p<0,05$).

As porcentagens dos modos de falha de acordo com o tipo de CIVMRs, pré-tratamento dentinário e tempos de armazenamento estão apresentados na Tabela 5. Para todos os grupos as falhas do tipo mistas foram frequentemente identificadas. Falhas puramente coesivas no material foram associadas aos grupos de maior resistência adesiva.

Tabela 5 - Porcentagem (%) da distribuição dos tipos de falha dos espécimes para cada grupo.

Tratamento dentinário	Material	Modos de falhas (%)					
		24h			7d		
		A	M	C	A	M	C
10%	Fuji II LC	-	92,3	7,7	-	82,5	17,5
Ácido poliacrílico	Fuji II LC com 2% de Biosilicato	7,3	80,5	12,2	9,5	76,2	14,3
	Vitremer	-	92,5	7,5	2,4	85,4	12,2
Primer	Vitremer com 2% de Biosilicato	-	89,7	10,3	4,7	81,0	14,3
	Fuji II LC	-	80,5	19,5	-	81,0	19,0
EDTA	Fuji II LC com 2% de Biosilicato	9,8	75,6	14,6	2,4	76,2	21,4
	Vitremer	-	79,5	20,5	-	71,4	28,6
EDTA+Primer	Vitremer com 2% de Biosilicato	7,1	76,2	16,7	4,8	69,0	26,2

A: Adesiva; M: Mista; C: Coesiva.

5.3.2 Resistência adesiva: degradação

Os pré-tratamentos dentinários ($F=244,9$; $p<0,0001$) e os métodos de degradação ($F=39,8$; $p<0,0001$) afetaram significativamente os resultados de microtração; entretanto, o mesmo não ocorreu com a variável tipo de CIVMRs

($F=0,5$; $p=0,493$). A interação entre os três fatores influenciaram significativamente os resultados de resistência adesiva ($p<0,0001$). As médias e desvios-padrões dos valores de resistência adesiva estão presentes na Tabela 6.

Tabela 6 - Médias de resistência adesiva (MPa), respectivos desvios-padrões, proporção de falhas prematuras em relação ao número total de palitos testados para cada grupo ($n=39-42$).

	Fuji II LC			Vitremer		
	24h	NaOCl	3 months	24h	NaOCl	3 months
Fabricante	6,7 (1,8) ^{AB} 9/39	5,9 (1,2) ^{BC} 9/39	5,2 (2,2) ^{BC} 6/42	7,9 (2,7) ^A 8/40	4,9 (2,0) ^{BC} 9/39	4,6 (1,7) ^C 8/40
EDTA	10,7 (2,8) ^{A*} 7/41	9,8 (2,5) ^{A*} 6/42	9,2 (2,1) ^{A*} 9/39	9,5 (2,2) ^{A*} 9/39	9,7 (2,4) ^{A*} 5/42	8,5 (2,7) ^{A*} 4/41

Linhas: valores com letras iguais não são significativamente diferentes ($p>0,05$).

Colunas: asteriscos indicam diferença estatisticamente significativa entre os grupos ($p<0,05$).

Valores de resistência adesivas significativamente maiores foram obtidos nos grupos onde a dentina foi pré-tratada com EDTA. Quando as instruções dos fabricantes foram seguidas, o Vitremer apresentou resistência adesiva similar ao Fuji II LC após 24h. A resistência adesiva do Fuji II LC à dentina não foi afetada pelos métodos de degradação utilizados. Valores de resistência adesiva significativamente menores foram observados para os espécimes restaurados com Vitremer após os dois métodos de degradação, exceto quando a dentina foi pré-tratada com EDTA.

As porcentagens dos modos de falha de acordo com o tipo de CIVMRs, pré-tratamento dentinário e métodos de degradação estão apresentados na Tabela 7. Para todos os grupos as falhas do tipo mistas foram frequentemente identificadas. As falhas do tipo coesivas foram observadas nos grupos em que a dentina foi pré-tratada com EDTA, sendo estas associadas a altos valores de resistência adesiva.

Tabela 7 - Porcentagem (%) da distribuição dos tipos de falha dos espécimes para cada grupo.

	Fuji II LC									Vitremer								
	24h			NaOCl			3 months			24h			NaOCl			3 months		
	A	M	C	A	M	C	A	M	C	A	M	C	A	M	C	A	M	C
Fabricante	-	92,3	7,7	-	92,3	7,7	4,8	92,8	2,4	-	92,5	7,5	12,8	77,0	10,2	7,5	82,5	10,0
EDTA	-	80,5	19,5	2,4	88,1	9,5	-	87,2	12,8	-	79,5	20,5	-	69,0	31,0	-	65,9	34,1

A: Adesiva; M: Mista; C: Coesiva.

5.4 MICROSCOPIAS ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As figuras de números 14 a 59 apresentam espécimes fraturados representativos de cada grupo experimental analisados em MEV.

Figura 14 - Fuji II LC: ácido poliacrílico, 24h. Espécime apresentando falha mista. Falha coesiva dentro do CIVMR pode ser observada na porção inferior direita.

Figura 15 - Fuji II LC: ácido poliacrílico, 24h. Espécime apresentando falha mista.

Figura 16 - Vitremer, primer, 24h. Espécime apresentando falha mista.

Figura 17 - Vitremer, primer, 24h. Mesmo espécime da figura 16 em maior aumento. Pode-se observar que a dentina está coberta por *smear layer* e que apresenta ranhuras da ponta usada no preparo cavitário. Resíduos do CIVMR são visíveis sobre a dentina.

Figura 18 - Fuji II LC: ácido poliacrílico, 7d.
Espécime apresentando falha mista.

Figura 19 - Fuji II LC: ácido poliacrílico, 7d.
Mesmo espécime da figura 18 em maior aumento, no qual se pode observar que os túbulos dentinários permanecem fechados e grandes áreas de CIVMR recobrem a dentina.

Figura 20 - Vitremer: primer, 7d.
Espécime apresentando falha mista. Pouca quantidade de CIVRM remanescente sobre a dentina. Ranhuras provenientes da ponta diamantada podem ser observadas.

Figura 21 - Vitremer: primer, 7d.
Espécime apresentando falha mista. Pouca quantidade de CIVRM remanescente sobre a dentina. Ranhuras provenientes da ponta diamantada podem ser observadas.

Figura 22 - Fuji II LC, EDTA, 24h.
Espécime apresentando falha mista.

Figura 23 - Fuji II LC, EDTA, 24h.
Mesmo espécime da figura 22 em maior aumento, no qual podem ser observadas áreas de dentina cobertas pelo CIVMR. O pré-tratamento com EDTA eliminou a *smear layer* e abriu os túbulos dentinários.

Figura 24 - Vitremer: EDTA, *primer*, 24h.
Espécime apresentando falha mista.

Figura 25 - Vitremer: EDTA, *primer*, 24h.
Mesmo espécime da figura 24 em maior aumento, no qual se podem observar grandes áreas de dentina cobertas pelo CIVMR. Formações circulares semelhantes a gotículas de água estão presentes no *primer*.

Figura 26 - Vitremer: EDTA, *primer*, 24h.
Mesmo espécime das figuras 24 e 25 com maior aumento em área de dentina. O pré-tratamento com EDTA eliminou a *smear layer* e abriu os túbulos dentinários. A dentina peritubular permaneceu intacta.

Figura 27: - Fuji II LC: EDTA, 7d.
Espécime apresentando falha mista.

Figura 28 - Fuji II LC: EDTA, 7d.
Mesmo espécime da figura 27 com maior aumento. Na porção de dentina pode-se observar ausência de *smear layer* e abertura dos túbulos dentinários.

Figura 29 - Vitremer: EDTA, 7d.
Espécime apresentando falha mista.

Figura 30 - Fuji II LC + Biosilicato: ácido poliacrílico, 24h.
Espécime apresentando falha mista. Aglomerados de partículas de Biosilicato podem ser observados.

Figura 31 - Fuji II LC + Biosilicato: ácido poliacrílico, 24h.
Mesmo espécime da figura 30 com maior aumento, no qual se pode observar presença de *smear layer* e possível deposição de hidroxiapatita.

Figura 32 - Vitremer + Biosilicato: *primer*, 24h.
Espécime apresentando falha mista.

Figura 33 - Vitremer + Biosilicato: *primer*, 24h.
Mesmo espécime da figura 32 com maior aumento, no qual se pode observar presença de *smear layer* e possível deposição de hidroxiapatita.

Figura 34 - Fuji II LC + Biosilicato: ácido poliacrílico, 7d.

Espécime apresentando falha mista

Figura 35 - Fuji II LC + Biosilicato: ácido poliacrílico, 7d.

Mesmo espécime da figura 34 com maior aumento. Remanescentes de CIVMR são observados sobre a dentina.

Figura 36 - Fuji II LC + Biosilicato: ácido poliacrílico, 7d.

Mesmo espécime das figuras 34 e 35 com maior aumento, no qual se pode observar a presença de *smear plugs* na entrada dos túbulos dentinários.

Figura 37 - Vitremer + Biosilicato: primer, 7d.

Espécime apresentando falha mista.

Figura 38 - Vitremer + Biosilicato: primer, 7d.

Mesmo espécime da figura 37 com maior aumento. Há presença de *smear layer* e CIVMR sobre a dentina.

Figura 39 - Fuji II LC + Biosilicato: EDTA, 24h.
Espécime apresentando falha mista.
Aglomerados de partículas de Biosilicato
podem ser observados.

Figura 40 - Vitremer + Biosilicato: EDTA, 24h.
Espécime apresentando falha mista.

Figura 41 - Vitremer + Biosilicato: EDTA, 24h.
Mesmo espécime da figura 40 em maior aumento,
no qual se pode notar ausência de *smear layer* e
abertura dos túbulos dentinários. Pode-se
observar possível deposição de hidroxiapatita.

Figura 42 - Fuji II LC + Biosilicato: EDTA, 7d.
Espécime apresentando falha mista.

Figura 43 - Fuji II LC + Biosilicato: EDTA, 7d.
Mesmo espécime da figura 42 em maior
aumento apresentando aglomerado de
partículas de Biosilicato.

Figura 44 - Fuji II LC + Biosilicato: EDTA, 7d.
Mesmo espécime das figuras 42 e 43 em maior aumento, evidenciando-se abertura dos túbulos dentinários pela ação do EDTA.

Figura 45 - Vitremer + Biosilicato: EDTA, 7d.
Espécime apresentando falha mista. Podem-se notar ranhuras na dentina provenientes do preparo cavitário.

Figura 46 - Vitremer + Biosilicato: EDTA, 7d.
Mesmo espécime da figura 45 em maior aumento, no qual se pode observar abertura dos túbulos dentinários.

Figura 47 - Fuji II LC: ácido poliacrílico, NaOCl.
Espécime apresentando falha mista com grande porção de falha coesiva no CIVMR.

Figura 48 - Fuji II LC: ácido poliacrílico, NaOCl.
Mesmo espécime da figura 47 em maior aumento na porção de dentina, a qual se apresenta recoberta por *smear layer* e *smear plugs*.

Figura 49 - Vitremer: primer, NaOCl.

Espécime apresentando falha puramente adesiva.

Figura 50 - Vitremer: primer, NaOCl.

Mesmo espécime da figura 49 em maior aumento. A dentina está recoberta por *smear layer* e *smear plugs*.

Figura 51 - Vitremer: primer, 3 meses.

Espécime apresentando falha mista. Podem-se observar formações circulares presentes no *primer*.

Figura 52 - Vitremer: primer, 3 meses.

Mesmo espécime da figura 51 em maior aumento, no qual se pode observar que a dentina está recoberta por *smear layer*, entretanto os *smear plugs* se mantiveram na abertura dos túbulos dentinários. Na parte direita podem-se observar remanescentes do CIVMR.

Figura 53 - Fuji II LC: EDTA, NaOCl.

Espécime apresentando falha mista. A dentina apresenta ranhuras provenientes da ponta diamantada. Remanescentes do CIVMR também são observados sobre a dentina.

Figura 54 - Vitremer: EDTA, primer, NaOCl.

Espécime apresentando falha coesiva total no CIVMR.

Figura 55 - Fuji II LC: EDTA, 3 meses.
Espécime apresentando falha mista.

Figura 56 - Fuji II LC: EDTA, 3 meses.

Mesmo espécime da figura 55 em maior aumento, no qual se podem observar áreas de dentina cobertas pelo CIVMR e túbulos dentinários abertos.

Figura 57 - Vitremer: EDTA, *primer*, 3 meses.
Espécime apresentando falha mista. A parte inferior direita apresenta uma porção de falha coesiva de CIVMR.

Figura 58 - Vitremer: EDTA, *primer*, 3 meses.

Mesmo espécime da figura 57 em maior aumento, no qual se podem observar pequenas áreas de dentina cobertas pelo CIVMR.

Figura 59 - Vitremer: EDTA, *primer*, 3 meses.

Mesmo espécime das figuras 57 e 58 com maior aumento. O pré-tratamento com EDTA eliminou a *smear layer* e abriu os túbulos dentinários. A dentina intertubular permaneceu intacta, sem sinais de degradação.

6 Discussão

6 DISCUSSÃO

Com o objetivo de facilitar a interpretação dos resultados obtidos neste trabalho, serão discutidos inicialmente os aspectos referentes à resistência à compressão e rugosidade dos materiais estudados. Posteriormente, será realizada a interpretação das mensurações obtidas nas análises das resistências adesivas concomitantemente com suas MEVs.

6.1 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

O teste mecânico de resistência à compressão foi eleito para este estudo, pois se necessitava avaliar o comportamento dos CIVMRs após a incorporação de partículas de vitrocerâmicas bioativas frente às forças semelhantes às mastigatórias (WANG et al., 2003).

A hipótese nula estabelecida para este estudo foi parcialmente rejeitada desde que somente 2% de incorporação de partículas de vitrocerâmicas bioativas nos CIVMRs não alteraram a resistência à compressão se comparados com os CIVMRs comerciais.

Comparando-se os cimentos comerciais Vitremer e Fuji II LC, não houve diferença estatística entre eles. O mesmo foi observado em outros estudos nos quais os valores das médias de resistência à compressão variaram de 140 a 229 MPa e 166 a 208 MPa para os CIVMRs Vitremer e Fuji II LC, respectivamente; após 24h de armazenamento em água (KERBY RE, KNOBLOCH L, THAKUR, 1997; MITRA, KEDROWSKI, 1994 XU, BURGESS, 2003). Corroborando com os resultados do presente estudo, nos quais o cimento Vitremer apresentou média de 142 MPa e o Fuji II LC 182 MPa para os grupos controle.

Provavelmente alguns fatores possam ter causado a diminuição da resistência mecânica quando 5% e 10 de partículas de vitrocerâmicas bioativas foram adicionadas nos CIVMRs.

Primeiramente, a alteração da proporção pó/líquido para que pudesse ser realizada a aglutinação do pó experimental ao líquido possa ter diminuído os valores de resistência mecânica. Tem-se observado que quanto menor a proporção

pó/líquido menor a resistência à compressão e maior o tempo de trabalho (XIE et al., 2007).

Em segundo lugar, as partículas de vitrocerâmicas bioativas podem aderir de maneira fraca à matriz dos CIVMRs ou até mesmo não estarem aderidas à matriz (YLI-URPO et al., 2005). Além disso, uma quantidade significativa de cátions alumínio é reduzida pela basicidade dos materiais bioativos. O cálcio liberado por esses materiais reage mais com os grupos carboxilatos do ácido poliacrílico. A reação preferencial com os íons cálcio resulta em uma diminuição do *crosslinking* entre o carboxilato e o alumínio, ou seja, ocorre um maior número de ligações duplas com diminuição de ligações triplas (ANA et al., 2003).

Nos estudos em que a resistência mecânica foi testada após a adição de partículas de vidros bioativos nos CIVMRs, a porcentagem em peso dessas partículas variou entre 10 a 50% (ANA et al., 2003; CHOI, LEE, KIM, 2008; XIE et al., 2008; YLI-URPO et al., 2005). Para duas formulações de vidros bioativos a resistência à compressão foi estatisticamente diminuída nos CIVMRs experimentais se comparados aos comerciais (ANA et al., 2003; YLI-URPO et al., 2005). Entretanto, para outras duas formulações a resistência à compressão e a tração diametral dos cimentos experimentais não foram afetadas (CHOI, LEE, KIM, 2008; XIE et al., 2008). Isto leva a pressupor que o tipo de formulação dos materiais bioativos pode influenciar nas propriedades mecânicas dos CIVMRs experimentais.

6.2 ANÁLISE DA RUGOSIDADE EM MFA

Desde que a rugosidade dos materiais odontológicos contribui para a retenção de corantes, acúmulo de placa bacteriana, inflamação dos tecidos periodontais e recidiva de cárie, a MFA foi utilizada neste estudo para avaliar se a adição de partículas bioativas poderia influenciar na rugosidade superficial dos CIVMRs (TATE, POWERS, 1996).

A hipótese nula estabelecida para este estudo foi rejeitada, pois houve diferença estatisticamente significativa na rugosidade dos CIVMRs após a incorporação de partículas de vitrocerâmica bioativa. O comportamento dos CIVMRs analisados foi diferente mediante tal incorporação, pois para o cimento Fuji II LC houve diminuição da rugosidade e para o Vitremer ocorreu um aumento.

Possivelmente isto se deve a diferença entre as composições dos CIVMRs avaliados, desde que o cimento Fuji II LC possui 32% de HEMA e o Vitremer 18% com adição também de metacrilatos (IKEDA et al., 1999).

Entretanto, ocorreu similaridade entre os valores de rugosidade dos CIVMRs experimentais independente do meio de armazenamento. Provavelmente, a incorporação das partículas de vitrocerâmicas bioativas foi responsável por uma maior homogeneização composicional dos CIVMRs e conseqüentemente rugosidades superficiais semelhantes (Figuras 5,6,7, e 8). Tal homogeneização composicional pode advir das ligações iônicas entre o cálcio proveniente das partículas bioativas e os grupos carboxílicos dos líquidos dos cimentos, alterando o produto da reação de presa final (ANA et al., 2003). Possivelmente, essas ligações iônicas possam ter diminuído a sensibilidade a presença ou ausência de água, característica inerente a esses materiais.

Os cimentos dos grupos controles do presente estudo apresentaram rugosidade entre 112 a 616 nm. Outro estudo cujo objetivo foi avaliar a rugosidade superficial por MFA dos mesmos cimentos, os resultados dos espécimes polidos foram semelhantes ao do presente estudo, apresentando-se no intervalo entre 116 a 405 nm imediatamente após polimento à seco e úmido (WILDER et al., 2000). Estudos que avaliaram a rugosidade por meio do rugosímetro têm mostrado valores de rugosidade entre 200 e 2820 nm para o Fuji II LC e 140 a 4020 nm para o Vitremer, no entanto, os espécimes foram submetidos a diferentes métodos de polimento e condições de armazenamento (CEHRELI, YAZICI, GARCÍA-GODOY, 2000, 2003; DAVIS, FRIEDL, POWERS, 1995; DE WITTE et al., 2003; GLADYS et al., 1997; LAM, SMALES, 1999a; St GERMAIN, MEIERS, 1996; TATE, POWERS, 1996; YIP, 1999b).

Diferenças entre as composições do Fuji II LC e Vitremer podem ter influenciado o comportamento distinto dos cimentos do grupo controle mediante aos meios de armazenamento. Provavelmente devido à maior quantidade de HEMA do Fuji II LC se comparado ao Vitremer, esse cimento seja mais sensível a presença ou não de água. Maior absorção de água tem sido observada para o Fuji II LC em relação ao Vitremer (KANCHANAVASITA,

ANSTICE, PEARSON, 1997; TOLEDANO et al., 2003), assim como, maior expansão térmica (MITRA, CONWAY, 1994).

Adicionalmente, o cimento Fuji II LC possui partículas maiores que o Vitremer (GLADYS et al., 1997). Como o polimento foi realizado da mesma maneira para todos os espécimes, o maior tamanho das partículas do cimento Fuji II LC pode ter ocasionado maior número de elevações, provenientes das partículas expostas, e grande quantidade de depressões advindas da perda de partículas e exposição da matriz provocando valores maiores de rugosidade se comparados aos do Vitremer (GLADYS et al., 1997) (Figuras, 6 e 7). Esta característica foi mais evidenciada para o cimento Fuji II LC quando os espécimes foram armazenados em meio seco (Figura 6). Maior rugosidade do Fuji II LC se comparado ao Vitremer tem também sido observado após 196d de armazenamento em água (DE WITTE et al., 2003).

6.3 RESISTÊNCIA ADESIVA: METODOLOGIA

Muitos estudos de resistência à microtração utilizam superfícies planas para testarem a eficácia da adesão entre materiais restauradores e a dentina de acordo com o protocolo padrão dos testes de microtração (MONTICELLI et al., 2007; OSORIO et al., 2005a). Entretanto, clinicamente, os materiais restauradores são inseridos em cavidades. Dois fatores devem ser levados em consideração quando os materiais são inseridos em cavidades ao invés de serem aplicados sobre superfícies planas: Tensões de contração de polimerização na interface material/dentina são geradas, sendo que essas interfaces pré-estressadas podem ser mais susceptíveis à degradação (DE MUNCK et al., 2006; SHIRAI et al., 2005) e o esmalte adjacente pode proteger tal interface contra degradação (DE MUNCK et al., 2003, 2006; TOLEDANO et al., 2007). Entretanto, esse segundo fator foi anulado no presente estudo de degradação, desde que as restaurações foram polidas para exposição da interface CIVMR/dentina.

6.4 RESISTÊNCIA ADESIVA: GRUPOS CONTROLES (CIVMRs SEGUINDO-SE AS INSTRUÇÕES DO FABRICANTE PARA O PRÉ-TRATAMENTO DENTINÁRIO)

Fuji II LC é um CIVMR em que o conteúdo de HEMA está meramente inserido no líquido (ácido polialcenólico), enquanto Vitremer, além de ser uma

simples mistura de HEMA com ácido polialcenóico é também modificado por ligações de grupos metacrilatos polimerizáveis (GLADYS et al., 1997). No presente estudo, para os grupos em que os espécimes foram pré-tratados de acordo com as instruções dos fabricantes, não houve diferença estatisticamente significativa entre os cimentos Fuji II LC e Vitremer para todas as condições de armazenamento estudadas quando comparadas separadamente (Tabelas 4 e 6). Resultados similares foram encontrados em outros estudos após 24h (SOUZA-GABRIEL et al., 2006; TAM, DEV, PILLIAR, 1995) e 7d de armazenamento (PEUTZFELDT, 1996; SIDHU, SHERRIFF, WATSON, 1999).

A similaridade dos resultados de resistência adesiva comparando-se os dois CIVMRs estudados ocorreu possivelmente devido a similaridade das propriedades físicas desses materiais, tais como: resistência à compressão (KERBY RE, KNOBLOCH L, THAKUR, 1997; MITRA, KEDROWSKI, 1994 XU, BURGESS, 2003), microdureza (PALMA-DIBB et al., 2003) e viscosidade (WILDER et al, 1996).

6.5 RESISTÊNCIA ADESIVA: VITROCERÂMICA BIOATIVA, EDTA, DEGRADAÇÃO

Os resultados provenientes do estudo relacionado à resistência adesiva de CIVMRs após a incorporação de partículas de vitrocerâmica bioativas requerem rejeição parcial da hipótese nula previamente estabelecida.

Os cimentos experimentais apresentaram aumento da resistência adesiva, se comparados aos cimentos dos grupos controles, somente após 24h de armazenamento quando as instruções dos fabricantes foram seguidas, e para o grupo onde o EDTA foi utilizado com o sistema primer/Vitremer (Tabela 4). Esse aumento provavelmente deve-se à deposição de uma camada de hidroxiapatita na interface adesiva, visto que em estudos *in vitro* e *in vivo* ocorreu a formação dessa camada quando os vidros bioativos foram expostos a um meio líquido (EFFLANDT et al., 2002; KOKUBO, 1990, 1991; OHTSUKI et al., 1992 SCHMIDLIN et al., 2007), Figuras 31, 33 e 45. O mesmo tem sido observado após a incorporação de vidros bioativos nos CIVMRs (CHOI, LEE, KIM, 2008; YLI-URPO et al., 2004, 2005, YLI-URPO, VALLITTU, NÄRHI, 2005). A presença da camada de hidroxiapatita pode proporcionar uma melhor adesão entre o material bioativo e a estrutura calcificada adjacente (PEREIRA; HENCH; 2004).

Um estudo recente demonstrou a possibilidade de remineralização dentinária com a utilização de partículas de vidro bioativo (SCHMIDLIN et al., 2007). Adicionalmente, tem se observado uma interface contínua entre os vidros bioativos e a dentina, com presença de hidroxiapatita e íons provenientes do vidro no interior da dentina, modificando sua superfície (EFFLANDT et al., 2002). A remineralização de dentina também tem sido observada após incorporação de partículas de vidros bioativos nos CIVMRs (XIE et al., 2008; YLI-URPO et al., 2004; YLI-URPO, NARHI, NARHI, 2005).

O tipo específico de vitrocerâmica bioativa utilizada neste estudo (Biosilicato[®]) proporcionou a formação de um tecido semelhante ao osso em células de cultura osteogênica (MOURA et al., 2007). Avaliando-se a adesão de sistemas adesivos à dentina, observou-se que a aplicação de partículas de Biosilicato[®] previamente a utilização de um *primer* auto-condicionante aumentou os valores de resistência à adesão (PIRES-DE-SOUZA et al., 2007).

Adicionalmente, o fato de essa vitrocerâmica ter P_2O_5 em sua composição pode ocasionar uma forte afinidade com o cálcio da dentina. Isto ocorre devido ao fato de que, como observado nos dentifrícios que contem fosfato orgânico, estes componentes possuem atração pelo cálcio formando compostos que acumulam na porção interna dos túbulos dentinários, permitindo a formação de apatita na interface adesiva (THOMAS, PULEO, AL-SABBAGH, 2005).

É importante enfatizar que o tamanho das partículas bioativas é um fator relevante para a aplicação clínica desses materiais. Os estudos em que vidros bioativos foram incorporados aos CIVMRs, mostraram que o tamanho das partículas estava entre 3 a 50 μ m (ANA et al., 2003; CHOI, LEE, KIM, 2008; MATSUYA, MATSUYA, OHTA., 1999; XIE et al., 2008; YLI-URPO et al., 2003, 2004, 2005, YLI-URPO, VALLITTU, NÄRHI, 2005). A vitrocerâmica utilizada neste estudo (Biosilicato[®]) possui partículas <10 μ m com tamanho médio de 2 μ m. Um alto grau de remineralização foi induzido por partículas nanométricas se comparado a partículas de tamanhos micrométricas (VOLLENWEIDER et al., 2007). Sendo assim, a obtenção de partículas nanométricas da vitrocerâmica utilizada no presente estudo poderia ocasionar maiores valores de resistência adesiva.

Comparando-se os valores de resistência adesiva após 7d de armazenamento em água com os de 24h, houve aumento significativo dos valores de resistência adesiva para todos os grupos quando as instruções dos fabricantes

foram seguidas como pré-tratamento dentinário. Isto se deve a continuidade da reação de presa tipo ácido-base dos CIVMRs, que leva ao aumento das ligações com o cálcio da dentina (SIDHU, WATSON, 1995; TYAS, 2003; YIU et al., 2004). Essa mesma reação de presa contínua provavelmente neutralizou o efeito do material bioativo, visto que não houve diferença estatística entre os CIVMRs controles e experimentais após 7d (Tabela 4).

A aplicação do EDTA também foi um fator que pode ter neutralizado a ação dos materiais bioativos na resistência adesiva, visto que o uso deste aumentou significativamente a adesão para todos os grupos quando comparados aos grupos nos quais as instruções dos fabricantes foram seguidas (Tabela 4).

Apesar da ação das partículas bioativas influenciarem a adesão de poucos grupos, vale ressaltar que a resistência adesiva é apenas uma propriedade avaliada, e que a principal função dos materiais bioativos é a deposição de hidroxiapatita sobre a dentina (KOKUBO, 1990, 1991, OHTSUKI et al., 1992, THOMAS, PULEO, AL-SABBAGH, 2005).

EDTA é um composto orgânico com ação quelante que contém 4 grupos ácido carboxílicos. Dois fatores podem estar associados ao aumento da adesão dos CIVMRs após o pré-tratamento dentinário com esse composto: a completa remoção da *smear layer* e *smear plugs* ocasionando aumento da retenção micromecânica (FRITZ, FINGER, UNO, 1996a) (Figuras 26, 28, 45, 48, 50 e 63) e a adesão iônica entre os grupos carboxílicos do ácido polialcenóico e os minerais presentes na fibrilas colágenas, desde que o EDTA tem a capacidade de mantê-las inalteradas (HABELITZ et al., 2002; OSORIO et al., 2005).

Os altos valores de resistência adesiva obtidos com a utilização prévia de EDTA impulsionaram a realização de um estudo que avaliasse a degradação da interface adesiva mediante este pré-tratamento.

Os resultados deste estudo levaram a rejeição da hipótese nula, pois o pré-tratamento com EDTA aumentou significativamente a adesão para todos os grupos quando comparados aos grupos nos quais as instruções dos fabricantes foram seguidas, tal como ocorreu no estudo anterior. (Tabelas 4 e 6). Pôde-se notar a remoção da *smear layer* e abertura dos túbulos dentinários nos espécimes fraturados e analisados em MEV com aumento de 5000x (Figuras 26, 63). Poucos estudos avaliaram a adesão dos CIVMRs à dentina após o pré-tratamento com soluções de EDTA. Nesses estudos também ocorreu o aumento da resistência

adesiva à dentina com a utilização do EDTA comparando-se com o uso de ácido poliacrílico. (NAKANUMA et al., 1998; PRATI et al., 1992).

Seguindo-se as instruções dos fabricantes, ambos os métodos de degradação afetaram a resistência adesiva somente para o cimento Vitremer (Tabela 6). Houve também aumento das falhas adesivas para esses grupos (Tabela 7; Figura 54). A utilização do *primer* para o cimento Vitremer provavelmente ocasionou a degradação somente deste sistema, já que o ácido poliacrílico utilizado para o cimento Fuji II LC possui um maior poder de desmineralização, e consequentemente maior retenção micromecânica (ABDALLA, 2000), sendo que o *primer* do Vitremer não é capaz de remover a *smear plugs* (ABDALLA, GARCÍA-GODOY, 1997). Nas análises em MEV em maior aumento pode-se notar a diferença no padrão de desmineralização entre os tratamentos dentinários realizados com *primer* (Figuras 17, 54 e 56) e com ácido poliacrílico (Figuras 19 e 36). Diferentes padrões de desmineralização também têm sido evidenciados em esmalte (GLASSPOOLE, ERICKSON, DAVIDSON, 2002).

Adicionalmente, a degradação hidrolítica do *primer* pode ter ocorrido. Vitremer *primer* é um líquido fotopolimerizável composto por alta concentração de HEMA (46%), álcool etílico (39%), ácido policarboxílico (15% - Vitrebond copolymer) e fotoiniciadores (GLASSPOOLE, ERICKSON, DAVIDSON, 2002; Pereira et al., 2000). Sabe-se que altas concentrações de monômeros hidrofílicos podem proporcionar polimerização incompleta e permeabilidade de água, causando diluição e degradação dos componentes resinosos, tal como ocorre com os adesivos auto-condicionantes (BRESCHI et al., 2008). Concentrações de HEMA acima de 10% podem também induzir a formação de gotículas de água formadas por osmose, reduzindo a co-polimerização devido a dois fatores: atração de água pelo HEMA e inibição de oxigênio (VAN LANDUYT et al., 2008) (Figura 25). Consequentemente espera-se que ocorra a degradação hidrolítica da interface adesiva entre o sistema *primer*/Vitremer e a dentina. FRITZ, FINGER, UNO (1996a) relataram uma diminuição, porém insignificante nos valores de resistência adesiva e aumento de número de falhas prematuras para os espécimes restaurados com Vitremer após 6 meses de imersão em água, o mesmo não ocorreu com os espécimes de Fuji II LC. A interface adesiva dentina/Vitremer também sofreu a ação da termociclagem, sendo que para o cimento Fuji II LC não houve alteração da resistência adesiva nesta condição (ABDALLA, GARCÍA-GODOY, 1997) Entretanto, quando o cimento

Fuji II LC foi inserido na dentina previamente tratada com ácido fosfórico e *primer* do sistema adesivo Scotchbond Multipurpose, houve um declínio dos valores de resistência à adesão comparando-se 1 e 24 semanas de armazenamento em saliva artificial (SETIEN, ARMSTRONG, WEFEL, 2005)

A não degradação dos espécimes de Fuji II LC nesta pesquisa pode ter ocorrido devido a não utilização do *primer*, havendo uma interação direta desse cimento com a dentina desmineralizada pelo ácido poliacrílico. Resultados superiores do cimento Fuji II LC em relação ao Vitremer também têm sido observados por outros autores em relação à capacidade de selamento (FRITZ, FINGER, UNO, 1996b; TOLEDANO et al, 1999) e formação da camada de absorção na interface com a dentina (SIDHU, SHERRIFF, WATSON, 1999). A formação dessa camada se deve ao fluxo de água proveniente da dentina condicionada em direção ao material (SIDHU, SHERRIFF, WATSON, 1999). A camada de absorção tem sido associada com maiores valores de adesão (SIDHU, SHERRIFF, WATSON, 1999). Entretanto, alguns autores especulam que a formação da camada de absorção, resultante da difusão de água através dos componentes resinosos, provoca absorção de água pelo material, que pode aumentar o fluído de água na interface adesiva acelerando o processo de degradação (DE MUNCK et al., 2004; SIDHU, WATSON, 1998).

Quando o EDTA foi aplicado antes da inserção do sistema *primer*/Vitremer as restaurações foram protegidas contra degradação. Pode-se especular que a acidez média do *primer* (pH: 3) poderia ativar as matrizes de metaloproteinases latentes (MMPs) sem desnaturar estas enzimas contribuindo para a degradação adesiva ao longo do tempo (TAY et al., 2006). Entretanto, o EDTA pode ser considerado um inibidor de MMPs (TAY et al., 2006). Tem-se demonstrado que extratos ácidos aumentam de 3 a 8 vezes mais a atividade de MMPs comparando-se com o EDTA (pH 7.4) (MAZZONI et al., 2007). O uso de EDTA também resultou em significativa redução da atividade proteolítica do pó de dentina mineralizada (MAZZONI et al., 2006).

Em relação aos tipos de falhas, o predomínio das falhas do tipo mistas deve-se à baixa resistência mecânica dos CIVMRs e a adesão química com a estrutura dentária. Há uma classificação de falhas específica para esses cimentos que consideram a inexistência de falhas totalmente adesivas, pois pelo menos a dentina

apresenta-se atacada pela reação química entre os cimentos e esse substrato dentário (PEREIRA et al., 2000).

Embora os resultados obtidos destes estudos *in vitro* não possam ser diretamente extrapolados para situações clínicas, eles fornecem informações úteis a respeito da adesão à dentina de CIVMR modificado por partículas de vitrocerâmica bioativa, do uso do EDTA como pré-tratamento dentinário e da degradação da interface adesiva dentina/CIVMRs.

6.6 SUGESTÕES PARA FUTUROS ESTUDOS

O potencial dos vidros, vitrocerâmicas e cerâmicas bioativas ainda não está totalmente explorado (THOMAS, PULEO, AL-SABBAGH, 2005). Sistemas adesivos e resinas compostas que combinem polímeros sintéticos com partículas bioativas podem ser uma alternativa para o aumento da resistência mecânica, permitindo assim a incorporação de uma maior porcentagem de partículas bioativas (GENTLEMAN, POLAK, 2006). A incorporação ou recobrimento de fatores de crescimento sobre as partículas dos materiais bioativos também pode ser uma área a ser estudada com o objetivo de aumentar a bioatividade desses compostos. (THOMAS, PULEO, AL-SABBAGH, 2005).

Em relação à vitrocerâmica avaliada nesta pesquisa, há necessidade de estudos que avaliem a composição da dentina adjacente aos CIVMRs modificados por partículas de vitrocerâmicas bioativas (Biosilicato[®]), principalmente com a possível obtenção de partículas com tamanhos nanométricos. A partir da obtenção de partículas nanométricas, pode-se também avaliar a possível remineralização dentinária com essa vitrocerâmica.

Em relação aos mecanismos de degradação, há necessidade de estudos que avaliem por mais tempo os CIVMRs avaliados nesta pesquisa, assim como, a associação dos métodos de degradação avaliados, ou seja, imersão em NaOCl com armazenamento em água por um período mais longo (AMARAL et al., 2007).

7 Conclusões

7 CONCLUSÕES

1. Apenas a incorporação de 2% de partículas de vitrocerâmica bioativa não alterou a resistência à compressão dos CIVMRs estudados.
 2. A incorporação de 2% de partículas de vitrocerâmica bioativa alterou a rugosidade superficial dos CIVMRs estudados. A condição de armazenamento, seco ou úmido, não afetou os resultados de rugosidade quando a vitrocerâmica bioativa foi adicionada aos CIVMRs.
 3. A incorporação de 2% de partículas de vitrocerâmica bioativa nos CIVMRs somente aumentou a resistência adesiva após 24h, quando se utilizou o pré-tratamento dentinário de acordo com as instruções dos fabricantes. O mesmo ocorreu para o cimento Vitremer quando o EDTA foi utilizado como pré-tratamento dentinário.
 4. O pré-tratamento dentinário com EDTA aumentou a resistência adesiva à dentina dos CIVMRs e preveniu a degradação da interface adesiva dentina/Vitremer.
-

Referências

REFERÊNCIAS

- Abdalla AI. Morphological interface between hybrid ionomers and dentin with and without smear-layer removal. *J Oral Rehabil.* 2000;27(9):808-14.
- Abdalla AI, García-Godoy F. Bond strengths of resin-modified glass ionomers and polyacid-modified resin composites to dentin. *Am J Dent.* 1997;10(6):291-4.
- Aitasalo K, Kinnunen I, Palmgren J, Varpula M. Repair of orbital floor fractures with bioactive glass implants. *J Oral Maxillofac Surg.* 2001;59(12):1390-5.
- Almuammar MF, Schulman A, Salama FS. Shear bond strength of six restorative materials. *J Clin Pediatr Dent.* 2001;25(3):221-5.
- Amaral FL, Colucci V, Palma-Dibb RG, Corona SA. Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. *J Esthet Restor Dent.* 2007;19(6):340-53.
- Ana ID, Matsuya S, Ohta M, Ishikawa K. Effects of added bioactive glass on the setting and mechanical properties of resin-modified glass ionomer cement. *Biomaterials.* 2003;24(18):3061-7.
- Antonucci JM, McKinney JE, Stansbury JW; National Technical Information Service. Resin-modified glass-ionomer dental cements field of the invention. US Patent Application 7160856. 1988.
- Attin T, Vataschki M, Hellwig E. Properties of resin-modified glass-ionomer restorative materials and two polyacid-modified resin composite materials. *Quintessence Int.* 1996;27(3):203-9.
- Bay C. *Scanning Tunneling Microscopy and its Application*, Springer Series in Surface Sciences 32, 1995.
- Binnig G, Quate CF, Gerber C. Atomic force microscope. *Phys Rev Lett.* 1986;56(9):930-3.
-

Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008;24(1):90-101.

Burrow MF, Bokas J, Tanumiharja M, Tyas MJ. Microtensile bond strengths to caries-affected dentine treated with Carisolv. *Aust Dent J.* 2003;48(2):110-4.

Burrow MF, Nopnakeepong U, Phrukkanon S. A comparison of microtensile bond strengths of several dentin bonding systems to primary and permanent dentin. *Dent Mater.* 2002;18(3):239-45.

Cehreli ZC, Yazici R, García-Godoy F. Effect of 1.23 percent APF gel on fluoride-releasing restorative materials. *ASDC J Dent Child.* 2000;67(5):330-7.

Cehreli ZC, Yazici R, García-Godoy F. Effect of home-use bleaching gels on fluoride releasing restorative materials. *Oper Dent.* 2003;28(5):605-9.

Charlton DG, Haveman CW. Dentin surface treatment and bond strength of glass ionomers. *Am J Dent.* 1994;7(1):47-9.

Choi JY, Lee HH, Kim HW. Bioactive sol-gel glass added ionomer cement for the regeneration of tooth structure. *J Mater Sci Mater Med.* 2008;19(10):3287-94.

Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, Poitevin A, Yoshida Y, Inoue S, et al. Development of a self-etch adhesive for resin-modified glass ionomers. *J Dent Res.* 2006;85(4):349-53.

Coutinho E, Yoshida Y, Inoue S, Fukuda R, Snauwaert J, Nakayama Y, et al. Gel Phase Formation at Resin-modified Glass-ionomer/Tooth Interfaces. *J Dent Res.* 2007;86(7):656-61.

Davidson CL, Mjör IA. *Advances in glass ionomer cements.* Quintessence, Carol Stream, 1999.

Davis BA, Friedl KH, Powers JM. Color stability of hybrid ionomers after accelerated aging. *J Prosthodont.* 1995 Jun;4(2):111-5.

De Munck J, Shirai K, Yoshida Y, Inoue S, Van Landuyt K, Lambrechts P, et al. Effect of water storage on the bonding effectiveness of 6 adhesives to Class I cavity dentin. *Oper Dent* 2006;31(4):456-65.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005;84(2):118-32.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K, Lambrechts P. Four-year water degradation of a resin-modified glass-ionomer adhesive bonded to dentin. *Eur J Oral Sci* 2004;112(1): 73–83.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, et al. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*. 2003;82(2):136-40.

De Witte AM, De Maeyer EA, Verbeeck RM. Surface roughening of glass ionomer cements by neutral NaF solutions. *Biomaterials*. 2003;24(11):1995-2000.

Duarte, FC. Microscópio de Tunelamento com Varredura (STM) e Microscópio de Força Atômica (AFM). http://www.dsif.fee.unicamp.br/~furio/IE607A/STM_AFM.pdf. Disponível em 15/01/2009.

Efflandt SE, Magne P, Douglas WH, Francis LF. Interaction between bioactive glasses and human dentin. *J Mater Sci Mater Med*. 2002;13(6):557-65.

Friedl KH, Powers JM, Hiller KA. Influence of different factors on bond strength of hybrid ionomers. *Oper Dent*. 1995;20(2):74-80.

Fritz UB, Finger WJ, Uno S. Resin-modified glass ionomer cements: bonding to enamel and dentin. *Dent Mater*. 1996a;12(3):161-6.

Fritz UB, Finger WJ, Uno S. Marginal adaptation of resin-bonded light-cured glass ionomers in dentin cavities. *Am J Dent*. 1996b;9(6):253-8

Fukuda R, Yoshida Y, Nakayama Y, Okazaki M, Inoue S, Sano H, et al. Bonding efficacy of polyalkenoic acids to hydroxyapatite, enamel and dentin. *Biomaterials*. 2003;24(11):1861-7.

Fukui M. Técnicas de Microscopia de Tunelamento de Elétrons (MTE) e Microscopia de Força Atômica (MFA) aplicadas ao estudo de superfícies de grafite e diamante. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) – Faculdade de Engenharia de Campinas, UNICAMP, 1992.

Gentleman E, Polak JM. Historic and current strategies in bone tissue engineering: do we have a hope in Hench? *J Mater Sci Mater Med*. 2006;17(11):1029-35.

Gillam DG, Tang JY, Mordan NJ, Newman HN. The effects of a novel Bioglass dentifrice on dentine sensitivity: a scanning electron microscopy investigation. *J Oral Rehabil*. 2002;29(4):305-13.

Gjorgievska E, Nicholson JW, Iljovska S, Slipper IJ. Marginal adaptation and performance of bioactive dental restorative materials in deciduous and young permanent teeth. *J Appl Oral Sci*. 2008;16(1):1-6.

Gladys S, Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative physico-mechanical characterization of new hybrid restorative materials with conventional glass-ionomer and resin composite restorative materials. *J Dent Res*. 1997;76(4):883-94.

Glasspoole EA, Erickson RL, Davidson CL. Effect of surface treatments on the bond strength of glass ionomers to enamel. *Dental Materials* 2002;18(6):454-62.

Goldberg M, Six N, Decup F, Buch D, Soheili Majd E, Lasfargues JJ, et al. Application of bioactive molecules in pulp-capping situations. *Adv Dent Res*. 2001;15:91-5.

Gordan VV. Effect of conditioning times on resin-modified glass-ionomer bonding. *Amer J Dent*. 2000;13(1):13-6.

Habelitz S, Balooch M, Marshall SJ, Balooch G, Marshall GW Jr. In situ atomic force microscopy of partially demineralized human dentin collagen fibrils. *J Struct Biol*. 2002;138(3):227-36.

Hench LL. Bioactive ceramics. *Ann N Y Acad Sci*. 1988;523:54-71.

Hench LL. The story of Bioglass. *J Mater Sci Mater Med*. 2006;17(11):967-78.

Hewlett ER; Caputo AA; Wrobel DC. Glass ionomer bond strength and treatment of dentin with polyacrylic acid. *J Prosthet Dent*. 1991;66(6):767-72.

Ikeda K, Fujishima A, Suzuki M, Inoue M, Sasa R, Miyazaki T. Resin content in cement liquids of resin-modified glass ionomers. *Dent Mater J*. 1999;18(3):248-58.

Huang C, Kei LH, Wei SH, Cheung GS, Tay FR, Pashley DH. The influence of hygroscopic expansion of resin-based restorative materials on artificial gap reduction. *J Adhes Dent*. 2002;4(1):61-71.

International Organization for Standardization. Technical report ISO 9917 Dental water-based cements, Switzerland, 1993.

Inoue S, Abe Y, Yoshida Y, De Munck J, Sano H, Suzuki K, et al. Effect of conditioner on bond strength of glass-ionomer adhesive to dentin/enamel with and without smear layer interposition. *Oper Dent*. 2004;29(6):685-92.

Jordehi AY, Ghasemi A, Zadeh MM, Fekrazad R. Evaluation of microtensile bond strength of glass ionomer cements to dentin after conditioning with the Er,Cr:YSGG laser. *Photomed Laser Surg*. 2007;25(5):402-6.

Guanabara Jr P . Obtenção de biovitrocerâmicas por cristalização controlada do vidro $1\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{CaO} \cdot 3\text{SiO}_2$. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais) - Universidade Federal de São Carlos, 2003, 53p.

Kanchanasavita W, Anstice HM, Pearson GJ. Water sorption characteristics of resin-modified glass-ionomer cements. *Biomaterials*. 1997;18(4):343-9.

Kasuga T. Bioactive calcium pyrophosphate glasses and glass-ceramics. *Acta Biomater*. 2005;1(1):55-64.

Kelly JR. Perspectives on strength. *Dent Mater*. 1995;11(2):103-10.

Kenny SM, Buggy M. Bone cements and fillers: a review. *J Mater Sci Mater Med*. 2003;14(11):923-38.

Kerby RE, Knobloch L, Thakur A. Strength properties of visible-light-cured resin-modified glass-ionomer cements. *Oper Dent*. 1997;22(2):79-83.

Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. *Dent Mater*. 2000;16(1):1-6.

Kokubo T. Bioactive glass ceramics: properties and applications. *Biomaterials*. 1991;12(2):155-63.

Kokubo T. Surface chemistry of bioactive glass ceramics. *J Non-Cryst Solids* 1990;120:138–51.

Lee SY, Dong DR, Huang HM, Shih YH. Fluoride ion diffusion from a glass-ionomer cement. *J Oral Rehabil*. 2000;27(7):576-86.

Matsuya S, Matsuya Y, Ohta M. Structure of bioactive glass and its application to glass ionomer cement. *Dent Mater J*. 1999;18(2):155-66.

Mazzoni A, Mannello F, Tay FR, Tonti GA, Papa S, Mazzotti G, et al. Zymographic analysis and characterization of MMP-2 and -9 forms in human sound dentin. *J Dent Res*. 2007;86(5):436-40.

Mazzoni A, Pashley DH, Nishitani Y, Breschi L, Mannello F, Tjäderhane L, et al. Reactivation of inactivated endogenous proteolytic activities in phosphoric acid-etched dentine by etch-and-rinse adhesives. *Biomaterials* 2006;27(25):4470-6.

Mitra SB, Conway WT. Coefficient of thermal expansion of some methacrylate-modified glass ionomers. *J Dent Res*. 1994;73:219 (Abstr 944).

Mitra SB, Kedrowski BL. Long-term mechanical properties of glass ionomers. *Dent Mater*. 1994;10(2):78-82.

Monticelli F, Osorio R, Pisani-Proença J, Toledano M. Resistance to degradation of resin-dentin bonds using a one-step HEMA-free adhesive. *J Dent*. 2007;35(2):181-6.

Moura J, Teixeira LN, Ravagnani C, Peitl O, Zanotto ED, Beloti MM, Panzeri H, et al. In vitro osteogenesis on a highly bioactive glass-ceramic (Biosilicate). *J Biomed Mater Res A*. 2007;82(3):545-57.

Naasan MA, Watson TF. Conventional glass ionomers as posterior restorations. A status report for the American Journal of Dentistry. *Am J Dent*. 1998;11(1):36-45.

Nakanuma K, Hayakawa T, Tomita T, Yamazaki M. Effect of the application of dentin primers and a dentin bonding agent on the adhesion between the resin-modified glass-ionomer cement and dentin. *Dent Mater*. 1998;14(4):281-6.

Navarro MFL, Pascotto RC. Cimentos de ionômero de vidro – Aplicações clínicas em Odontologia. São Paulo:Artes Médicas;1998. 179p

Ngo H, Mount GJ, Peters MCRB. A study of glass-ionomer cement and its interface with enamel and dentin using a low-temperature, high-resolution scanning electron microscopic technique. *Quintessence Int*, 1997;28(1):63-9.

Ohtsuki C, Kokubo T, Yamamuro T. Mechanism of HA formation of CaO–SiO₂–P₂O₅ glasses in simulated body fluid. *J Non-Cryst Solids* 1992;143:84–92.

Oilo G. Biodegradation of dental composites/glass-ionomer cements. *Adv Dent Res* 6:50-54.

Osorio R, Erhardt MC, Pimenta LA, Osorio E, Toledano M. EDTA treatment improves resin-dentin bonds' resistance to degradation. *J Dent Res*. 2005a;84(8):736-40.

Osorio R, Toledano M, Osorio E, Tay FR. Longevity of bonds made by composite and polyacid-modified resins to dentin using a dual-cured adhesive system. *Am J Dent*. 2005b;18(1):19-22.

Palma-Dibb RG; Palma AE; Matson E, Chinelatti MA, Ramos RP. Microhardness of esthetic restorative materials at different depths. *Materials Res*. 2003;6(1):85-90.

Peitl O, Zanotto ED, Hench L.L. Highly bioactive P₂O₅–Na₂O–CaO–SiO₂ glass-ceramics. *J Non-Cryst Solids* 2001;292:(1-3) 115-126.

Pereira MM, Hench LL. Bioactive Glass. In: Gary E. Wnek; Gary L. Bowlin. (Org.). *Encyclopedia of Biomaterials and Biomedical Engineering*. 1 ed. New York: Marcel Dekker Inc, 2004. p. 53-61.

Pereira PN, Sano H, Ogata M, Zheng L, Nakajima M, Tagami J, et al. Effect of region and dentin perfusion on bond strengths of resin-modified glass ionomer cements. *J Dent*. 2000;28(5):347-54.

Peutzfeldt A. Compomers and glass ionomers: bond strength to dentin and mechanical properties. *Am J Dent*. 1996;9(6):259-63.

Pimenta LAF, Mauro SJ, Fontana UF. Resistência ao cisalhamento de um cimento de ionômero de vidro fotopolimerizável: efeito do tratamento da dentina com ácido poliacrílico. *ROBRAC*, 1992;2(5):13-6.

Pires-de-Souza FCP, Marco FF, Casemiro LA, Panzeri H. Desensitizing bioactive agents improves bond strength of indirect resin-cemented restorations: preliminary results. *J Appl Oral Sci*. 2007;15(2):120-6.

Prati C, Montanari G, Biagini G, Fava F, Pashley. DH Effects of dentin surface treatments on the shear bond strength of Vitrabond. *Dent Mater*. 1992;8(1):21-6.

Rawlings RD. Bioactive glasses and glass-ceramics. *Clin Mater*. 1993;14(2):155-79.

Safar JA, Davis RD, Overton, JD. Effect of saliva contamination on the bond of dentin to resin-modified glass-ionomer cement. *Oper Dent*. 1999;24(6):351-57.

Salako N, Joseph B, Ritwik P, Salonen J, John P, Junaid TA. Comparison of bioactive glass, mineral trioxide aggregate, ferric sulfate, and formocresol as pulpotomy agents in rat molar. *Dent Traumatol*. 2003;19(6):314-20.

Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med*. 2001;12(2):136-51.

Santos SM. Rugosidade e aspecto superficial filme “diamond like carbon” (DLC). <http://pasta.ebah.com.br/download/trabalho-afm-versao-final-pdf-3170>. Disponível em 15/01/2009.

Schmidlin PR, Zehnder M, Imfeld T, Swain MV. Comparative assessment of hardening of demineralized dentin under lining materials using an ultramicroindentation system. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2007;83(1):199-205.

Shirai K, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Lambrechts P, Suzuki K, et al. Effect of cavity configuration and aging on the bonding effectiveness of six adhesives to dentin. *Dent Mater*. 2005;21(2):110-24

Sidhu SK, Sherriff M, Watson TF. In vivo changes in roughness of resin-modified glass ionomer materials. *Dent Mater.* 1997;13(3):208-13.

Sidhu SK, Sherriff M, Watson TF. Failure of resin-modified glass-ionomers subjected to shear loading. *J Dent.* 1999 Jul;27(5):373-81.

Sidhu SK, Watson TF. Interfacial characteristics of resin-modified glass-ionomer materials: a study on fluid permeability using confocal fluorescence microscopy. *J Dent Res.* 1998;77(9):1749-59.

Sidhu SK, Pilecki P, Cheng PC, Watson TF. The morphology and stability of resin-modified glass-ionomer adhesive at the dentin/resin-based composite interface. *Am J Dent.* 2002;15(2):129-36.

Sidhu SK, Watson TF. Resin-modified glass ionomer materials. A status report for the American Journal of Dentistry. *Am J Dent* 1995;8(1):59-67.

Souza-Gabriel AE, Amaral FL, Pécora JD, Palma-Dibb RG, Corona SA. Shear bond strength of resin-modified glass ionomer cements to Er:YAG laser-treated tooth structure. *Oper Dent.* 2006;31(2):212-8.

St Germain HA Jr, Meiers JC. Surface roughness of light-activated glass-ionomer cement restorative materials after finishing. *Oper Dent.* 1996;21(3):103-9.

Stoor P, Söderling E, Salonen JI. Antibacterial effects of a bioactive glass paste on oral microorganisms. *Acta Odontol Scand.* 1998;56(3):161-5.

Tam LE, Dev S, Pilliar RM. Fracture toughness of conventional or photopolymerized glass ionomer/dentin interfaces. *Oper Dent.* 1995;20(4):144-50.

Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of glass ionomer (polyalkenoate) cements to dentine using four conditioners. *J Dent.* 2000;28(5):361-6.

Tate WH, Powers JM. Surface roughness of composites and hybrid ionomers. *Oper Dent.* 1996;21(2):53-8.

Tay FR, Pashley DH, Loushine RJ, Weller RN, Monticelli F, Osorio R. Self-etching adhesives increase collagenolytic activity in radicular dentin. *J Endod.* 2006;32(9):862-8.

Tay FR, Smales RJ, Ngo H, Wei SH, Pashley DH. Effect of different conditioning protocols on adhesion of a GIC to dentin. *J Adhes Dent*. 2001;3(2):153-67.

Thomas MV, Puleo DA, Al-Sabbagh M. Bioactive glass three decades on. *J Long Term Eff Med Implants*. 2005;15(6):585-97.

Toledano M, Osorio R, Albaladejo A, Aguilera FS, Osorio E. Differential effect of in vitro degradation on resin-dentin bonds produced by self-etch versus total-etch adhesives. *J Biomed Mater Res A*. 2006;77(1):128-35.

Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Yamauti M, Pashley DH, Tay F. Durability of resin-dentin bonds: Effects of direct/indirect exposure and storage media. *Dent Mater* 2007;23(7):885-92.

Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, Garcia-Godoy F. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials. *J Dent*. 2003;31(1):43-50.

Toledano M, Osorio E, Osorio R, Garcia-Godoy F. Microleakage of Class V resin-modified glass ionomer and compomer restorations. *J Prosthet Dent*. 1999;81(5):610-5.

Torii Y, Hikasa R, Iwate S, Oyama F, Itou K, Yoshiyama M. Effect of EDTA conditioning on bond strength to bovine dentin promoted by four current adhesives. *Am J Dent*. 2003;16(6):395-400.

Tyas MJ. Milestones in adhesion: glass-ionomer cements. *J Adhes Dent*. 2003;5(4):259-66.

Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans P, Lambrechts P, Van Meerbeek B. The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dent Mater*. 2008 Oct;24(10):1412-9.

Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 1992;71(8):1530-40.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003;28(3):215-35.

Vollenweider M, Brunner TJ, Knecht S, Grass RN, Zehnder M, Imfeld T, et al. Remineralization of human dentin using ultrafine bioactive glass particles. *Acta Biomater.* 2007;3(6):936-43.

Waltimo T, Brunner TJ, Vollenweider M, Stark WJ, Zehnder M. Antimicrobial effect of nanometric bioactive glass 45S5. *J Dent Res.* 2007;86(8):754-7.

Wang L; D'alpino PHP, Lopes LG, Pereira JC. Mechanical properties of dental restorative materials: relative contribution of laboratory tests. *J. Appl. Oral Sci.* 2003;11(3):162-7.

Watson TF, Pagliari D, Sidhu SK, Naasan MA. Confocal microscopic observation of structural changes in glass-ionomer cements and tooth interfaces. *Biomaterials.* 1998;19(6):581-8.

Wilder AD, May KN, Swift EJ, Sullivan DJ. Effects of viscosity and surface moisture on bond strengths of resin-modified glass ionomers. *Am J Dent.* 1996;9(5):215-8.

Wilder AD Jr, Swift EJ Jr, May KN Jr, Thompson JY, McDougal RA. Effect of finishing technique on the microleakage and surface texture of resin-modified glass ionomer restorative materials. *J Dent.* 2000;28(5):367-73.

Wilson AD, Kent BE. The glass-ionomer cement: a new translucent dental filling material. *J Appl Chem Biotechnol.* 1971;2:313-8.

Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2000;16(2):129-38.

Xie D, Yang Y, Zhao J, Park J, Zhang J. A novel comonomer-free light-cured glass-ionomer cement for reduced cytotoxicity and enhanced mechanical strength. *Dent Mater.* 2007;23(8):994-1003.

Xie D, Zhao J, Weng Y, Park JG, Jiang H, Platt JA. Bioactive glass-ionomer cement with potential therapeutic function to dentin capping mineralization. *Eur J Oral Sci.* 2008;116(5):479-87.

Xu X, Burgess JO. Compressive strength, fluoride release and recharge of fluoride-releasing materials. *Biomaterials.* 2003;24(14):2451-61.

Zanotto ED, et al. Fundação Universidade Federal de São Carlos; Universidade de São Paulo. Process and compositions for preparing particulate, bioactive or resorbable biosilicates for use in the treatment of oral aliments. WO2004/074199. 2004. Feb. 20.

Yamauti M, Hashimoto M, Sano H, Ohno H, Carvalho RM, Kaga M, et al. Degradation of resin-dentin bonds using NaOCl storage. *Dent Mater*. 2003;19(5):399-405.

Yap AU, Wang X, Wu X, Chung SM. Comparative hardness and modulus of tooth-colored restoratives: a depth-sensing microindentation study. *Biomaterials*. 2004;25(11):2179-85.

Yip HK, Lam WT, Smales RJ. Fluoride release, weight loss and erosive wear of modern aesthetic restoratives. *Br Dent J*. 1999a;187(5):265-70.

Yip HK, Lam WT, Smales RJ. Surface roughness and weight loss of esthetic restorative materials related to fluoride release and uptake. *J Clin Pediatr Dent*. 1999b;23(4):321-6.

Yiu CK, Tay FR, King NM, Pashley DH, Carvalho RM, Carrilho MR. Interaction of resin-modified glass-ionomer cements with moist dentine. *J Dent*. 2004;32(7):521-30.

Yli-Urpo H, Lassila LV, Narhi T, Vallittu P. Compressive strength and surface characterization of glass ionomer cements modified by particles of bioactive glass. *Dent Mater*. 2005;21(3):201-9.

Yli-Urpo H, Narhi 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.

Yli-Urpo H, Narhi M, Narhi T. Compound changes and tooth mineralization effects of glass ionomer cements containing bioactive glass (S53P4), an in vivo study. *Biomaterials*. 2005;26(30):5934-41.

Yli-Urpo H, Vallittu PK, Narhi TO, Forsback AP, Vakiaparta M. Release of silica, calcium, phosphorus, and fluoride from glass ionomer cement containing bioactive glass. *J Biomater Appl*. 2004;19(1):5-20.

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, et al. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res.* 2000;79(2):709-14.

Anexos

ANEXOS

ANEXO A – PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

Universidade de São Paulo
Faculdade de Odontologia de Bauru

Al. Dr. Octávio Pinheiro Brisolla, 9-75 – Bauru-SP – CEP 17012-901 – C.P. 73
PABX (0XX14)3235-8000 – FAX (0XX14)3223-4679

Comitê de Ética em Pesquisa (14)3235-8356
e-mail: mferrari@fob.usp.br

Processo nº 160/2007

Bauru, 13 de dezembro de 2007.

Senhora Professora,

O projeto de pesquisa encaminhado a este Comitê de Ética em Pesquisa em Seres Humanos, denominado "**Análise de cimentos de ionômero de vidro modificado por resina frente à incorporação de vidro-cerâmico bioativo e diferentes tratamentos dentinários**", de autoria de Ticiane Cestari Fagundes, que será desenvolvido sob sua orientação, foi enviado ao relator para avaliação.

Na reunião de 28 de novembro de 2007 o parecer do relator, **aprovando o projeto**, foi aceito pelo Comitê, considerando que não existem infrações éticas pendentes.

Informamos que após o envio do trabalho concluído, este Comitê enviará o parecer final, que será utilizado para publicação do trabalho.

Atenciosamente,

Profª Drª Maria Teresa Atta
Coordenadora

Profª Drª Maria Fidela de Lima Navarro
Docente do Departamento de Dentística, Endodontia e Materiais Dentários