UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO

SERGIO AUGUSTO DE FREITAS VINCENTI

**CARACTERIZAÇÃO E RESISTÊNCIA ADESIVA DE CIMENTOS DE IONÔMERO
DE VIDRO MODIFICADOS POR RESINA INCORPORADOS COM
VITROCERÂMICA BIOATIVA**

Ribeirão Preto

2018

SERGIO AUGUSTO DE FREITAS VINCENTI

**CARACTERIZAÇÃO E RESISTÊNCIA ADESIVA DE CIMENTOS DE IONÔMERO
DE VIDRO MODIFICADOS POR RESINA INCORPORADOS COM
VITROCERÂMICA BIOATIVA**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de
Ribeirão Preto, da Universidade de São Paulo, para
a obtenção do título de Doutor no Programa de
Reabilitação Oral.

Área de Concentração: Reabilitação Oral

Orientadora: Profª. Dra. Fernanda de Carvalho
Panzeri Pires de Souza

VERSÃO CORRIGIDA

A versão original se encontra disponível na
Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – USP

Ribeirão Preto

2018

**AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO DO TEOR TOTAL OU PARCIAL
DESTE TRABALHO POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO,
PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.**

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do Campus USP – Ribeirão Preto

Vincenti, Sergio Augusto de Freitas

Caracterização e resistência adesiva de cimentos de ionômero de vidro modificados por resina incorporados com vitrocerâmica bioativa. Ribeirão Preto, 2018.

171 p. : il. ; 30cm

Tese de Doutorado, apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto / USP. Área de Concentração: Reabilitação Oral.

Versão corrigida. A versão original se encontra disponível na biblioteca da unidade que aloja o programa e na Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da USP (BDTD).

Orientadora: Pires-de-Souza, Fernanda de Carvalho Panzeri.

Sergio Augusto de Freitas Vincenti

**CARACTERIZAÇÃO E RESISTÊNCIA ADESIVA DE CIMENTOS DE IONÔMERO
DE VIDRO MODIFICADOS POR RESINA INCORPORADOS COM
VITROCERÂMICA BIOATIVA**

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

Área de Concentração: Reabilitação Oral

Aprovado em: 20 / 04 / 2018

Banca examinadora:

1) Prof.(a). Dr.(a).: _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

2) Prof.(a). Dr.(a).: _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

3) Prof.(a). Dr.(a).: _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

4) Prof.(a). Dr.(a).: _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Dedicatórias

Aos meus pais, **Ana Maria** e **Casemiro**, pelo apoio em todas as escolhas que eu fiz na vida. Em quaisquer que fossem as circunstâncias, sempre tiveram paciência e confiança. Pela determinação e luta na minha formação e de meu irmão, e por sempre proverem os ensinamentos para a vida e para todas as questões, não exigindo nada em troca. Pelo exemplo de honestidade, humildade e amor incondicional. Mais do que me proporcionar uma boa infância e vida acadêmica, vocês formaram os fundamentos do meu caráter e me prepararam para a vida.

A meu irmão, **Nando**, pela compreensão, amizade e companheirismo em todos os momentos de minha vida; por sempre me apoiar e incentivar. E por ter me dado os melhores presentes que eu jamais poderia imaginar: meus sobrinhos queridos!

Aos meus sobrinhos, **Benjamin** e **Thomas**, que vieram ao mundo durante essa jornada, enriquecendo nossas vidas e trazendo muita luz, amor, alegria, inspiração e motivação.

Obrigado por serem a minha referência e incentivo, por estarem sempre presentes, e por tornarem possível mais um sonho, mais uma caminhada, mais uma vitória. Vocês sempre acreditaram em mim, me ensinaram o valor do trabalho, do sacrifício e da perseverança na conquista de um ideal e, por serem meus maiores exemplos, terão a minha eterna gratidão. Essa conquista é de todos nós. Amo vocês!

Agradecimentos especiais

À minha orientadora, **Profa. Dra. Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza**, por todas as oportunidades oferecidas e por sempre acreditar e apostar em mim. Seu exemplo de força, sabedoria e competência encorajou-me a resistir a todos os percalços enfrentados durante essa difícil jornada. Seu exemplo profissional e ético de dedicação e compromisso me acompanhará em toda a minha carreira, sempre na busca pela excelência. Sua experiência foi fundamental, com conselhos e ajuda nas tomadas de decisões, para que eu pudesse ser hoje uma pessoa melhor, com ética, caráter, tolerância e paciência. Muito obrigado por não ter desistido de mim e ser grande incentivadora! Obrigado pelo convívio nos Estados Unidos, pelos bons momentos compartilhados e diversão garantida, e pelo trabalho e ensinamentos. Obrigado por estar ao meu lado e me confortar nos momentos que eu mais precisei! À senhora, ofereço minha eterna gratidão, admiração e amizade!

À colega e grande amiga **Marta Maria Martins Giamatei Contente**, Martita, que foi muito importante para a conquista desta vitória. Muito obrigado, minha amiga/irmã, por cada sorriso, por cada abraço, por cada risada descontrolada, por cada momento compartilhado, por ser minha companheira não apenas de trabalho, mas de desabafos, confidências, cafés da manhã, almoços, *happy hours*, nacionais e internacionais, e muito *rock and roll*. Obrigado por sua amizade e exemplo de competência, determinação e superação, pelo incentivo e apoio. Talvez não existam palavras suficientes e significativas que me permitam agradecer a você com justiça, com o devido merecimento. Sua ajuda, incentivo e apoio foram, para mim, de valor inestimável. Apenas posso me expressar por meio da limitação de meras palavras e, com elas, lhe prestar essa humilde, mas sincera, homenagem. Não foi fácil, mas vencemos juntos. Muito obrigado! Você terá sempre minha gratidão, admiração e amizade!

“Quem tem um amigo, mesmo que um só, não importa onde se encontre, jamais sofrerá de solidão; poderá morrer de saudades, mas não estará só”.

(Amyr Klink)

Agradecimientos

À Universidade de São Paulo e à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, na pessoa de sua atual diretora, **Profa. Dra. Léa Assed Bezerra da Silva**, e ao Programa de Pós-graduação em Reabilitação Oral, na pessoa do atual coordenador **Prof. Dr. Ricardo Faria Ribeiro**, pelas oportunidades oferecidas durante o doutorado. Me orgulho muito por realizar essa importante etapa de minha formação acadêmica nesta casa.

À *University of Florida, College of Dentistry*, e ao **Prof. Dr. Saulo Geraldeli**, pela oportunidade e confiança depositada ao me receberem e tornarem possível a realização da etapa internacional deste doutorado-sanduíche, que me propiciou experiências de vida de importância sem precedentes, além de crescimento profissional e pessoal em tão renomada instituição.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes)**, pelas bolsas concedidas: Cota Institucional (Demanda Social) e Programa PVE (processo número 88887.124511/2014-00 – Projeto_Pve, referente ao Programa Ciência Sem Fronteiras).

Ao Biobanco de Dentes Humanos da FORP/USP, na pessoa de sua supervisora, **Profa. Dra. Silmara Aparecida Milori Corona**, pela doação dos dentes utilizados neste estudo.

Aos professores **Andréa Cândido dos Reis, Camila Tirapelli, Cássio do Nascimento, Christiano de Oliveira Santos, Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza, José Dutra de Oliveira Neto, Luiz Carlos Pardini, Maria da Gloria Chiarello de Mattos, Osvaldo Luiz Bezzon, Regina Maura Fernandes, Renata Cristina Silveira Rodrigues Ferracioli, Ricardo Faria Ribeiro, Rossana Pereira de Almeida Antunes, Rubens Ferreira de Albuquerque Júnior, Takami Hirono Hotta, Valéria Oliveira Pagnano de Souza e Wilson Matsumoto**, pelos ensinamentos e conhecimentos compartilhados, em suas respectivas disciplinas, contribuindo para que essa conquista pudesse se concretizar, e pela influência que certamente terão nas próximas etapas de minha carreira.

À **Profa. Dra. Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza**, pela supervisão no PAE (Programa de Aperfeiçoamento de Ensino).

Ao Departamento de Materiais Dentários e Prótese, na pessoa de sua chefe, **Profa. Dra. Valéria Oliveira Pagnano de Souza**, pela autorização para a utilização dos laboratórios do departamento para a realização dos experimentos deste estudo.

À **Rafaella Tonani Torrieri**, do Laboratório de Pesquisa "Prof. Dr. Heitor Panzeri" / Laboratório de Análise de Biomateriais (LaABio). Agradeço pela amizade, dedicação, colaboração e disposição que sempre teve comigo, em todos os momentos. Sua ajuda foi fundamental. Muito obrigado!

Ao **Edson Volta**, do Laboratório Integrado de Pesquisas em Biocompatibilidade de Materiais (LIPEM), pela colaboração e disposição na realização de parte dos ensaios mecânicos deste trabalho.

À **Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas** e ao **Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti e sua equipe**, pela gentil oferta e execução da espectrometria de raios X por energia dispersiva (EDX).

Às secretárias do Departamento de Materiais Dentários e Prótese **Fernanda Talita de Freitas, Denise Martins Fontes Gonçalves e Regiane de Cássia Tirado Damasceno**; e à secretária do Serviço de Pós-Graduação **Mary Possani Carmessano**, e seu eventual substituto **Carlos Feitosa dos Santos**, pela inestimável disponibilidade, amabilidade, paciência e colaboração em todo o processo do curso de doutorado em Reabilitação Oral.

A todos os funcionários da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, da Universidade de São Paulo.

A todos os meus colegas da pós-graduação, muito bem representados por **Carolina Noronha Ferraz de Arruda, Renata Costa de Moraes e Bruna Santos Honório Tonin**, pela amizade, companheirismo e pelos momentos compartilhados, que serão sempre lembrados.

A todas as pessoas que fizeram parte da equipe do LaABio (Laboratório de Análise de Biomateriais), durante esse período: **Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza, Rafaella Tonani Torrieri, Marta Maria Martins Giamatei Contente, Carla Cecília Alandia Román, Francisca Daniele Jardimino Silami, Michelle Alexandra Chinelatti, Lourenço de Moraes Rego Roselino, Ana Beatriz Silva Sousa e Anselmo Agostinho Simionato**. O convívio e aprendizado com vocês foi determinante para o sucesso desta etapa que hoje se encerra, mas que certamente significará muito na longa jornada que ainda está por vir. Muito obrigado pela amizade, companheirismo, carinho, trabalho, estudos, e pelas experiências e momentos compartilhados!

À **Gizele, Júlia, Laura e Saulo Geraldelli**, pela acolhida em Gainesville, FL, EUA e por me fazerem confortável, como se eu fosse um membro da família. Ofereço a vocês minha eterna amizade.

Ao **Mário Alexandre Coelho Sinhoreti e família**, pela recepção, companheirismo e ajuda durante nossa convivência em Gainesville, e pela amizade lá iniciada.

Aos meus pais, pela dedicação de suas vidas, investindo em mim, quase sempre mais do que podiam e fazendo dos meus ideais, os seus. Ao meu irmão... enfim, como sempre dizemos, somos mais que uma família, somos uma equipe!

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

Meu eterno agradecimento!

Resumo

VINCENTI SAF. Caracterização e resistência adesiva de cimentos de ionômero de vidro modificados por resina incorporados com vitrocerâmica bioativa [tese]. Ribeirão Preto: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia, 2018. 171 p.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi incorporar 2% e 6,5% de vitrocerâmica bioativa (Biosilicato[®], Vitrovita) a cimentos comerciais de ionômero de vidro modificados por resina (CIVMR) utilizados para forramento (Vitrebond[®], 3M ESPE Dental Products) e restauração (Vitremmer[®], 3M ESPE Dental Products), caracterizá-los em diferentes propriedades, avaliar a influência do envelhecimento artificial sobre a resistência de união dos materiais experimentais à dentina, bem como seu potencial remineralizador. A caracterização mecânica foi realizada pela análise de resistência à compressão e à flexão (EMIC 23-20, INSTRON/EMIC) e microdureza Knoop (HMV-2, Shimadzu). Além disso, foram analisadas liberação de fluoretos por potenciometria direta (Hanna Instruments Inc., Woonsocket) e atividade antimicrobiana em meio de cultura ágar (Ágar Müller Hinton). Para cada um dos testes realizados, as médias obtidas foram analisadas estatisticamente segundo 1-way ANOVA (Tukey, $p < 0,05$). A resistência de união (RU) foi avaliada em 240 molares humanos hígidos. Os dentes foram preparados em cavidades de 7 x 6 x 2 mm e, antes de serem restaurados com os materiais testados, metade das amostras foi submetida a ciclagem de pH para obtenção de dentina cariada artificialmente. As amostras foram separadas de acordo com o tipo de envelhecimento submetido ($n=10$): ciclagem termomecânica (CTM) (ER 37000, ERIOS Equipamentos Ltda) e armazenamento em água destilada (AAD), por 6 meses. Todos os corpos de prova foram seccionados em amostras de 1 mm² (IsoMet[®] 1000 Precision Saw, Buehler) e submetidos a ensaio de microtração (OM100, Odeme Equipamentos Médicos e Odontológicos Ltda). As médias obtidas foram analisadas segundo 3-way ANOVA, teste de Tukey, intervalo de confiança de 95%. O padrão de fratura das amostras foi analisado em estereomicroscópio (Stereomaster[®] Microscope, Fisher Scientific) e a razão molar Ca/P foi obtida em análise por EDX (JSM-5600LV, JEOL). Verificou-se que a incorporação de Biosilicato[®] interferiu negativamente nas propriedades mecânicas do material. A liberação de fluoretos aumentou significativamente ($p < 0,05$) quando incorporado 6,5% de Biosilicato[®] ao Vitrebond[®] e ambas as concentrações experimentais ao Vitremmer[®]. Não houve diferença na atividade antimicrobiana dos materiais testados em relação aos respectivos grupos Controle. A presença de Biosilicato[®] não aumentou significativamente a RU dos materiais testados em nenhum dos substratos, e a CTM foi fator significativo para a diminuição dessa propriedade. A CTM aumentou a razão Ca/P em dentina hígida, em ambas as concentrações de Biosilicato[®], tanto em Vitrebond[®] quanto em Vitremmer[®]. Em dentina artificialmente cariada, a CTM aumentou a Ca/P do Vitremmer[®] com 6,5% de Biosilicato[®] incorporado, mas diminuiu essa propriedade com 2% de Biosilicato[®]. Concluiu-se que a incorporação de Biosilicato[®] aos CIVMR, nas concentrações propostas, não resulta em propriedades melhoradas do material, independentemente do tipo de substrato testado.

Palavras-chave: Cimentos de ionômero de vidro modificados por resina; vitrocerâmica; bioatividade; propriedades mecânicas; resistência de união; liberação de flúor; ciclagem termomecânica.

Abstract

VINCENTI SAF. Characterization and bond strength of a bioactive glass-ceramic incorporated on resin-modified glass ionomer cements [thesis]. Ribeirao Preto: University of Sao Paulo, School of Dentistry, 2018. 171 p.

ABSTRACT

The aim of this study was to incorporate 2% and 6.5% in weight of bioactive glass-ceramic (Biosilicate[®], Vitrovita) into commercial resin-modified glass ionomer cements (RMGIC) used for lining (Vitrebond[®], 3M ESPE Dental Products) and restoration (Vitremer[®], 3M ESPE Dental Products), to characterize them in different properties, to evaluate the influence of artificial aging on the bond strength of the experimental materials to dentin, as well as its remineralization potential. The mechanical characterization was performed by the compressive and flexural strength (EMIC 23-20, INSTRON/EMIC) and Knoop microhardness test (HMV-2, Shimadzu). Besides, the fluoride ion release was measured using direct potentiometry (Hanna Instruments Inc., Woonsocket) and the antimicrobial activity was investigated in Müller Hinton agar plates. For each of the tests performed, the mean values were analyzed by 1-way ANOVA followed by Tukey's *post-hoc* test ($p < .05$). The bond strength (BS) was evaluated in 240 sound human molars. The teeth were prepared in 7 x 6 x 2 mm cavities, and half of the samples were subjected to pH cycling to obtain artificially caries-affected dentin before being restored with the experimental materials. The samples were separated by aging methods ($n=10$): thermal-mechanical cycling (TMC) (ER 37000, ERIOS) and storage in distilled water for 6 months. All the specimens were sectioned in 1 mm² samples (IsoMet[®] 1000 Precision Saw, Buehler) and subjected to microtensile bond strength test (OM100, Odeme). The mean values were analyzed by 3-way ANOVA followed by Tukey's *post-hoc* test ($p < .05$). The fracture pattern of the samples was observed with a stereomicroscope (Stereomaster[®] Microscope, Fisher Scientific) and the Ca/P molar ratio was obtained by EDX analysis (JSM-5600LV, JEOL). The incorporation of Biosilicate[®] was found to adversely affect the mechanical properties of the material. The fluoride release increased significantly ($p < .05$) when 6.5% of Biosilicate[®] was incorporated into Vitrebond[®], and both experimental concentrations were incorporated into Vitremer[®]. There was no difference in the antimicrobial activity of the tested materials compared to the respective Control groups. Biosilicate[®] did not significantly increase the BS of the tested materials on any of the substrates, and the TMC was a significant factor to decrease of this property. The TMC increased the Ca/P ratio in sound dentin at both Biosilicate[®] concentrations, both in Vitrebond[®] and Vitremer[®]. In artificially caries-affected dentin, the TMC increased the Ca/P molar ratio of Vitremer[®] incorporated by 6.5% Biosilicate[®], but it decreased this property when 2% Biosilicate[®] was incorporated. It was concluded that the incorporation of Biosilicate[®] into the RMGIC at the proposed concentrations does not result in improved properties of the material, regardless of the type of substrate tested.

Keywords: Resin-modified glass ionomer cements, glass-ceramic, bioactivity, mechanical properties, bond strength, fluoride release, thermal-mechanical cycling.

Listas de Ilustrações

LISTA DE FIGURAS

Figura 01	Materiais utilizados no estudo	63
Figura 02	Preparação e manipulação dos materiais	63
Figura 03	Confecção dos corpos de prova	66
Figura 04	Distribuição de amostras em meio de cultura bacteriana	67
Figura 05	Segunda etapa da preparação do meio de cultura	67
Figura 06	Placa de Petri com os microrganismos reativados	67
Figura 07	Placas de Petri prontas para a incubação	67
Figura 08	Protetor superficial das restaurações com Vitrebond®	68
Figura 09	Protetor superficial das restaurações com Vitremer®	68
Figura 10	Máquina de ensaios mecânicos	69
Figura 11	Corpo de prova posicionado para teste de resistência à compressão	69
Figura 12	Preenchimento de matriz de TEFLON®	69
Figura 13	Fotoativação do material	69
Figura 14	Corpo de prova posicionado para teste de resistência à flexão	70
Figura 15	Preenchimento de matriz de TEFLON®	71
Figura 16	Fotoativação do material	71
Figura 17	Microdurômetro	71
Figura 18	Preparação de dente para teste de resistência de união	72
Figura 19	Remoção da porção radicular	72
Figura 20	Remoção das pontas de cúspide	73
Figura 21	Preparo da porção radicular	73
Figura 22	Preenchimento da porção radicular com resina fluida	73
Figura 23	Preparo oclusal	74

Figura 24	Soluções utilizadas no desafio cariogênico	74
Figura 25	Inserção do material restaurador	75
Figura 26	Finalização da restauração	75
Figura 27	Ciclagem termomecânica	76
Figura 28	Corte dos corpos de prova em segmentos	77
Figura 29	Posicionamento do segmento no dispositivo para teste de microtração	78
Figura 30	Fixação do segmento no dispositivo para teste de microtração	78
Figura 31	Equipamento utilizado no teste de microtração	78
Figura 32	Execução do teste de microtração	79
Figura 33	Estereomicroscópio utilizado na análise do padrão de fratura	80

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 01	Resultados do teste de liberação de fluoretos – Vitrebond®	83
Gráfico 02	Resultados do teste de liberação de fluoretos – Vitremer®	84
Gráfico 03	Resultados do teste de resistência à compressão – Vitrebond®	88
Gráfico 04	Resultados do teste de resistência à compressão – Vitremer®	88
Gráfico 05	Resultados do teste de resistência à flexão – Vitrebond®	90
Gráfico 06	Resultados do teste de resistência à flexão – Vitremer®	90
Gráfico 07	Resultados do teste de microdureza Knoop – Vitrebond®	92
Gráfico 08	Resultados do teste de microdureza Knoop – Vitremer®	92
Gráfico 09	Resultados do teste de resistência de união – Vitrebond®	94
Gráfico 10	Resultados do teste de resistência de união – Vitremer®	94
Gráfico 11	Distribuição do padrão de fratura – Vitrebond®	97
Gráfico 12	Distribuição do padrão de fratura – Vitremer®	98
Gráfico 13	Resultados da Ca/P – Vitrebond®	101
Gráfico 14	Resultados da Ca/P – Vitremer®	101

Lista de Tabelas

LISTA DE TABELAS

Tabela 01	Materiais utilizados no estudo	64
Tabela 02	Grupos estudados	65
Tabela 03	Comparação das médias de liberação de fluoretos – Vitrebond®	83
Tabela 04	Comparação das médias de liberação de fluoretos – Vitremer®	84
Tabela 05	Comparação das médias dos halos de inibição – Vitrebond®	86
Tabela 06	Comparação das médias dos halos de inibição – Vitremer®	86
Tabela 07	Comparação das médias de resistência à compressão – Vitrebond®	87
Tabela 08	Comparação das médias de resistência à compressão – Vitremer®	87
Tabela 09	Comparação das médias de resistência à flexão – Vitrebond®	89
Tabela 10	Comparação das médias de resistência à flexão – Vitremer®	89
Tabela 11	Comparação das médias de microdureza Knoop – Vitrebond®	91
Tabela 12	Comparação das médias de microdureza Knoop – Vitremer®	91
Tabela 13	Comparação das médias de resistência de união – Vitrebond®	93
Tabela 14	Comparação das médias de resistência de união – Vitremer®	93
Tabela 15	Distribuição de segmentos com falha pré-teste – Vitrebond®	98
Tabela 16	Distribuição de segmentos com falha pré-teste – Vitremer®	99
Tabela 17	Comparação das médias de Ca/P – Vitrebond®	100
Tabela 18	Comparação das médias de Ca/P – Vitremer®	100

Abreviaturas e siglas

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AAD	Armazenamento em água destilada
ART	Tratamento Restaurador Atraumático
Ca/P	Razão molar cálcio-fosfato
CIV	Cimento de ionômero de vidro
CIVMR	Cimento de ionômero de vidro modificado por resina
CTM	Ciclagem termomecânica
EDX	Espectrometria de raios X por energia dispersiva
FPT	Falha pré-teste
HA	Hidroxiapatita
HCA	Hidroxicarbonatoapatita
KHN	Microdureza Knoop
P/L	Proporção pó/líquido
RC	Resistência à compressão
RF	Resistência à flexão
RU	Resistência de união
μTBS	Resistência de união por microtração

Sumário

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	49
2. PROPOSIÇÃO	59
3. MATERIAL E MÉTODOS	63
3.1. Liberação de fluoretos	65
3.2. Atividade antimicrobiana	67
3.3. Resistência à compressão	68
3.4. Resistência à flexão	69
3.5. Microdureza Knoop	70
3.6. Resistência de união	71
3.7. Análise do padrão de fratura	79
3.8. Espectrometria de raios X por energia dispersiva	80
4. RESULTADOS	83
4.1. Liberação de fluoretos	83
4.2. Atividade antimicrobiana	86
4.3. Resistência à compressão	87
4.4. Resistência à flexão	89
4.5. Microdureza Knoop	91
4.6. Resistência de união	93
4.7. Análise do padrão de fratura	97
4.8. Espectrometria de raios X por energia dispersiva	100
5. DISCUSSÃO	105
6. CONCLUSÕES	119

REFERÊNCIAS	123
APÊNDICES	133

1. Introdução

1. INTRODUÇÃO

A cavidade bucal está constantemente exposta à desmineralização e à remineralização¹.². A desmineralização resulta da queda do pH, devido à liberação de ácidos produzidos pela ação das bactérias do biofilme dentário, na presença de carboidratos dietéticos. A desmineralização contínua resulta na perda de estrutura dentária. A remineralização acontece de maneira inversa, quando o pH aumenta com a deposição de íons de cálcio e fosfato¹. Portanto, a melhor estratégia para o gerenciamento da doença cárie é focada nos métodos para melhorar o processo de remineralização¹ ou evitar a desmineralização.

As técnicas restauradoras que preconizam o mínimo sacrifício de estrutura dentária sadia, de acordo com o conceito da Odontologia Minimamente Invasiva, são a base para a prática restauradora atual³. Essa filosofia é cada vez mais popular na Odontologia mundial, reconhecendo que a cárie é doença multifatorial, associada ao estilo de vida das pessoas, que pode acarretar no biofilme desfavorável e meio oral desequilibrado^{4, 5}. Esse conceito é suportado por 4 pilares: avaliação individual de risco, detecção e manejo de lesões não-cavitadas, cuidados preventivos efetivos, e técnicas restauradoras minimamente invasivas^{1, 4, 6}. Em todas as etapas do manejo da cárie, os clínicos devem buscar a preservação máxima das estruturas dentárias⁴. A filosofia minimamente invasiva ascendeu uma discussão a respeito dos supostos requisitos para a remoção de tecido cariado em dentes profundamente acometidos pela cárie⁷.

A cárie é uma das doenças crônicas mais prevalentes que afetam a humanidade^{1, 6}, e os critérios mais comuns utilizados pelos profissionais para a escavação de tecido cariado e preparo cavitário são a consistência e coloração do tecido, que são influenciados pelo julgamento subjetivo do operador⁸. A falta de procedimentos seletivos para a remoção de dentina cariada pode comprometer a resistência da estrutura dentária remanescente e a saúde pulpar, devido às consequências clínicas causadas pelas variações no tamanho das cavidades^{5, 8, 9}. A ideia principal da filosofia minimamente invasiva é a execução de restaurações que possam combater o processo carioso e remineralizar os tecidos dentais^{1, 6, 10, 11}. Para que isso seja possível, é fundamental que se consiga a estabilização da lesão cariosa e a criação de ambiente oral ótimo para reparar tecidos desmineralizados^{10, 11}.

A dentina é um tecido conjuntivo mineralizado que consiste em aproximadamente 70% de hidroxiapatita (HA), 20% de material orgânico e 10% de água (em peso)¹².

Consequentemente, a desmineralização da dentina é o processo de remoção de íons minerais da rede de apatita deixando as fibras de colágeno sem suporte, exceto pela água contida na dentina^{12, 13}.

A dentina cariada consiste de duas camadas: uma camada externa necrótica, altamente desmineralizada, com fibrilas colágenas degeneradas e presença de biomassa bacteriana, conhecida como dentina infectada; e a camada interna menos contaminada, desmineralizada, mas potencialmente reparável, conhecida como dentina afetada, que apresenta pequenas alterações na estrutura das fibrilas colágenas^{7, 14}. São substratos distintos que possuem diferentes composições químicas e estruturas morfológicas⁷. De acordo com a filosofia da mínima intervenção, recomenda-se remover apenas a dentina infectada por cárie antes dos procedimentos restauradores que envolvam cárie em dentina^{7, 11, 15-17}. A remineralização da dentina afetada remanescente pode ser estimulada pelo uso de materiais restauradores bioativos, que liberam íons, como, por exemplo, cimentos de ionômeros de vidro (CIV)^{6, 11, 15, 16, 18-22} ou materiais resinosos contendo fosfato de cálcio¹¹, além de diversos outros biomateriais.

O tratamento restaurador atraumático (ART) é uma opção de tratamento odontológico que assiste as mais vulneráveis populações, tendo, assim, grande impacto na saúde pública, por oferecer prevenção e tratamento a grande parcela da população a baixos custos^{16, 18, 23}. Essa técnica consiste na remoção da dentina cariada utilizando-se apenas instrumentos manuais^{16, 18, 20, 23}, e posterior restauração com materiais adesivos^{6, 16, 18, 20}, estabilizando as lesões, interrompendo o processo de cárie e fornecendo, ao tecido afetado pela cárie, oportunidade de cura^{11, 17, 24}. Outra abordagem conservadora é a técnica de restauração mista ou técnica do sanduíche, que preconiza a utilização do CIV como material substituto de dentina ou base para restaurações posteriores extensas de compósito resinoso⁴. O raciocínio é fornecer selamento à margem dentinária gengival quando da ausência de esmalte e reduzir a profundidade da caixa proximal para que a fotoativação do compósito resinoso possa ser alcançada de forma confiável. Também reduz o número de incrementos de compósito⁴.

Desde sua introdução e desenvolvimento clínico, os CIV têm sido amplamente utilizados na dentística restauradora devido à sua capacidade de reduzir a incidência da cárie que afeta as superfícies não restauradas do dente^{6, 25}. Além disso, apresentam coeficiente de expansão térmica e módulo de elasticidade similares aos do dente^{15, 26, 27}. Eles podem ser utilizados como agente cimentante, selante, material restaurador, ou base para forramentos²⁸⁻³².

Os CIV são cimentos à base de água caracterizados por uma reação ácido-base entre pó (vidro de fluoraminosilicato de cálcio) e líquido (solução aquosa de ácido polialcenoico)⁴. Um dos atrativos do material é a capacidade de se aderir quimicamente a esmalte e dentina, por meio da interação entre o grupo carboxila do ácido e os íons cálcio (Ca^{2+}) presentes na apatita tecidual^{4, 22, 26-29, 33-36}, além de formar uma interface ácido-resistente, simultaneamente tolerante à técnica e duradoura, mesmo em ambiente clínico desafiador⁴. A composição do CIV é responsável pela bioatividade do material, devido à presença de silicatos e fluoretos^{4, 22}.

Os CIV podem promover precipitação mineral em dentina afetada por cárie⁸ e induzir o crescimento de cristais em espaços microscópicos da interface de união após o armazenamento em água por longo prazo, sendo que a composição química desses cristais é similar à do tecido dentário¹⁰. Apesar de os CIV apresentarem piores características mecânicas, como baixas resistências ao desgaste e de união, e fragilidade^{4, 10, 15, 27, 29-31, 34, 35}, em comparação com os compósitos, demonstram excelentes características de manipulação^{10, 26} e são menos sensíveis às condições de umidade encontradas no ambiente clínico^{10, 34}.

O flúor é uma parte essencial das partículas do vidro porque é usado para controlar a temperatura de fusão e, também, é um bom eliminador de óxido durante a fabricação do vidro⁴. Mas, de maneira similar a outros íons, como o sódio, o flúor não participa da reação de presa do CIV, permanecendo não-reagido na matriz^{4, 22, 33}, mas não participando de sua constituição físico-química, de modo que sua liberação não afeta as propriedades físicas do cimento⁴. Assim, o CIV se caracteriza por ser um reservatório de flúor^{37, 38} e outros íons constituintes da HA na cavidade bucal^{4, 33, 34}. Uma das suas principais características é a constante liberação de fluoretos, propiciando redução na solubilidade da estrutura mineral dos dentes, inibição do metabolismo microbiano, e restabelecimento do equilíbrio do meio oral^{4, 6, 22, 25, 26, 28-31, 33-35, 38}.

Os íons F^- são elementos essenciais na prevenção e tratamento da cárie^{1, 6, 34, 38} e muitos estudos têm sido realizados na busca de meios de preservá-los no meio oral, particularmente na interface entre o dente e o biofilme bacteriano^{34, 39}.

A liberação de flúor é caracterizada por um pico inicial elevado, que diminui rapidamente para manter um nível sustentado ao longo de vários meses³⁴. No entanto, existe um efeito de compensação em que o CIV pode ser recarregado com íons de flúor de fontes externas, tais como cremes dentais, géis e vernizes^{34, 38, 40, 41}. As restaurações de CIV podem ser vistas como dispositivos lentos de liberação de flúor⁴². Quando o CIV é colocado em contato

direto com a dentina afetada pela cárie, a migração de elementos formadores de apatita, F e Sr, do CIV para a dentina cariada pode ser extensa⁴.

Os CIV são amplamente utilizados na odontologia conservadora também devido às suas características antibacterianas^{10, 19, 43, 44} mas, ao longo de sua história, sofreram diversas modificações em sua composição original, com o objetivo de melhorar suas propriedades físicas e mecânicas, em particular a resistência ao desgaste, e reduzir a sensibilidade à captação precoce de água, para que as restaurações pudessem ser realizadas em uma única sessão, com melhores resultados estéticos, devido à melhor translucidez^{4, 29}. Atualmente, esses materiais podem ser divididos em dois grupos: o convencional (CIV), que é autopolimerizável; e o modificado por resina (CIVMR), que apresenta composição semelhante à do CIV convencional, mas com adição de pequena quantidade de HEMA, BisGMA e fotoiniciadores^{4, 44}. A partícula de vidro é a mesma do CIV convencional, porém menor, em tamanho, como nos compósitos³⁴. O CIVMR combina as propriedades bioativas dos CIV com as propriedades mecânicas e estéticas dos polímeros resinosos^{10, 27, 30, 31, 34, 35, 44-46}. No CIVMR, o componente resinoso oferece vantagens, como aceleração do processo de endurecimento e diminuição do tempo de presa⁴⁶, uma vez que a reação se inicia pela fotoativação e é complementada pela reação ácido-base^{34, 46}.

Testes laboratoriais demonstraram que a liberação de fluoretos varia de acordo com a categoria do CIV (convencional ou modificado por resina), e até mesmo entre cimentos da mesma categoria^{6, 41, 47}. Não há consenso se o principal fator responsável por essa variação é a categoria do CIV ou a composição específica de certos materiais⁶ cujas composição e estrutura são bem características dos CIVMR mas, no entanto, atualmente não se sabe por que sua liberação de flúor é tão alta em comparação com a dos CIV convencionais³⁸.

Materiais utilizados para substituir ou suplementar funções de tecidos vivos são chamados de biomateriais⁴⁸. Eles devem ser biocompatíveis e apresentar características como bioatividade, bioestabilidade e biodegradabilidade^{32, 48, 49}. Os biomateriais prolongam a vida útil do produto final, mas apresenta limitações mecânicas⁴⁹. Em vez da substituição tecidual, as pesquisas têm focado na regeneração, por meio de partículas bioativas que ativam, *in vivo*, mecanismos de regeneração tecidual⁴⁹.

Quando um biomaterial é inserido em tecidos vivos, reações bioquímicas específicas ocorrem na interface biomaterial-tecido, induzindo resposta biológica específica e criando ambiente capaz de prover união adequada entre material e tecidos³².

O desenvolvimento de materiais bioativos inovadores, que liberem íons e apresentem capacidade de remineralizar áreas deficientes em minerais na interface de união com a dentina, é um dos principais objetivos da pesquisa em biomateriais odontológicos^{8, 11}. Essa remineralização pode ser alcançada pelo aumento do conteúdo mineral e das propriedades mecânicas, principalmente dureza e módulo de elasticidade, de tecidos dentais^{8, 11}.

O princípio da bioatividade está fundamentado principalmente na capacidade dos materiais de liberar íons específicos para formar uma camada mineralizada em sua superfície, em um meio fisiológico ou levemente alcalino^{50, 51}. Em 1969, na Universidade da Flórida, Hench⁵¹ relatou que certas composições degradáveis de vidro (Bioglass® 45S5) conseguiram formar ligações químicas com osso devido a íons liberados, como Na^+ , Si^{4+} , Ca^{2+} e $(\text{PO}_4)^{3-}$ ^{29, 32, 43}. Esses materiais são conhecidos como vidros bioativos e possuem a capacidade de se ligar quimicamente aos tecidos mineralizados por meio da formação de camada de hidroxycarbonatoapatita (HCA), que apresenta estrutura e composição química similar à fase mineral dos tecidos ósseo e dentário⁵¹. Assim, começaram a ser utilizados como biomateriais regenerativos para os tecidos duros danificados, incluindo os dentes.

Na Odontologia, o vidro bioativo tem sido amplamente investigado como material de enxerto ósseo ou aditivo a materiais restauradores, cimento e agentes de união, para aumentar a bioatividade^{9, 10, 28-30, 43, 52-57}. Incorporados ao cimento de ionômero de vidro, esses materiais têm apresentado bioatividade em condições fisiológicas simuladas, remineralizando dentina humana^{29, 30, 37, 43, 46, 52, 53, 58}. No entanto, também tem sido relatado que a introdução de vidro bioativo em CIV comprometeu drasticamente sua resistência mecânica^{30, 54, 59} e conforto do paciente, devido à sua superfície cortante⁶⁰.

Assim, as vitrocerâmicas foram desenvolvidas para aprimorar o desempenho mecânico de materiais bioativos e superar essas limitações. Em meados da década de 1990, um grande desafio foi o desenvolvimento de um novo material que poderia combinar alta bioatividade, como observado no Bioglass® 45S5, e boa resistência mecânica e dureza de algumas cerâmicas de vidro, como a A/W Cerabone®^{57, 61}. Pesquisadores do Laboratório de Materiais Vítreos do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos desenvolveram uma vitrocerâmica bioativa, totalmente cristalina, denominada Biosilicato®⁶². A solução encontrada pelos pesquisadores foi cristalizar o material para que, durante sua obtenção na forma particulada, não fossem geradas superfícies cortantes, além de manter nível de bioatividade evidenciado pela formação de camada de HCA^{57, 59, 61, 63, 64}.

O Biosilicato[®] é composto basicamente por sódio, potássio, flúor, cálcio, oxigênio e sílica. Com exceção do flúor, que está presente em pequena concentração e possui efeitos benéficos no ambiente oral, os demais elementos estão presentes no organismo humano e não causam toxicidade na quantidade existente no material, sendo facilmente metabolizados⁵⁹. É uma vitrocerâmica bioativa completamente cristalizada, pertencente ao sistema P_2O_5 - Na_2O - CaO - SiO_2 , com adições de Li_2O e K_2O ^{50, 59, 61, 64-66}.

Para que o Biosilicato[®] aja de maneira efetiva, é necessário que suas partículas, em contato com os fluidos, sejam dissolvidas e ocorra a liberação de íons para posterior formação de HCA, o que poderia proteger a superfície dentária dos ataques ácidos, inibindo a desmineralização e facilitando a remineralização⁵⁹.

Após 20 anos de pesquisas, tendo sua eficácia comparada à do Bioglass[®] 45S5, considerado o padrão ouro para os materiais bioativos^{57, 63, 64}, o Biosilicato[®] apresentou propriedades similares ou melhores, como a maior atividade osteogênica, tanto *in vitro* quanto *in vivo*^{57, 59, 63, 67}. Ele apresenta interessantes propriedades, como: alta bioatividade, osteocondução, osteoindução, além de propriedades antibacterianas, sem apresentar citotoxicidade e genotoxicidade^{57, 64, 66}. É um vidro bioativo bastante versátil e multiuso^{57, 64}.

O uso do Biosilicato[®] tem sido bastante diversificado, na Odontologia. Um estudo *in vitro* analisou sua influência na microdureza Knoop de esmalte e superfície dentinária de dentes submetidos a tratamento clareador, demonstrando que o vidro bioativo melhorou a dureza e morfologia dentária, prevenindo desmineralização⁶⁸. Em outro estudo, a suspensão de vidro bioativo foi recomendada, em substituição à de hidróxido de cálcio, para o tratamento da apicificação⁶⁹. Outra indicação para esse material é a restauração de defeitos ósseos e o aumento ou preservação da crista e rebordo alveolares^{51, 67}, além da osteointegração de implantes de titânio⁶⁷. Estudos *in vitro*^{2, 70} e clínicos⁷¹ foram realizados utilizando o Biosilicato[®] como agente remineralizante e potencial produto para o tratamento da hipersensibilidade dentinária, e demonstraram resultados satisfatórios na obliteração dos túbulos dentinários^{2, 70, 71}. Recentemente, estudos *in vitro* investigaram a utilização do Biosilicato[®] em dentinas hígida e desmineralizada, melhorando a RU à dentina^{72, 73}.

Similarmente, o vidro bioativo foi incorporado ao CIV para melhorar a bioatividade, capacidade de regeneração e reconstrução dentária^{29, 30, 43, 54, 74}, tendo demonstrado aumento na bioatividade e durabilidade da união, possibilitando, assim a remineralização da dentina humana^{29, 30, 37, 43, 53, 54}. Entretanto, essa incorporação resultou em diminuição das resistências à

compressão e à flexão e da microdureza superficial^{30, 32, 43}. Portanto, desenvolver um CIVMR bioativo sem perdas consideráveis nas propriedades mecânicas continua sendo um desafio²⁸.

De acordo com o que foi exposto até o momento, é perceptível que o Biosilicato[®] tem se mostrado promissor, apresentando potencial para ser aplicado em áreas completamente diferentes da qual foi originalmente projetado⁷⁵.

2. Proposição

2. PROPOSIÇÃO

Este trabalho teve por objetivo avaliar o efeito da incorporação de diferentes concentrações de vitrocerâmica bioativa (Biosilicato®) na liberação de fluoretos, atividade antimicrobiana, propriedades mecânicas (resistência à compressão, resistência à flexão e microdureza Knoop), na resistência de união à dentina hígida e cariada artificialmente submetidas a envelhecimento artificial, e no potencial remineralizador de cimentos comerciais de ionômero de vidro modificados por resina utilizados para forramento e restauração.

As hipóteses nulas testadas foram:

- ⇒ Não haveria diferença, entre os materiais, nas propriedades testadas, independentemente da porcentagem de vitrocerâmica bioativa incorporada;
- ⇒ Não haveria diferença na resistência de união dos materiais à dentina, independentemente da porcentagem de vitrocerâmica bioativa incorporada ou método de envelhecimento utilizado.

3. Material e Métodos

3. MATERIAL E MÉTODOS

Para o estudo, foram utilizados dois CIVMR (tabela 01), sendo um indicado para forramento (Vitrebond[®], 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA) e outro para restauração (Vitremmer[®], 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA), além de vitrocerâmica bioativa (Biosilicato[®], Vitrovita, São Carlos, SP, Brasil) (figura 01).

A vitrocerâmica foi obtida de acordo com a patente WO 2004/074199⁶². Suas partículas foram incorporadas aos CIVMR em proporções de 2 e 6,5% em peso, por substituição, com o auxílio de balança de precisão (AUX220, Shimadzu, Kyoto, Japão). Após pesagem, esses materiais foram homogeneizados, utilizando almofariz com pistilo, para distribuição uniforme das partículas. As proporções pó/líquido (P/L) para cada uma das composições criadas foram determinadas após teste piloto, de forma que a mistura final do cimento manipulado tivesse aparência brilhante. Para cada CIVMR testado houve um grupo Controle, em que nenhuma vitrocerâmica foi adicionada, e a manipulação obedeceu a P/L recomendada pelo fabricante (figura 02). A distribuição dos grupos de estudo pode ser vista na tabela 02.

Figura 01 – A) Vitrebond[®]; B) Vitremer[®]; C) Biosilicato[®]

Figura 02 – A) Proporção P/L; B) Manipulação; C) Consistência final.

Tabela 01 – Materiais utilizados no estudo.

Material	Fabricante	Composição	Tamanho médio de partículas (µm)	% Volume
Vitremer®	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	<p>Primer: copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e polialcenoico, HEMA, etanol e fotoiniciadores</p> <p>Pó: vidro fluoroaluminosilicato, persulfato de potássio microencapsulado, ácido ascórbico e pigmentos</p> <p>Líquido: solução aquosa de ácido policarboxílico modificado com grupos metacrilatos, copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e polialcenoico, água, HEMA e fotoiniciadores</p>	1.8	76
Vitrebond®	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	<p>Pó: Vidro de fluoroaluminosilicato</p> <p>Líquido: Canforoquinona, co-iniciador, copolímero de ácidos acrílico e itacônico com grupos metacriloxil, HEMA e água</p>		
Biosilicato®	Vitrovita, São Carlos, SP, Brasil	$P_2O_5 - Na_2O - CaO - SiO_2$	4	

HEMA – 2-hidroxi-etil-metacrilato

Tabela 02 – Grupos estudados.

Grupo	Cimento	Tratamento do substrato	% Biosilicato®
E	Vitremer®	Primer (Vitremer®) por 30s e polimerização por 20s (FLASHlite, Discus Dental)	Controle
E2			2%
E6,5			6,5%
O	Vitrebond®	Líquido (Vitrebond®) com fricção da bolinha de algodão por 20s, lavagem com água e secagem com bolinha de algodão	Controle
O2			2%
O6,5			6,5%

A caracterização dos cimentos experimentais foi realizada por meio de múltiplos testes, apresentados a seguir.

3.1. Liberação de fluoretos

Para o teste de liberação de fluoretos, foram obtidos 18 corpos-de-prova (n=6) de cada CIVMR de acordo com os grupos estabelecidos (tabela 02). Para isso, após a manipulação, os cimentos foram colocados em matriz de politetrafluoroetileno (TEFLON® – figura 03) com 6 mm de diâmetro x 2 mm de espessura, utilizando seringa Centrix® (Centrix Incorporated, Shelton, CT, EUA). Após inserção do material na matriz, uma tira de poliéster foi colocada sobre o material e procedia-se à polimerização de cada lado do corpo de prova por 40 s (FLASHlite® 1401, Discus Dental, Culver City, CA, EUA, 460-480 nm, 1.100 mW/cm²). O

conjunto matriz/corpo-de-prova foi mantido em estufa a 37 °C por 15 minutos a partir do início da manipulação, quando então foram removidos da matriz. Imediatamente após a remoção da matriz, as amostras foram colocadas em Eppendorfs com 1 mL de água deionizada.

Diariamente e durante 15 dias, o corpo de prova foi removido do tubo e colocado em outro tubo idêntico, com saliva artificial, e mantido por 24 h, onde o procedimento foi repetido^{1, 38, 47}. As soluções colhidas diariamente foram armazenadas em geladeira até o momento da leitura da concentração de flúor. As leituras da quantidade de fluoreto liberada foram realizadas por potenciometria direta, utilizando eletrodo sensível ao íon fluoreto (Orion Ionplus Fluoride Electrode, Thermo Electron Corporation, Beverly, MA, EUA) acoplado a potenciômetro (Hanna Instruments Inc., Woonsocket, RI, EUA)¹.

O potenciômetro é calibrado com soluções aquosas padrão contendo 0.1, 0.2, 0.4, 1.0, 2.0, 4.0, 10.0 e 20.0 ppm de fluoreto, antes e após a leitura das amostras, para compensar qualquer alteração causada por variações de temperatura e umidade e para estabelecimento da curva-padrão da amostra. A concentração de fluoreto nas amostras (x) é determinada pelo valor do respectivo potencial obtido (y) empregando a equação da reta $y=a+b \cdot \log x$, obtida por regressão linear de leituras das soluções obtidas diariamente a partir de uma solução padrão de fluoreto, sendo “a” o coeficiente linear da reta e “b” o coeficiente angular. As médias dos valores obtidos foram analisadas estatisticamente (1-way ANOVA, teste de Tukey, intervalo de confiança de 95%).

Figura 03 – Material sendo inserido na matriz de TEFLON®.

3.2. Atividade antimicrobiana

A atividade antimicrobiana foi testada com os seguintes microrganismos liofilizados: *Streptococcus mutans* (Sm – ATCC 25175), *Lactobacillus casei* (Lc – ATCC 334) e *Candida albicans* (Ca – ATCC 10231). Para isso, foram confeccionados 12 corpos de prova para cada cimento testado (n=3), com dimensão de 4 mm de diâmetro e 6 mm de espessura, de acordo com metodologia descrita no item 3.1.

As linhagens de microrganismos foram reativadas em meio ágar BHI (Brain Heart Infusion) e semeadas em meio de cultura ágar (Ágar Müller Hinton), com um *swab* saturado na suspensão bacteriana, correspondendo ao tubo 8 da escala de MacFarland. A cultura foi realizada em placas de Petri esterilizadas de 75 mm² e, em cada placa, foi colocada 1 amostra de cada tipo de CIVMR testado em posições equidistantes (figuras 04 a 07). As placas foram incubadas em estufa bacteriológica a 37 °C por 24 h⁶³. Transcorrido o tempo, foram realizadas as leituras do diâmetro, em milímetros, dos halos de inibição do crescimento microbiológico, com auxílio de régua milimetrada específica para a metodologia.

Figura 04 – Distribuição equidistante dos corpos de prova sobre a primeira camada do meio de cultura.

Figura 05 – Colocação da segunda camada do meio de cultura já inoculado com a suspensão microbiana.

Figura 06 – Placa de Petri com as linhagens dos microrganismos reativados em meio Ágar BHI.

Figura 07 – Placas de Petri prontas para a incubação.

O experimento foi realizado em triplicata e a média aritmética dos valores obtidos foi tabulada e considerada a atividade antimicrobiana dos cimentos. As médias dos valores obtidos foram analisadas estatisticamente segundo 1-way ANOVA, teste de Tukey, intervalo de confiança de 95%.

3.3. Resistência à compressão (RC)

Foram confeccionados 30 corpos-de-prova de cada CIVMR testado (n=10) utilizando matriz de TEFLON® (4 mm de diâmetro x 6 mm de altura). Os corpos de prova confeccionados com o Vitrebond® foram protegidos com uma camada de esmalte incolor (Colorama, L'Oréal Brasil, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) (figura 08), e os confeccionados com o Vitremer® foram protegidos pelo verniz protetor (Finishing Gloss, 3M ESPE – figura 09) fornecido pelo fabricante no kit do próprio material. Todos os corpos de prova foram armazenados em 20 mL de água destilada e mantidos em estufa a 37 °C por 24 h, antes da realização dos testes.

Figura 08 – Esmalte incolor usado como protetor superficial nas restaurações com Vitrebond®.

Figura 09 – Finishing Gloss usado como protetor superficial nas restaurações com Vitremer®.

O teste de RC foi realizado em máquina de ensaios mecânicos (EMIC 23-20, INSTRON/EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com velocidade de 0,5 mm/min, onde os corpos de prova foram colocados na posição vertical, com a força aplicada em seu longo eixo (figuras 10 e 11).

Figura 10 – Máquina de ensaios mecânicos.

Figura 11 – Vista aproximada do corpo de prova posicionado para teste de resistência à compressão.

As médias dos valores obtidos foram analisadas estatisticamente segundo 1-way ANOVA, teste de Tukey, intervalo de confiança de 95%.

3.4. Resistência à flexão (RF)

Utilizando-se matriz de TEFLON® bipartida (25 mm de comprimento x 2 mm de largura x 2 mm de profundidade) (figura 12), foram confeccionados 30 corpos de prova para cada material (n=10), seguindo a mesma técnica descrita para a confecção das amostras para o teste de RC. A fotoativação foi realizada percorrendo-se o comprimento do corpo de prova, dividindo-o, virtualmente, em quatro porções (figura 13).

Figura 12 – Preenchimento da matriz de TEFLON®.

Figura 13 – Fotoativação do material inserido na matriz.

O teste de RF em três pontos foi realizado em máquina de ensaios mecânicos (EMIC 23-20, INSTRON/EMIC) com velocidade de 0,5 mm/min, onde os corpos de prova foram colocados na posição horizontal, apoiados em suas extremidades, com a força aplicada no centro de seu comprimento (figura 14).

Figura 14 – Corpo de prova posicionado para realização do teste de flexão.

As médias dos valores obtidos foram analisadas estatisticamente segundo 1-way ANOVA, teste de Tukey, intervalo de confiança de 95%.

3.5. Microdureza Knoop (KHN)

Para análise da KHN, foram obtidos 30 corpos de prova ($n=10$) de cada grupo testado, utilizando-se matriz de TEFLON[®] formada por duas partes: uma porção externa e outra interna na forma de êmbolo, com 6 mm de diâmetro (figura 15). A espessura do corpo de prova foi obtida pelo uso de espaçador de 2 mm de espessura, encaixado no êmbolo entre as porções da matriz, de forma que sua parte externa ficava 2 mm mais alta que a interna, proporcionando a espessura adequada do corpo de prova. Após inserção do material com auxílio da seringa Centrix[®], o corpo de prova foi fotoativado em sua parte superior, tomando-se o cuidado de protegê-lo com uma matriz de poliéster e placa de vidro (figura 16). Quando o corpo de prova foi retirado da matriz, a outra face também foi fotoativada por 40 segundos.

Os corpos de prova obtidos foram armazenados por 24 h a 37 °C, polidos com lixas d'água (Norton, Saint-Gobain Abrasivos Ltda., Guarulhos, SP, Brasil) de granulação decrescente (#600, #800, #1200 e #2000), e a espessura foi checada com auxílio de paquímetro

digital (Digimatic Model CD-6, Mitutoyo Corporation, Kanagawa, Japão). A análise de KHN foi realizada em microdurômetro (HVM-2, Shimadzu, Kyoto, Japão), sob carga vertical estática de 500 g, aplicada por 15 s. Foram realizadas 3 indentações por corpo de prova e a média das leituras foi considerada a KHN da amostra (figura 17).

Figura 15 – Preenchimento da matriz de TEFLON®.

Figura 16 – Fotoativação do material inserido na matriz.

Figura 17 – Equipamento utilizado para realização da análise de microdureza.

As médias dos valores obtidos foram analisadas estatisticamente segundo 1-way ANOVA, teste de Tukey, intervalo de confiança de 95%.

Após a caracterização dos cimentos experimentais, foram realizados os testes de resistência de união, análise do padrão de fratura e espectrometria de raios X por energia dispersiva.

3.6. Resistência de união (RU)

Para avaliação da resistência de união dos grupos testados, foram selecionados 240 molares humanos hígidos extraídos, disponibilizados pelo Biobanco de Dentes Humanos da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, da Universidade de São Paulo (FORP/USP). O projeto de pesquisa foi submetido ao Comitê de Ética em pesquisa (CEP – FORP/USP), sendo aprovado sob o registro CAAE nº 51453715.8.0000.5419 (apêndice A).

O preparo dos dentes incluiu o corte de suas porções radiculares. Para isso, os dentes foram posicionados, com cera pegajosa, em anéis de policloreto de vinil (PVC) preenchidos por resina acrílica (figura 18), antes de serem removidas a porção radicular (3,0 mm além da cervical – figura 19) e as pontas de cúspide (figura 20), com discos diamantados (IsoMet® Diamond Wafering Blade, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) em cortadeira metalográfica de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). A porção radicular foi preparada (figura 21) e preenchida com resina fluida (Tetric EvoFlow, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein – figura 22).

Figura 18 – A) Dente a ser preparado; B) Anel de PVC preenchido com resina acrílica; C) Posicionamento com cera pegajosa.

Figura 19 – A) Posicionamento na cortadeira; B e C) Remoção da porção radicular.

Figura 20 – A e B) Remoção das pontas de cúspide; C) Cortes finalizados.

Figura 21 – A) Porção radicular após o corte; B e C) Desgastes para adequação da câmara pulpar.

Figura 22 – A) Preenchimento com resina fluida; B) Fotoativação; C) Adequação concluída.

Cavidades de Classe I (7 mm x 6 mm x 4 mm de profundidade) foram preparadas, nas superfícies oclusais, com o uso de alta rotação e ponta diamantada cilíndrica (FG 2094, KG Sorensen, São Paulo, SP, Brasil), as quais foram substituídas a cada 5 dentes preparados (figura 23).

Figura 23 – A e B) Delimitação do preparo; C) Confecção do preparo cavitário.

Após o preparo, metade dos dentes utilizados (120) foi submetida a desafio cariogênico, com ciclagem de pH, para simulação de substrato cariado. Para isso, os dentes tiveram suas superfícies, bem como a porção radicular, seladas com duas camadas de esmalte para unhas (Colorama – L'Oréal Brasil). Em seguida, foram submetidos a ciclagem de pH por 8 dias^{76, 77}, em esquema diário, sendo 8 horas de desmineralização (1,4 mM de Ca; 0,9 mM de P e 0,05 M de tampão ácido acético ajustado a pH = 5,0; 3,12 mL/mm² por amostra) e 16 horas de remineralização (1,5 mM de Ca; 0,9 mM de P e 0,1 M/L de tampão TRIS ajustado a pH = 7,0; 1,56 mL/mm² por amostra – figura 24).

Figura 24 – A) Soluções utilizadas; B) Processo de desmineralização da amostra; C) Remineralização.

Em seguida, os dentes sadios e desmineralizados pelo processo de cárie artificial foram separados aleatoriamente em 6 grupos (n=20), de acordo com o tipo de CIVMR utilizado e a porcentagem de Biosilicato[®] adicionado, como descrito na tabela 02.

Após a manipulação, os materiais foram inseridos na cavidade preparada com seringa (Centrix[®], Centrix Incorporated – figura 25), em um único incremento, e as restaurações foram polimerizadas por 40 s (FLASHlite[®], Discus Dental – figura 26). A superfície das restaurações foi protegida com esmalte para unhas (Colorama, L'Oréal Brasil) e todos os dentes foram armazenados em água deionizada a 37 °C por 7 dias.

Figura 25 – A) Seringa Centrix[®]; B) Captura do material pela ponta aplicadora.

Figura 26 – A) Cavidade preparada; B) Fotoativação do material; C) Restauração concluída.

Os dentes de cada grupo foram separados em dois subgrupos (n=10), de acordo com o tipo de envelhecimento a que foi submetido, a saber: armazenamento em água destilada (AAD) por 6 meses ou ciclagem termomecânica (CTM). A distribuição dos grupos de estudo é apresentada no apêndice B.

A CTM (ER 37000, ERIOS Equipamentos Ltda., São Paulo, SP, Brasil) foi realizada a 1.200.000 ciclos de mastigação, com carga de 98 N (10 kg), simulando a mastigação clínica⁷⁸, em frequência de 2 Hz por segundo, com uma ponta arredondada de 6 mm de diâmetro como antagonista (figura 27). A frequência de 2 Hz/s corresponde a 2 mastigações por segundo⁷⁹, o que corresponde a 5 anos de mastigação⁸⁰. Simultaneamente à fadiga mecânica, as amostras foram submetidas a termociclagem, nas temperaturas de 5 °C, 37 °C e 55 °C (± 2 °C). O corpo de prova foi exposto por 35 segundos a cada temperatura, totalizando em 175 segundos o ciclo completo do módulo térmico. Os demais dentes foram submetidos ao armazenamento em água destilada, com trocas semanais, a 37 °C por 6 meses.

Figura 27 – A) Dispositivo de ciclagem termomecânica; B) Antagonista.

Após os períodos de envelhecimento, todos os corpos de prova foram cortados com discos diamantados (IsoMet® Diamond Wafering Blade, Buehler) em segmentos com forma de paralelepípedo (1 x 1 mm – figura 28)^{81, 82}, de acordo com a técnica de teste de microtração *non-trimming*⁸³.

Figura 28 – A) Cortes longitudinais; e B) Corte transversal para a obtenção dos segmentos.

Foram selecionados os segmentos centrais de cada corpo de prova, que foram adaptados a garras para microtração Geraldeli 1⁸⁴ (Odeme Equipamentos Médicos e Odontológicos Ltda, Luzerna, SC, Brasil – figura 29), que permite alinhamento correto do corpo de prova, previamente à execução do teste, além de facilitar a distribuição uniforme de tensões na camada adesiva^{85, 86}. Os segmentos foram fixados na canaleta central do dispositivo com adesivo à base de cianoacrilato (Zapit®, Dental Ventures of America, Inc., Corona, CA, EUA – figura 30). O conjunto dispositivo/corpo de prova foi então acoplado às extremidades da Microtensile OM100 (Odeme Equipamentos Médicos e Odontológicos Ltda – figura 31), para realização do teste de microtração à velocidade de 0,5 mm/min.

Figura 29 – Segmento adaptado ao dispositivo Geraldeli 1.

Figura 30 – Segmento fixado na canaleta central do dispositivo com adesivo à base de cianoacrilato.

Figura 31 – Microtensile OM100.

A RU foi calculada de acordo com a fórmula $R=(F/A)/10$, onde “R” é a resistência (MPa), “F” é a carga (kgf) exigida para a ruptura do corpo de prova (figura 32) e “A” é a área da interface do corpo-de-prova (mm²), mensurados antes do teste.

Figura 32 – A) Leitura da carga exigida para a ruptura; e B) Segmento rompido.

As médias dos valores obtidos foram analisadas estatisticamente segundo 3-way ANOVA, teste de Tukey, intervalo de confiança de 95%. Os fatores de variação foram substrato, tratamento e concentrações de Biosilicato[®] incorporado.

3.7. Análise do padrão de fratura

As amostras fraturadas foram observadas em estereomicroscópio (Stereomaster[®] Microscope, Fisher Scientific; Waltham, MA, USA – figura 33), em aumento de 30 vezes, para análise do padrão de fratura. Os tipos de fratura foram classificados^{15, 87} em:

- Coesiva: caracterizada por falha no corpo da amostra, podendo ser no material ou na dentina;
- Adesiva: falha localizada na interface adesiva;
- Mista: combinação das anteriores.

Figura 33 – Stereomaster®.

3.8. Espectrometria de raios X por energia dispersiva (EDX)

Após a realização do teste de microtração, três amostras representativas de cada grupo foram coletadas para a análise por EDX. Os segmentos de dentina foram analisados perpendicularmente à superfície. As amostras foram posicionadas em *stub* acrílico e desidratadas em sílica durante 24 horas. Posteriormente, foram metalizadas com uma camada de 20 nm de carbono (MED 010, BAL-TEC AG, Balzers, Liechtenstein) para observação em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e análise por EDX (JSM-5600LV, JEOL, Tokyo, Japão)⁷.

Análise semi-quantitativa foi conduzida, para cada grupo tratado, para rastrear os elementos cálcio (Ca) e fósforo (P) na dentina justaposta à interface de união. Dez áreas aleatórias foram selecionadas, com resolução de 7 μm ; cada espectro foi obtido durante 100 s (tensão de 15 kV e distância de trabalho de 20 mm). Os dados foram calculados usando uma razão entre o Ca e o P como parâmetros dos raios-X emitidos. Foram realizadas três repetições para cada amostra, e a média aritmética dos valores obtidos foi considerada para a análise estatística⁷ (3-way ANOVA, teste de Tukey, intervalo de confiança de 95%).

4. *Resultados*

4. RESULTADOS

4.1. Liberação de fluoretos

Os valores de liberação de fluoretos (ppm) dos grupos obtidos com Vitrebond® e Vitremer® são apresentados no apêndice C. A comparação das médias é apresentada nas tabelas 03 e 04 e gráficos 01 e 02, respectivamente.

Tabela 03 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) de liberação de fluoretos (ppm) dos grupos obtidos com Vitrebond® (1-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

Controle	2%	6,5%
9,11 $\pm$ 1,59 B	8,35 $\pm$ 0,84 B	22,06 $\pm$ 1,23 A

Letras diferentes na linha indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Gráfico 01 – Resultados do teste de liberação de fluoretos (ppm) dos grupos obtidos com Vitrebond®.

Tabela 04 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) de liberação de fluoretos (ppm) dos grupos obtidos com Vitremer[®] (1-way ANOVA, Tukey, $p<0,05$).

Controle	2%	6,5%
4,78 $\pm$ 0,40 B	7,02 $\pm$ 0,95 A	6,01 $\pm$ 0,95 AB

Letras diferentes na linha indicam diferença estatisticamente significativa ($p<0,05$).

Gráfico 02 – Resultados do teste de liberação de fluoretos (ppm) dos grupos obtidos com Vitremer[®].

Para o Vitrebond[®], a maior ($p<0,05$) liberação de íons F^- aconteceu com a incorporação de 6,5% de Biosilicato[®] em relação aos demais grupos, que não apresentaram diferença significativa entre si ($p>0,05$). No Gráfico 01 é possível verificar a dinâmica de liberação de flúor durante o período analisado. Verifica-se que o material com 6,5% de Biosilicato[®] incorporado liberou maiores concentrações de fluoreto que as demais composições, mas todas as três apresentaram queda acentuada na liberação de flúor nos primeiros dias após a obtenção

das amostras. Amostras do grupo Controle demonstraram aumento na taxa de liberação de flúor no terceiro dia. O mesmo comportamento ocorreu para os grupos experimentais, porém mais tardiamente, no quarto dia, quando incorporado 2% de Biosilicato[®], e no sexto dia, quando incorporado 6,5% de vidro bioativo. Após esse período, os níveis de fluoreto são semelhantes para os grupos Controle e 2%, indicando estabilização dos níveis em concentrações mínimas.

Quanto ao Vitremer[®], a análise dos resultados demonstra que a incorporação de 2% de Biosilicato[®] aumentou a liberação de íons F⁻ em relação ao grupo Controle, com diferença significativa ($p < 0,05$) em relação a esse grupo, porém sem diferença significativa ($p > 0,05$) em relação ao grupo com 6,5% de Biosilicato[®], que não apresentou diferença ($p > 0,05$) em relação ao grupo Controle. Quanto à dinâmica de liberação de fluoreto nos 15 dias de análise, verificou-se que todos os grupos apresentaram comportamento muito semelhante, com queda acentuada após 2 dias da obtenção dos corpos de prova, seguido de liberação gradual em níveis mínimos e estabilização após esse período.

4.2. Atividade antimicrobiana

Os valores dos halos de inibição (mm) das amostras submetidas ao estudo da atividade antimicrobiana dos grupos obtidos com Vitrebond® e Vitremer® são apresentados no apêndice D. A comparação das médias é apresentada nas tabelas 05 e 06, respectivamente.

Tabela 05 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) dos halos de inibição (mm) dos grupos obtidos com Vitrebond® (1-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

	Controle	2%	6,5%
<i>S. mutans</i>	26,00 $\pm$ 0,00 A	26,00 $\pm$ 2,82 A	29,00 $\pm$ 1,41 A
<i>L. casei</i>	28,00 $\pm$ 0,00 A	30,67 $\pm$ 1,15 A	30,0 $\pm$ 0,00 A
<i>C. albicans</i>	–	–	–

Letras diferentes na linha indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Tabela 06 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) dos halos de inibição (mm) dos grupos obtidos com Vitremer® (1-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

	Controle	2%	6,5%
<i>S. mutans</i>	–	–	9,0 $\pm$ 0,00
<i>L. casei</i>	–	–	–
<i>C. albicans</i>	–	–	–

Letras diferentes na linha indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Não houve diferença estatisticamente significativa ($p > 0,05$) entre os halos de inibição causados pelo Vitrebond® e os cimentos experimentais com ele obtidos sobre *S. mutans* e *L. casei*, em todos os grupos estudados. Nenhum dos grupos estudados apresentou atividade antimicrobiana para o microrganismo *C. albicans*.

Com o cimento Vitremer[®], somente o grupo com 6,5% de Biosilicato[®] incorporado apresentou atividade antimicrobiana para o *S. mutans*. Para todos os demais grupos não houve atividade antimicrobiana, para nenhuma composição.

4.3. Resistência à compressão (RC)

Os valores de RC (MPa) dos grupos obtidos com Vitrebond[®] e Vitremer[®] são apresentados no apêndice E. A comparação das médias é apresentada nas tabelas 07 e 08 e gráficos 03 e 04, respectivamente.

Tabela 07 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) dos resultados de resistência à compressão (MPa) dos grupos obtidos com Vitrebond[®] (1-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

Controle	2%	6,5%
57,84 $\pm$ 3,71 A	43,48 $\pm$ 1,83 B	32,10 $\pm$ 2,56 C

Letras diferentes na linha indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Tabela 08 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) dos resultados de resistência à compressão (MPa) dos grupos obtidos com Vitremer[®] (1-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

Controle	2%	6,5%
126,89 $\pm$ 4,02 A	98,31 $\pm$ 7,31 B	86,03 $\pm$ 6,69 C

Letras diferentes na linha indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Todos os grupos obtidos, com ambos os cimentos, apresentaram valores de resistência à compressão estatisticamente diferentes entre si ($p < 0,05$), sendo que os maiores valores foram obtidos para o grupo Controle. Quanto maior a proporção de Biosilicato[®] incorporada, menores foram os valores de resistência à compressão.

Gráfico 03 – Resultados do teste de resistência à compressão (MPa) dos grupos obtidos com Vitrebond[®].

Gráfico 04 – Resultados do teste de resistência à compressão (MPa) dos grupos obtidos com Vitremer[®].

4.4. Resistência à flexão (RF)

Os valores de RF (MPa) dos grupos obtidos com Vitrebond® e Vitremer® são apresentados no apêndice F. A comparação das médias é apresentada nas tabelas 09 e 10 e gráficos 05 e 06, respectivamente.

Tabela 09 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) dos resultados de resistência à flexão (MPa) dos grupos obtidos com Vitrebond® (1-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

Controle	2%	6,5%
31,57 $\pm$ 5,11 A	25,05 $\pm$ 1,44 B	23,44 $\pm$ 1,22 B

Letras diferentes na linha indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Tabela 10 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) dos resultados de resistência à flexão (MPa) dos grupos obtidos com Vitremer® (1-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

Controle	2%	6,5%
61,39 $\pm$ 6,57 A	25,76 $\pm$ 2,21 B	34,17 $\pm$ 9,14 C

Letras diferentes na linha indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Quando comparados os valores encontrados para o cimento Vitrebond®, o grupo Controle apresentou os maiores valores de resistência à flexão, diferente estatisticamente ($p < 0,05$) dos grupos experimentais, que não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si ($p > 0,05$).

Gráfico 05 – Resultados do teste de resistência à flexão (MPa) dos grupos obtidos com Vitrebond®.

Quanto ao Vitremer®, o grupo Controle apresentou os maiores valores de resistência à flexão, diferente estatisticamente ($p < 0,05$) dos grupos experimentais, que também foram diferentes entre si ($p < 0,05$).

Gráfico 06 – Resultados do teste de resistência à flexão (MPa) dos grupos obtidos com Vitremer®.

4.5. Microdureza Knoop (KHN)

Os valores de KHN dos grupos obtidos com Vitrebond® e Vitremer® são apresentados no apêndice G. A comparação das médias é apresentada nas tabelas 11 e 12 e gráficos 07 e 08, respectivamente.

Tabela 11 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) dos resultados de microdureza Knoop dos grupos obtidos com Vitrebond® (1-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

Controle	2%	6,5%
13,31 $\pm$ 1,38 A	16,62 $\pm$ 4,53 A	14,93 $\pm$ 4,99 A

Letras diferentes na linha indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Tabela 12 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) dos resultados de microdureza Knoop dos grupos obtidos com Vitremer® (1-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

Controle	2%	6,5%
29,91 $\pm$ 4,10 A	15,39 $\pm$ 2,84 B	12,78 $\pm$ 2,10 B

Letras diferentes na linha indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Não houve diferença estatisticamente significativa ($p > 0,05$) na microdureza entre os grupos obtidos com Vitrebond®. Quando analisados os resultados com Vitremer®, verificou-se que os maiores valores de microdureza foram encontrados no grupo Controle, resultado diferente estatisticamente ($p < 0,05$) em relação aos demais grupos, que não apresentaram diferença entre si ($p > 0,05$).

Gráfico 07 – Resultados do teste de microdureza Knoop dos grupos obtidos com Vitrebond®. **Gráfico 08** – Resultados do teste de microdureza Knoop dos grupos obtidos com Vitremer®.

4.6. Resistência de união (RU)

Os valores de RU (MPa) dos grupos obtidos com Vitrebond® e Vitremer® são apresentados no apêndice H. A comparação das médias é apresentada nas tabelas 13 e 14 e gráficos 09 e 10, respectivamente.

Tabela 13 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) dos resultados de resistência de união (MPa) dos grupos obtidos com Vitrebond® (3-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

		Controle	2%	6,5%
Dentina	AAD	11,34 $\pm$ 5,91 ^{aB}	7,69 $\pm$ 4,11 ^{aA}	9,83 $\pm$ 4,25 ^{aB}
hígida	CTM	19,74 $\pm$ 7,14 ^{aA}	4,49 $\pm$ 1,81 ^{bA}	17,49 $\pm$ 5,42 ^{aA}
Dentina	AAD	11,33 $\pm$ 6,82 ^{aA}	5,83 $\pm$ 5,17 ^a	10,23 $\pm$ 6,61 ^a
cariada	CTM	6,87 $\pm$ 5,02 ^{aA}	**	**

Letras diferentes, minúsculas na linha e maiúsculas na coluna, para cada tipo de substrato, indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

** Não foi possível colher resultados, pois todos os segmentos falharam.

Tabela 14 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) dos resultados de resistência de união (MPa) dos grupos obtidos com Vitremer® (3-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

		Controle	2%	6,5%
Dentina	AAD	21,32 $\pm$ 2,36 ^{aB}	19,25 $\pm$ 4,13 ^{aA}	16,07 $\pm$ 3,95 ^{aA}
hígida	CTM	33,65 $\pm$ 15,42 ^{aA}	7,74 $\pm$ 4,34 ^{bB}	12,79 $\pm$ 5,43 ^{bA}
Dentina	AAD	16,27 $\pm$ 3,98 ^{aA}	18,56 $\pm$ 3,40 ^{aA}	14,66 $\pm$ 3,43 ^{aA}
cariada	CTM	16,82 $\pm$ 4,34 ^{aA}	6,90 $\pm$ 2,37 ^{bB}	7,09 $\pm$ 1,40 ^{bB}

Letras diferentes, minúsculas na linha e maiúsculas na coluna, para cada tipo de substrato, indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Gráfico 09 – Resultados do teste de resistência de união (MPa) dos grupos obtidos com Vitrebond®.

Barras ligadas por traços indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Gráfico 10 – Resultados do teste de resistência de união (MPa) dos grupos obtidos com Vitremer®.

Barras ligadas por traços indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Tanto para Vitrebond® quanto para Vitremer®, para cada um dos substratos, verificou-se que, tanto em dentina hígida quanto em dentina cariada artificialmente, não houve diferença estatisticamente significativa ($p>0,05$) na resistência de união quando o material foi submetido ao envelhecimento em água destilada, independentemente da concentração de Biosilicato® incorporado.

Para o Vitrebond®, a dentina hígida, quando submetida à CTM, apresentou resultados de resistência de união menor ($p<0,05$) quando restaurada com 2% de Biosilicato® incorporado ao material, em relação aos demais grupos testados, que não apresentaram diferença significativa ($p>0,05$) entre si. Para o Vitremer®, quando submetido à ciclagem termomecânica, houve diminuição significativa ($p<0,05$) quando incorporado 2% e 6,5% de Biosilicato®, resultados diferentes estatisticamente ($p<0,05$), independentemente do substrato testado. Não houve diferença ($p>0,05$) na resistência de união entre os grupos com Biosilicato® incorporado.

Não foi possível verificar a RU do Vitrebond® com Biosilicato® incorporado, pois não foram obtidos segmentos para a microtração, demonstrando que a resistência é ínfima, não alcançando um valor mínimo necessário para o teste. Dessa forma, os grupos não foram comparados. Já para o Vitremer®, quanto aos tratamentos a que os materiais foram submetidos, verificou-se que houve menor resistência de união ($p<0,05$) em amostras submetidas a CTM na concentração de 2% de Biosilicato® incorporado, independentemente do substrato estudado. O mesmo ocorreu quando foi incorporado 6,5% de Biosilicato® em restaurações sobre dentina cariada artificialmente.

Comparando os tratamentos a que os grupos foram submetidos, para o Vitrebond®, verificou-se que as amostras dos grupos Controle e 6,5% de Biosilicato® incorporado, em dentina hígida, apresentaram maior resistência de união ($p<0,05$) quando submetidos à CTM, diferente estatisticamente ($p<0,05$) dos grupos submetidos a envelhecimento em água destilada. Não houve diferença ($p>0,05$) quando 2% de Biosilicato® foi adicionado ao material, o mesmo ocorrendo para o grupo Controle em dentina cariada artificialmente. Por sua vez, o Vitremer® não apresentou diferença ($p>0,05$) na RU para a composição com 6,5% de Biosilicato® sobre dentina hígida, nem para o grupo Controle sobre dentina cariada. Houve maior ($p<0,05$) resistência de união para o grupo Controle em dentina hígida quando submetido à CTM, em relação ao envelhecimento em água destilada.

Na comparação dos substratos, tanto para Vitrebond® quanto para Vitremer®, houve diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$) apenas entre os grupos Controle submetidos a CTM, com maior resistência de união para amostras obtidas com dentina hígida, em relação à dentina cariada. Para todas as demais comparações entre os substratos, não houve diferença estatisticamente significativa ($p > 0,05$), lembrando que não foi possível comparar as amostras dos grupos com 2% e 6,5% de Biosilicato® incorporado sobre dentina cariada, conforme informado anteriormente.

4.7. Análise do padrão de fratura

Os tipos de fratura e falhas pré-teste (FPT) dos grupos obtidos com Vitrebond® e Vitremer® são apresentados no apêndice I. A distribuição (%) dos padrões de fratura é apresentada nos gráficos 11 e 12, respectivamente. Os segmentos inviáveis para teste, devido à FPT, são apresentados nas tabelas 15 e 16, respectivamente. Tais segmentos foram descartados e não foram contabilizados na análise dos resultados.

Gráfico 11 – Distribuição (%) dos padrões de fratura encontrados nos grupos obtidos com Vitrebond®.

Analisando o gráfico 11, verifica-se que, para Vitrebond®, o padrão de fratura predominante foi o tipo adesivo, enquanto que o padrão menos prevalente foi a fratura coesiva em dentina, que ocorreu apenas quando o substrato foi dentina hígida. Em dentina cariada, o segundo tipo de fratura mais prevalente foi a coesiva em material, independentemente do tipo de envelhecimento a que foi submetido.

Tabela 15 – Distribuição (%) de segmentos com falha pré-teste nos grupos obtidos com Vitrebond®.

Tratamento	Substrato	Controle	2%	6,5%
CTM	Dentina hígida	68	62	18
	Dentina cariada	71	–	–
AAD	Dentina hígida	32	39	23
	Dentina cariada	78	57	61

A maior e a menor prevalência de FPT, para o Vitrebond®, ocorreram após CTM do material, sendo mais prevalente com 2% e menos com 6,5% de Biosilicato® incorporado, em dentina hígida e cariada, respectivamente. Os demais substratos e tratamentos foram semelhantes em relação a esse tipo de falha.

Gráfico 12 – Distribuição (%) dos padrões de fratura encontrados nos grupos obtidos com Vitremer®.

Para o Vitremer[®], o padrão de fratura predominante foi o tipo coesivo em material, com exceção para o grupo com 2% de Biosilicato[®] em dentina hígida após CTM e o grupo Controle em dentina cariada após armazenamento em água destilada, que apresentaram maior incidência de fratura adesiva.

Tabela 16 – Distribuição (%) de segmentos com falha pré-teste nos grupos obtidos com Vitremer[®].

Tratamento	Substrato	Controle	2%	6,5%
CTM	Dentina hígida	12	33	0
	Dentina cariada	7	1	12
AAD	Dentina hígida	3	1	6
	Dentina cariada	13	12	20

Com Vitremer[®], houve baixa incidência de FPT. Amostras com 6,5% de Biosilicato[®] em dentina hígida, submetidas a CTM, não apresentaram nenhuma FPT, enquanto que 20% dos segmentos falharam, com a mesma porcentagem de Biosilicato[®] incorporado, em dentina cariada, quando as amostras foram armazenadas em água destilada. A maior incidência de falhas ocorreu para o grupo com 2% de Biosilicato[®] em dentina hígida submetida a CTM.

4.8. Espectrometria de raios X por energia dispersiva (EDX)

As concentrações de Ca e P (%) dos grupos obtidos com Vitrebond® e Vitremer® são apresentados no apêndice J. A comparação das médias é apresentada nas tabelas 17 e 18 e gráficos 13 e 14, respectivamente.

Tabela 17 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) da razão molar Ca/P dos grupos obtidos com Vitrebond® (3-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

		Controle	2%	6,5%
Dentina hígida	AAD	2,07 $\pm$ 0,05 ^{bB}	2,27 $\pm$ 0,03 ^{aA}	1,99 $\pm$ 0,04 ^{bA}
	CTM	2,19 $\pm$ 0,03 ^{aA}	2,03 $\pm$ 0,10 ^{bB}	2,02 $\pm$ 0,02 ^{bA}
Dentina cariada	AAD	2,00 $\pm$ 0,03 ^{aA}	1,97 $\pm$ 0,01 ^{aA}	1,99 $\pm$ 0,05 ^{aA}
	CTM	1,99 $\pm$ 0,03 ^{aA}	1,98 $\pm$ 0,03 ^{aA}	1,96 $\pm$ 0,02 ^{aA}

Letras diferentes, minúsculas na linha e maiúsculas na coluna, para cada tipo de substrato, indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Tabela 18 – Comparação das médias ($\pm$ desvio padrão) da razão molar Ca/P dos grupos obtidos com Vitremer® (3-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

		Controle	2%	6,5%
Dentina hígida	AAD	2,15 $\pm$ 0,03 ^{aA}	2,06 $\pm$ 0,07 ^{aA}	2,10 $\pm$ 0,06 ^{aA}
	CTM	2,23 $\pm$ 0,03 ^{aA}	2,00 $\pm$ 0,02 ^{bA}	2,10 $\pm$ 0,04 ^{cA}
Dentina cariada	AAD	2,13 $\pm$ 0,02 ^{aA}	2,24 $\pm$ 0,10 ^{bA}	2,04 $\pm$ 0,06 ^{aA}
	CTM	2,03 $\pm$ 0,01 ^{aA}	1,87 $\pm$ 0,05 ^{bB}	2,69 $\pm$ 0,05 ^{cB}

Letras diferentes, minúsculas na linha e maiúsculas na coluna, para cada tipo de substrato, indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Gráfico 13 – Resultados da análise da razão molar Ca/P do Vitrebond®.

Barras ligadas por traços indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Gráfico 14 – Resultados da análise da razão molar Ca/P do Vitremer®.

Barras ligadas por traços indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Para o Vitrebond[®], em dentina hígida, a incorporação de 2% de Biosilicato[®] aumentou a relação Ca/P quando submetido ao AAD; por sua vez, diminuiu essa relação quando submetido a CTM, independentemente da proporção incorporada, sem diferença entre elas. Já em dentina cariada, não houve diferença na relação Ca/P ($p>0,05$) quando incorporadas diferentes proporções de Biosilicato[®], independentemente do tipo de envelhecimento. Quanto à comparação entre os substratos, sob um mesmo tratamento, houve menor ($p<0,05$) relação Ca/P em dentina cariada quando submetida a CTM no grupo Controle. Quando submetida ao AAD, houve diminuição da proporção Ca/P no grupo que incorporou 2% de Biosilicato[®], em dentina cariada.

Para o Vitremer[®], a incorporação de 2% de Biosilicato[®] diminuiu a relação Ca/P tanto em dentina hígida quanto em dentina cariada, quando submetidas a CTM. Quando incorporado 6,5% de Biosilicato[®], submetido ao mesmo tratamento, houve aumento dessa proporção, em relação a 2% para dentina hígida, apesar de se apresentar em menor proporção em relação ao grupo Controle. Quando submetidas ao AAD, houve um aumento na relação Ca/P com a incorporação de 2% de Biosilicato[®], também em dentina cariada. Não houve diferença ($p>0,05$) na proporção Ca/P quando sobre dentina hígida. Quando comparados os substratos, verificou-se que houve diferença na proporção Ca/P entre dentina hígida e cariada quando incorporados 2% de Biosilicato[®], aumentando a proporção para o segundo substrato. Quando submetidos a CTM, houve diminuição da relação Ca/P para os grupos Controle e 2%, mas significativo aumento ($p<0,05$) no grupo 6,5% em dentina cariada.

5. Discussão

5. DISCUSSÃO

Este estudo teve por objetivo incorporar diferentes concentrações de vitrocerâmica bioativa a CIVMR comerciais utilizados para forramento e restauração e caracterizá-los em diferentes propriedades, além de avaliar a influência do envelhecimento artificial sobre a RU dos materiais experimentais à dentina hígida e cariada artificialmente. Partiu-se da hipótese de que não haveria diferença, entre os materiais, nas propriedades testadas, independentemente da porcentagem de vitrocerâmica bioativa incorporada ou método de envelhecimento utilizado. De acordo com os resultados encontrados, a hipótese do estudo pode ser parcialmente aceita, uma vez que a incorporação de diferentes concentrações de Biosilicato® influenciou negativamente nas propriedades mecânicas e não melhorou a resistência de união à dentina, mas houve maior liberação de flúor e maior relação Ca/P em determinadas composições.

A incorporação de vitrocerâmica bioativa em materiais odontológicos representa uma oportunidade promissora para a remineralização da dentina deficiente em minerais, tal como a afetada por cárie, na medida em que fornecerá íons de cálcio e fosfato^{51, 56}. Uma vez que esses se difundem e encontram o colágeno deficiente em mineral, poderão atuar como nucleadores, facilitando assim a remineralização intrínseca e extrínseca do mesmo^{29, 30, 37, 54}.

A adesão dos CIV e CIVMR deve-se à ligação iônica do fosfato de cálcio da estrutura dentária aos grupos carboxílicos do ácido poliacrílico do cimento e formação de ligações com os íons cálcio da hidroxiapatita³⁶. Os CIVMR apresentam também ligações iônicas à hidroxiapatita do colágeno⁸⁸. Assim, era esperado que a incorporação do vidro bioativo a esse material pudesse levar ao aumento da união entre o material restaurador e a dentina, uma vez que estudos anteriores demonstraram precipitação de cálcio na interface dentina/CIVMR^{29, 51}.

Vários estudos foram realizados com objetivo de definir a proporção ideal de vidro bioativo a ser incorporado ao CIVMR, para que não houvesse diminuição das propriedades mecânicas do material^{29, 30, 32, 46, 53, 54, 74}. Após a realização de estudo-piloto prévio, as concentrações de 2% e 6,5% de Biosilicato® foram estabelecidas. Diversas P/L também foram analisadas em estudos anteriores^{29, 30, 32, 53, 89}, e foi constatado que o aumento da quantidade de pó em relação ao líquido aumenta o tempo de presa do material experimental⁵³ e interfere em suas propriedades mecânicas⁹⁰. Assim, neste estudo foi utilizada a P/L recomendada pelo fabricante.

Como os íons F^- não participam da reação de presa dos CIV, eles são liberados no ambiente bucal, o que torna essa categoria de materiais importante coadjuvante para a prevenção de cáries^{22,34,38}. Porém, até o momento, ainda não foi estabelecido se as quantidades de fluoretos liberados pelos CIV são suficientes para impedir o aparecimento de lesões^{19, 22, 39}.

A liberação de fluoretos pode ser influenciada por diversos fatores, como formulação, solubilidade ou porosidade do material, temperatura ambiente, P/L, manipulação^{1, 34, 52}, área da superfície exposta³⁴ e pH^{38, 39, 47}.

Embora ainda não se saiba o motivo, o Vitrebond® apresenta a maior liberação de fluoretos, quando comparado aos CIV convencionais³⁸. Os resultados encontrados para os grupos Controle deste estudo concordam com estudos anteriores, que verificaram a liberação de fluoretos do Vitrebond®³⁸ e do Vitremer®^{6, 47}. Porém, grupos experimentais apresentaram aumento significativo na liberação de fluoretos, corroborando resultados de estudos anteriores^{30, 34, 52}, que demonstraram que os CIV que contêm vidro bioativo liberam mais fluoretos do que CIV convencionais, em curto prazo, sendo a quantidade de fluoretos liberada proporcional à quantidade de vidro bioativo adicionada^{30, 52}. As causas desse fenômeno ainda não foram esclarecidas.

Nas primeiras 24 horas após a reação ácido-base inicial entre o vidro e o ácido polialcenoico, ocorre alta liberação inicial de fluoretos^{1, 34}. Após acentuada queda no segundo dia, a liberação de fluoretos diminui gradualmente a baixos níveis em longo prazo^{1, 6, 34}, em decorrência de equilíbrio entre a lixiviação erosiva de partículas de vidro na maior parte do cimento e a difusão do fluoreto liberado através da matriz de cimento¹. As altas taxas de fluoreto liberado nas primeiras 24h são importantes para a remineralização e para a redução da viabilidade bacteriana na dentina cariada¹, que configura a importância dos efeitos antimicrobianos dos CIV^{6, 22, 25, 28, 34, 38, 57, 63}.

Quanto às propriedades antimicrobianas, os mecanismos pelos quais o flúor pode interferir com o metabolismo bacteriano e a acidogenicidade da placa dentária incluem a inibição das enzimas bacterianas enolase e ATPase, bem como a colonização e competição bacteriana. Além disso, as enzimas intracelulares ou associadas à placa, tais como fosfatase ácida, pirofosfatase, peroxidase e catalase, podem ser afetadas por íons fluoreto³⁴.

Um estudo que comparou a liberação de flúor e alumínio de diferentes materiais demonstrou que o Vitremer® liberou a maior quantidade de alumínio, e foi o mais eficaz na redução da acidogenicidade de biofilmes de *Streptococcus mutans*. Ele também afetou

significativamente a formação e composição do biofilme, sugerindo que o alumínio liberado pelos materiais ionoméricos pode aumentar, sinergicamente, os efeitos antimicrobianos dos fluoretos⁹¹.

O método de difusão em ágar é usualmente utilizado para avaliar a atividade antimicrobiana de produtos odontológicos⁹², e também foi considerado adequado para avaliar a atividade do Biosilicato[®], isoladamente, contra microrganismos orais⁶³, incluindo os três utilizados neste estudo (*S. mutans*, *L. casei* e *C. albicans*).

Os resultados encontrados são notáveis, considerando que nenhum elemento antimicrobiano, como prata e gálio, está presente na composição do Biosilicato^{®57}. A atividade antimicrobiana dos vidros bioativos e da vitrocerâmica bioativa não é totalmente compreendida e pode ser vinculada a vários fatores⁵⁷. No entanto, a sua superfície altamente reativa, quando em pó, e a capacidade de aumentar o pH das suspensões aquosas são provavelmente características importantes que levam à inibição do crescimento de bactérias⁵⁷. O pH básico da solução torna o vidro bioativo mais solúvel devido à presença de OH⁻, que tem a capacidade de clivar as cadeias de sílica^{59, 67}. Quando um material à base de sílica bioativa entra em contato com solução aquosa, há aumento no pH, devido à lixiviação de íons Na⁺ e Ca²⁺ da superfície do material para a solução⁶³. O Biosilicato[®] particulado tem demonstrado aumentar o pH de soluções aquosas de 5,0 para 8,7 em 35 minutos⁵⁹, o que pode levar à lesão celular bacteriana ou à inativação de enzimas produzidas pelas bactérias^{57, 63}. Uma vez que a atividade antimicrobiana é um requisito desejável para um material odontológico, a ação antimicrobiana do Biosilicato[®] pode agregar várias vantagens^{59, 67, 93}.

Embora a literatura científica não ofereça estudos que avaliem a atividade antibacteriana do Vitrebond[®] e Vitremer[®], puros ou com vidro bioativo incorporado, utilizamos, para comparação, um estudo⁹⁴ que avaliou a inibição antibacteriana desses materiais, por difusão em ágar, sobre amostras de dentina cariada contendo diferentes microrganismos cariogênicos. Os halos de inibição apresentaram valores semelhantes aos encontrados para o Biosilicato[®] puro⁶³, mas inferiores aos encontrados neste estudo, sugerindo que a incorporação de Biosilicato[®] aos CIVMR testados aumentam o potencial antimicrobiano de ambos os materiais.

Apesar de estudos anteriores terem demonstrado efeitos positivos de bioatividade em CIVMR com vidro bioativo^{30, 52}, esses materiais apresentaram propriedades mecânicas inferiores aos CIVMR^{30, 46, 54}. A precipitação de uma camada rica em Ca foi observada nas superfícies externas, *in vitro*⁵², nas proximidades da interface restauração-dentina, e em áreas

mais profundas de túbulos dentinários, *in vivo*³⁰. Porém, este estudo corrobora resultados de pesquisas anteriores^{30, 32, 43}, que também apresentaram diminuição na resistência à compressão de cimentos experimentais de Biosilicato® incorporado a CIVMR.

A RC dos CIV decorre das partículas de carga, que suportam a carga das forças compressivas, e não da matriz, que é fraca⁹⁵. É sabido que o vidro bioativo foi desenvolvido para ser liberado pela matriz e contribuir para a inicialização da mineralização cálcio-fosfato, em um meio rico nesses minerais⁵⁸. Assim, durante a liberação do vidro bioativo, é esperada redução na resistência do material^{30, 43}.

Além disso, aumentar a P/L do material ajudaria a aumentar sua resistência^{27, 74, 95} mas, como explicado anteriormente, este estudo manteve a proporção recomendada pelo fabricante, a fim de manter o tempo de trabalho razoável para a prática clínica.

Alteração na viscosidade pode interferir seriamente na resistência desses materiais híbridos³⁵. O vidro bioativo utilizado neste estudo apresenta tamanho médio de partícula em torno de 4 µm, menor do que o utilizado em outros estudos (20 µm)^{30, 52, 54}. Mas se partículas menores são utilizadas, maior quantidade de líquido é necessária para obter adequada consistência, e essa quantidade aumentada de líquido dá origem a um material mais fraco^{30, 46}.

Também tem sido relatado que os íons cálcio liberados pelo Biosilicato® podem reagir com grupos carboxila, impedindo ligações cruzadas entre a carboxila e os íons alumínio⁵⁴. Ana et al.⁵⁴ demonstraram que quantidade significativa de Al³⁺ foi perdida após substituição de proporções de pó de CIV por vidro bioativo. O Al³⁺ é o maior contribuinte para aumentar a resistência mecânica, porque acredita-se formar ligações cruzadas tridimensionais após reagir com o ácido poliacrílico, e não com outros cátions, como Ca²⁺, Si⁴⁺ ou Sr²⁺^{96, 97}. As partículas de vidro bioativo apresentam tamanho similar às micropartículas não-reagidas de vidro; assim, o vidro bioativo não é suficientemente compacto para produzir estrutura menos defeituosa. Consequentemente, há maior potencial para defeitos de resistência mecânica⁹⁸.

O teste de resistência à flexão em três pontos foi estabelecido como o teste primário de resistência para materiais restauradores odontológicos resinosos^{99, 100} e, portanto, foi um dos métodos apropriados para comparar as propriedades de resistência para os materiais utilizados neste estudo.

De acordo com os resultados, é possível rejeitar parcialmente a hipótese nula para o Vitrebond®, uma vez que houve diferença estatística apenas entre o grupo Controle e os

experimentais, mas não entre esses últimos. Além disso, a hipótese pode ser rejeitada totalmente para o Vitremer[®], pois houve diferença entre todos os grupos estudados.

Esses resultados não surpreendem, uma vez que estudos anteriores demonstraram que os CIV são materiais frágeis, com baixa RF^{26, 32, 35, 74} e que a incorporação de vidro bioativo aos CIVMR reduziu a RF do material³².

Em relação à microdureza Knoop, podemos aceitar parcialmente a hipótese nula, uma vez que não houve diferença significativa entre os grupos obtidos com Vitrebond[®], mas houve redução nos grupos experimentais obtidos com Vitremer[®], em relação ao grupo Controle.

As alterações encontradas neste estudo provavelmente estão relacionadas com a reatividade do vidro bioativo. Em CIVMR, os íons se precipitam principalmente na superfície do material, e não internamente^{30, 52}.

Até então, nenhum estudo havia demonstrado progressos na tentativa de melhorar as propriedades mecânicas dos CIV com vidro bioativo incorporado; porém, um estudo recente demonstrou que a incorporação de partículas de tamanhos nanométricos conseguiu aumentar as RC e RF desse tipo de material²⁸. Já a microdureza e a RU não haviam se alterado, quando nanopartículas de vidro bioativo foram incorporadas ao CIV²².

A adesão à dentina pelos CIV após a incorporação de vidro ativo ainda não foi amplamente avaliada^{46, 55}. Os CIV se aderem micromecanicamente à dentina tanto pela infiltração da rede de colágeno que sofreu quelação pelo ácido poliacrílico quanto pela adesão química obtida pela interação iônica dos grupos carboxila do ácido poliacrílico com os íons cálcio e fosfato da HA^{10, 22, 33, 36}. Os íons cálcio e fosfato são deslocados juntamente, levando ao desenvolvimento de uma camada de cimento enriquecida com íons, que está firmemente presa ao dente¹⁰.

A formação de união entre o vidro bioativo e a estrutura dentária tem sido descrita como uma união química com o colágeno da dentina^{51, 58}. Assim, uma estrutura intacta de suporte de colágeno é necessária para promover a remineralização pelo vidro bioativo e, consequentemente, restaurar a resistência da dentina remineralizada^{37, 55}. As alterações orgânicas e minerais que ocorrem em dentina afetada por cárie tornam a adesão mais complexa do que na dentina hígida^{7, 17, 101}. O aumento do conteúdo de água e a maior permeabilidade da dentina afetada por cárie são preocupações que podem comprometer a qualidade e/ou estabilidade da adesão com o passar do tempo⁷.

Este estudo utilizou dentina cariada artificialmente, ao invés da naturalmente cariada. As lesões cariosas artificiais apresentam como vantagens a criação de superfícies homogêneas e a padronização do grau de desmineralização da dentina^{15, 37}. Para a simulação do substrato cariado, foi realizado o desafio cariogênico, com ciclagem de pH^{76, 77}. Entretanto, para interagir com sucesso com os vidros bioativos, *in vitro*, é fundamental que a solução desmineralizante dissolva seletivamente os minerais, mas preserve o colágeno relativamente não-afetado do dente³⁷, pois a infiltração de colágeno não-íntegro aos sistemas resinosos é impossível, gerando ausência de união e, conseqüentemente, falha na restauração²¹.

Atualmente, o método mais apropriado para o teste de resistência de união *in vitro*, e que fornece valores mais aproximados aos da condição clínica, é o teste de microtração após envelhecimento artificial das amostras aderidas ao substrato^{93, 102}. Vários métodos têm sido propostos para reproduzir situações clínicas e o meio ambiente bucal^{87, 103}. Em condições clínicas, restaurações adesivas são afetadas por água, saliva, alterações térmicas, ataques químicos e forças mastigatórias^{87, 104}. Esses fatores podem, individual ou coletivamente, danificar o colágeno e degradar a união adesiva com a dentina^{104, 105}.

Um estudo comparou diferentes metodologias de envelhecimento e concluiu que a resistência de união diminuiu em aproximadamente 50% em todas elas⁸⁷, comprovando que elas podem ser utilizadas com sucesso para promover a degradação da interface adesiva com a dentina, embora cada metodologia tenha seus próprios mecanismos, características e escopo de aplicação. Este estudo utilizou o AAD, como controle, e a CTM.

O armazenamento em água é o modelo de envelhecimento artificial mais comum para estudo da degradação da interface resina-dentina porque pode simular o meio intraoral úmido, em que a restauração está sempre envolvida por saliva^{87, 102, 104, 106}, além do que a água é crucial para a degradação dos materiais restauradores resinosos¹⁰⁶.

Os dentes são constantemente submetidos a esforços durante a mastigação, deglutição e hábitos parafuncionais, como o bruxismo^{3, 89}. A carga vertical introduzida pelo bolo alimentar entre dentes antagonistas pode ser distribuída por toda a superfície oclusal, e o estresse será disseminado ao longo da superfície, resultando em degradação mecânica da interface adesiva¹⁰⁵, tornando-se um desafio para a sobrevivência da união em longo prazo¹⁰⁵⁻¹⁰⁷.

Assim, a utilização do estresse dinâmico em testes de materiais restauradores odontológicos é importante, uma vez que métodos quasi-estáticos podem não ser suficientes para o entendimento das propriedades da fadiga na interface de união^{24, 107}. Essa foi a razão de

simularmos a mastigação submetendo as amostras à CTM, como outros autores, embora ainda não se tenha chegado a uma padronização sobre a quantidade de ciclos, temperatura, tempo de armazenamento, carga e frequência^{81, 87, 89, 90, 106-108}, mesmo após regulamentação desse tipo de teste¹⁰⁹.

A utilização combinada da CTM com os testes de resistência de união por microtração (μ TBS) possibilita avaliar, *in vitro*, a durabilidade da resistência adesiva sob condições mais relevantes, clinicamente, do que os testes estáticos de resistência de união^{31, 81, 102, 107} ou de cisalhamento^{24, 31}. Embora seja uma técnica sensível, por exigir equipamentos específicos e operadores experientes, a variabilidade estrutural do substrato é limitada, permitindo, assim, uma análise mais precisa da resistência adesiva⁸².

Existe grande controvérsia sobre se as amostras que falharam durante o preparo deveriam ser incluídas, com valor 0, na análise das médias de resistência de união, ou se elas deveriam ser descartadas, para evitar vieses⁸². Um estudo anterior, que obteve menos do que 2% de FPT, não as contabilizou na análise⁴⁶. Seguindo essa linha de raciocínio, o presente estudo descartou as amostras que sofreram FPT, que foram posteriormente relacionadas e contabilizadas, para cada grupo de estudo.

Houve significativa diminuição da RU após a incorporação do Biosilicato[®]. Uma das possíveis explicações a esse fato está relacionada com a liberação de fluoretos, uma vez que os CIV com vidro bioativo incorporado liberam mais flúor do que os CIV convencionais^{34, 52}, refletindo, assim, em propriedades mecânicas inferiores⁶. Além disso, durante a liberação do vidro bioativo é esperada redução na resistência do material^{30, 43}, conforme discutido anteriormente. Outra possível causa, também discutida anteriormente, é a liberação de íons cálcio pelo Biosilicato[®], que reagem com grupos carboxila, impedindo as ligações cruzadas entre a carboxila e o alumínio⁵⁴ e interferindo negativamente na resistência mecânica⁹⁸.

O presente estudo também apresentou diferenças significativas na RU entre grupos submetidos aos diferentes métodos de envelhecimento, para o mesmo substrato. No AAD, o único agente deletério é a água; na CTM, além da água, também agem a carga mecânica e a temperatura. Isso explica porque a CTM gerou valores menores de RU em relação ao AAD.

Outros estudos demonstraram que a RU diminuiu após AAD, mesmo em períodos relativamente curtos^{45, 46}, provavelmente devido ao aumento da solubilidade e diminuição das propriedades mecânicas desses novos materiais híbridos⁴⁶. Outro fator que pode estar envolvido é a chamada camada de absorção, como foi observado em CIVMR por Sidhu et al.¹¹⁰. A

absorção local de água por componentes de resina resulta em inchaço local do material. Essa camada de absorção pode então aumentar o fluxo de água através do material e, consequentemente, acelerar o processo de envelhecimento, embora não seja uma causa de falha em curto prazo⁴⁵.

Outro achado interessante deste estudo é o fato de que a CTM aumentou a RU dos grupos controle, em dentina hígida. A provável explicação volta a ser a liberação de flúor, que é menor quando não há vidro bioativo incorporado⁵², refletindo em melhores propriedades mecânicas⁶. Além disso, outros estudos demonstram que a RU em dentina hígida é significativamente maior do que em dentina cariada^{7, 87, 111}, indicando que a adesão à dentina cariada não é um procedimento adequado, em comparação à dentina hígida, principalmente por longos períodos^{7, 17}, por causa do aumento do conteúdo de água e maior permeabilidade da dentina cariada⁷, já discutidos anteriormente.

Um importante aspecto do estudo da resistência adesiva de um material restaurador é a classificação dos padrões de fratura e a análise fractográfica das amostras submetidas ao teste de μ TBS, que correlacionam a resistência de união com o tipo de fratura ocorrida¹⁵. Dependendo da prevalência de certo tipo de padrão de fratura, pode-se determinar se o material em questão é frágil, ou se a união com o tecido dentário é fraca.

No presente estudo, verificou-se que padrão de fratura predominante para os grupos obtidos com o Vitrebond® foi do tipo adesivo, que, em dentina cariada, pode estar relacionado a problemas com as fibrilas colágenas parcialmente desnaturadas¹⁷ e/ou à infiltração incompleta do material na dentina desmineralizada, devido aos depósitos minerais presentes nos túbulos^{3, 7, 104}. Esse padrão predominante indica que a função oclusal ou a carga mecânica *in vitro* foram identificadas como fator significativo para o envelhecimento das restaurações que falharam. Tal influência pode ser simplesmente devido à fadiga da interface, onde os estresses cíclicos aceleram a degradação da interface¹².

Por sua vez, os grupos obtidos com o Vitremer® apresentaram predominância do tipo coesivo em material, demonstrando que a resistência de união à dentina é mais forte que a própria resistência coesiva do material⁴⁵. Em outras palavras, os materiais obtidos com o Vitremer® podem ter se degradado mais rapidamente do que a própria resistência de união⁴⁵, ou a inclusão do Biosilicato® diminuiu a resistência mecânica do material a níveis inferiores à RU.

O grande número de falhas coesivas em dentina para os grupos cariados pode estar relacionado à combinação entre o armazenamento em longo prazo e as propriedades mecânicas mais baixas da dentina alterada por cárie⁷, que provavelmente se fraturou quando a força de ligação excedeu a força coesiva da dentina^{7, 17}. Já para a dentina hígida, essa predominância de fratura coesiva pode ser interpretada como uma menor resistência à tração do material, em vez da sua verdadeira resistência adesiva à dentina¹⁵.

O alto número de FPT nos grupos cariados refletem a fraca RU obtida por esses grupos¹⁵. Já os grupos obtidos com o Vitremer[®] apresentaram baixa incidência de falhas pré-teste.

Outros fatores podem diminuir significativamente a RU, como: bolhas de ar, trincas e lacunas, que podem desencadear falhas ou estresse e, portanto, diminuir consideravelmente a resistência^{81, 82}. As variações de temperatura, nas amostras submetidas à CTM, podem gerar microtrincas, devido às diferenças de coeficiente de expansão térmica⁶¹. No CIVMR, as fissuras podem ocorrer devido ao ressecamento. A dentina contém cerca de 30% de matéria orgânica, que encolhe durante a secagem, resultando em tensões crescentes que podem levar a rachaduras dentro da dentina ou próximo à interface; as interfaces suportam esse ressecamento melhor do que as restaurações ou a própria dentina, o que pode resultar em fraturas do tipo coesiva²⁹.

A importância deste estudo está relacionada à análise do potencial remineralizador de dentina pelo material experimental^{11, 30, 37, 43, 46, 52, 53, 58}, isto é, à proporção Ca/P. Do ponto de vista de prevenção à cárie, uma dentina mais mineralizada não será apenas mais resistente a forças mecânicas, mas também poderá dificultar o acúmulo e penetração bacteriana, impedindo um processo potencialmente recorrente de cárie¹¹.

Os valores de Ca/P tendem a ser menores em dentina cariada, devido à menor disponibilidade de íons Ca^{2+} no substrato desmineralizado¹¹². Nos grupos obtidos com Vitrebond[®], no presente estudo, a presença do Biosilicato[®] não aumentou a proporção Ca/P, mas foi suficiente para manter os níveis de minerais disponíveis. Por sua vez, os grupos obtidos com Vitremer[®] apresentaram aumento na disponibilidade mineral, embora esse fato não tenha refletido na resistência de união. Esses resultados corroboram os achados de estudos anteriores^{29, 32}, que verificaram aumento no conteúdo mineral ao longo do tempo, quando houve incorporação de vidro bioativo.

Uma das características do Biosilicato[®] é a eluição na presença de água, proporcionando a liberação de íons^{29, 30, 46, 52}. Estudos demonstraram que os CIVMR contendo vidro bioativo

liberam íons necessários para a precipitação de Ca e P, *in vivo*, e que o início da formação de apatita é diretamente dependente da quantidade de vidro bioativo presente no material restaurador^{29, 52}. Como a matriz polimérica do CIVMR é de natureza hidrofílica, a maior absorção de água ao longo do tempo propicia a ocorrência de reações superficiais nas partículas de vidro bioativo. As maiores quantidades de Ca e P foram encontradas na superfície dos materiais com maior concentração de vidro bioativo incorporado²⁹. O fosfato é essencial para promover uma mineralização extrafibrilar. Já o ácido policarboxílico, presente no Vitrebond® e no Vitremer®, é um fator necessário para uma durável mineralização intrafibrilar.⁴⁶

Compostos que contêm fósforo são muito mais solúveis do que os que não o contêm; os íons cálcio também são liberados mais rapidamente e atingem um máximo em solubilidade na presença de fósforo na composição. Quanto maior a quantidade de fósforo presente, mais bioativo é o material^{58, 113}. A presença de P₂O₅ na composição do Biosilicato® aumenta sua afinidade com o cálcio da dentina, uma vez que esse componente atua como sequestrante de cálcio^{93, 113}; portanto, esse vidro bioativo apresenta excelente habilidade de induzir a precipitação cálcio-fosfato e subsequente cristalização em HA, na presença de água^{8, 60}. A contínua liberação de Ca/P pode induzir a remineralização e recuperação mecânica de dentina deficiente em minerais devido a uma boa associação dos minerais com a matriz orgânica^{2, 8}.

Estudos têm demonstrado que a carga cíclica promove remineralização^{3, 114}, provavelmente pela presença de cristais minerais remanescentes na dentina parcialmente desmineralizada, que podem ter contribuído para criar novos segmentos de crescimento de apatita^{13, 114}. Em geral, esse crescimento mineral estimulado pela carga mecânica contribui para o aumento das propriedades mecânicas do material^{3, 114}.

Embora a diminuição na RU encontrada no AAD seja relatada como similar à da saliva artificial⁹³, o mesmo não acontece em relação à liberação de Ca/P. Estudos anteriores demonstraram que a presença de saliva, ou fluidos análogos que também concentram Ca e P, estimula a imediata troca de íons sódio e hidrogênio, induzindo uma rápida liberação de íons cálcio e fosfato e sua precipitação na superfície das restaurações^{8, 10, 29, 43, 58}. A reação entre vidro bioativo e saliva, natural ou simulada, gera depósitos de HCA nas fibrilas colágenas desmineralizadas, proporcionando a remineralização da dentina^{37, 43}. Amostras que foram armazenadas em água destilada apresentaram diminuição nas concentrações de cálcio, silício, fósforo e sódio, porque, em soluções livres de eletrólitos, ocorrem apenas efeitos de corrosão, mas nenhuma formação de cristais ou precipitação¹¹⁵.

Outras abordagens apresentaram sucesso na incorporação de vidro bioativo aos CIVMR. Najeeb et al. (2016)²² relataram que a introdução de apatitas de tamanho nanométrico não apenas melhorou as propriedades mecânicas dos CIVMR, como também aumentou a liberação de fluoretos, *in vitro*. Aumentando a cristalinidade da matriz, os cristais de apatita poderiam tornar o cimento mais estável e melhorar a resistência de união com a estrutura dentária²². Fernandes et al. (2017)⁶⁵ conseguiram melhorar o desempenho biológico de enxertos ósseos, por meio da introdução do PLGA – poli(ácido láctico-co-glicólico) – ao vidro bioativo. Kim et al. (2017)²⁸ conseguiram melhorar bioatividade e propriedades mecânicas do material experimental, *in vitro*, utilizando a quitosana como adesivo biológico entre o vidro bioativo e o vidro de fluoraminosilicato de cálcio dos CIVMR.

Assim, embora a incorporação de vidro bioativo ao CIV continue sendo uma promissora solução para melhorar as propriedades físicas e mecânicas do material, bem como sua bioatividade, quanto ao potencial de indução de remineralização da dentina afetada por cárie, os resultados deste estudo sugerem que novos estudos são necessários, explorando novas possibilidades de incorporação, como a redução do tamanho das partículas de vidro para a escala nanométrica, ou até mesmo sua funcionalização, a fim de que os efeitos positivos sobre a bioatividade sejam alcançados de maneira que as propriedades físicas e mecânicas do material não sejam prejudicadas.

6. Conclusões

6. CONCLUSÕES

De acordo com os resultados encontrados, podemos concluir que:

1. A incorporação de Biosilicato® não melhorou as propriedades físicas, mecânicas e microbiológicas do material, mas proporcionou maior liberação de fluoretos por esses materiais.
2. A incorporação de Biosilicato® não resultou em maior resistência de união dos materiais experimentais à dentina hígida e cariada artificialmente.
3. A ciclagem termomecânica foi um fator significativo para a resistência de união e potencial remineralizador do CIVMR, com e sem o Biosilicato® incorporado.

Referências

REFERÊNCIAS

1. Upadhyay S, Rao A, Shenoy R. Comparison of the amount of fluoride release from nanofilled resin modified glass ionomer, conventional and resin modified glass ionomer cements. *Journal of Dentistry (Tehran, Iran)*. 2013;10(2):134.
2. Mitchell JC, Musanje L, Ferracane JL. Biomimetic dentin desensitizer based on nano-structured bioactive glass. *Dental Materials*. 2011;27(4):386-93.
3. Toledano M, Aguilera FS, Sauro S, Cabello I, Osorio E, Osorio R. Load cycling enhances bioactivity at the resin-dentin interface. *Dental Materials*. 2014;30(7):E169-E88.
4. Ngo H, Opsahl-Vital S. Minimal intervention dentistry II: part 7. Minimal intervention in cariology: the role of glass-ionomer cements in the preservation of tooth structures against caries. *British Dental Journal*. 2014;216(10):561-5.
5. Banerjee A, Thompson ID, Watson TF. Minimally invasive caries removal using bio-active glass air-abrasion. *Journal of Dentistry*. 2011;39(1):2-7.
6. Cabral MFC, Martinho RLM, Guedes-Neto MV, Rebelo MAB, Pontes DG, Cohen-Carneiro F. Do conventional glass ionomer cements release more fluoride than resin-modified glass ionomer cements? *Restorative dentistry & endodontics*. 2015;40(3):209-15.
7. Costa AR, Garcia-Godoy F, Correr-Sobrinho L, Naves LZ, Raposo LHA, Carvalho FG, et al. Influence of different dentin substrate (caries-affected, caries-infected, sound) on long-term μ TBS. *Brazilian Dental Journal*. 2017;28(1):16-23.
8. Sauro S, Osorio R, Watson TF, Toledano M. Therapeutic effects of novel resin bonding systems containing bioactive glasses on mineral-depleted areas within the bonded-dentine interface. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*. 2012;23(6):1521-32.
9. Sauro S, Watson TF, Thompson I, Banerjee A. One-bottle self-etching adhesives applied to dentine air-abraded using bioactive glasses containing polyacrylic acid: An *in vitro* microtensile bond strength and confocal microscopy study. *Journal of Dentistry*. 2012;40(11):896-905.
10. Sauro S, Watson TF, Thompson I, Toledano M, Nucci C, Banerjee A. Influence of air-abrasion executed with polyacrylic acid-Bioglass 45S5 on the bonding performance of a resin-modified glass ionomer cement. *European Journal of Oral Sciences*. 2012;120(2):168-77.
11. Peters MC, Bresciani E, Barata TJE, Fagundes TC, Navarro RL, Navarro MFL, et al. *In vivo* dentin remineralization by calcium-phosphate cement. *Journal of Dental Research*. 2010;89(3):286-91.
12. Toledano M, Aguilera FS, Osorio E, Cabello I, Toledano-Osorio M, Osorio R. Functional and molecular structural analysis of dentine interfaces promoted by a Zn-doped self-etching adhesive and an *in vitro* load cycling model. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2015;50:131-49.
13. Bertassoni LE, Habelitz S, Pugach M, Soares PC, Marshall SJ, Marshall GW. Evaluation of surface structural and mechanical changes following remineralization of dentin. *Scanning*. 2010;32(5):312-9.

14. Sonoda H, Banerjee A, Sheriff M, Tagami J, Watson TF. An *in vitro* investigation of microtensile bond strengths of two dentine adhesives to caries-affected dentine. *Journal of Dentistry*. 2005;33(4):335-42.
15. Choi K, Oshida Y, Platt JA, Cochran MA, Matis BA, Yi K. Microtensile bond strength of glass ionomer cements to artificially created carious dentin. *Operative Dentistry*. 2006;31(5):590-7.
16. Tyas MJ, Anusavice KJ, Frencken JE, Mount GJ. Minimal intervention dentistry - a review - FDI Commission Project 1-97. *International Dental Journal*. 2000;50(1):1-12.
17. Yoshiyama M, Tay FR, Doi J, Nishitani Y, Yamada T, Itou K, et al. Bonding of self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. *Journal of Dental Research*. 2002;81(8):556-60.
18. Marti LM, Mata M, Ferraz-Santos B, Azevedo ER, Giro EMA, Zuanon ACC. Addition of chlorhexidine gluconate to a glass ionomer cement: a study on mechanical, physical and antibacterial properties. *Brazilian dental journal*. 2014;25(1):33-7.
19. Takahashi Y, Imazato S, Kaneshiro AV, Ebisu S, Frencken JE, Tay FR. Antibacterial effects and physical properties of glass-ionomer cements containing chlorhexidine for the ART approach. *Dental Materials*. 2006;22(7):647-52.
20. Bresciani E, Barata TJE, Fagundes TC, Adachi A, Terrin MM, Navarro MFL. Compressive and diametral tensile strength of glass ionomer cements. *Journal of applied oral science*. 2004;12(4):344-8.
21. Sauro S, Pashley DH. Strategies to stabilise dentine-bonded interfaces through remineralising operative approaches – State of the art. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 2016;69:39-57.
22. Najeeb S, Khurshid Z, Zafar MS, Khan AS, Zohaib S, Marti JMN, et al. Modifications in glass ionomer cements: nano-sized fillers and bioactive nanoceramics. *International Journal of Molecular Sciences*. 2016;17(7):14.
23. van Amerongen WE. Dental caries under glass ionomer restorations. *Journal of Public Health Dentistry*. 1996;56(3):150-4.
24. Brendeke J, Ozcan M. Effect of physicochemical aging conditions on the composite-composite repair bond strength. *Journal of Adhesive Dentistry*. 2007;9(4):399-406.
25. Chau NPT, Pandit S, Cai JN, Lee MH, Jeon JG. Relationship between fluoride release rate and anti-cariogenic biofilm activity of glass ionomer cements. *Dental Materials*. 2015;31(4):E100-E8.
26. Lee JJ, Lee YK, Choi BJ, Lee JH, Choi HJ, Son HK, et al. Physical properties of resin-reinforced glass ionomer cement modified with micro and nano-hydroxyapatite. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 2010;10(8):5270-6.
27. Xie D, Yang YY, Zhao J, Park JG, Zhang JT. A novel comonomer-free light-cured glass-ionomer cement for reduced cytotoxicity and enhanced mechanical strength. *Dental Materials*. 2007;23(8):994-1003.
28. Kim DA, Lee JH, Jun SK, Kim HW, Eltohamy M, Lee HH. Sol-gel-derived bioactive glass nanoparticle-incorporated glass ionomer cement with or without chitosan for enhanced mechanical and biomineralization properties. *Dental Materials*. 2017;33(7):805-17.
29. 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.

30. Yli-Urpo H, Lassila LVJ, Narhi T, Vallittu PK. Compressive strength and surface characterization of glass ionomer cements modified by particles of bioactive glass. *Dental Materials*. 2005;21(3):201-9.
31. Papacchini F, Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Garcia-Godoy F, Ferrari M. Microtensile bond strength to ground enamel by glass-ionomers, resin-modified glass-ionomers, and resin composites used as pit and fissure sealants. *Journal of Dentistry*. 2005;33(6):459-67.
32. Mousavinasab SM, Khoroushi M, Keshani F, Hashemi S. Flexural strength and morphological characteristics of resin-modified glass-ionomer containing bioactive glass. *The journal of contemporary dental practice*. 2011;12(1):41-6.
33. Nicholson JW. Chemistry of glass-ionomer cements: a review. *Biomaterials*. 1998;19(6):485-94.
34. Wiegand A, Buchalla W, Attin T. Review on fluoride-releasing restorative materials – Fluoride release and uptake characteristics, antibacterial activity and influence on caries formation. *Dental Materials*. 2007;23(3):343-62.
35. Mitsuhashi A, Hanaoka K, Teranaka T. Fracture toughness of resin-modified glass ionomer restorative materials: effect of powder/liquid ratio and powder particle size reduction on fracture toughness. *Dental Materials*. 2003;19(8):747-57.
36. Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, et al. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *Journal of Dental Research*. 2000;79(2):709-14.
37. Khoroushi M, Mousavinasab SM, Keshani F, Hashemi S. Effect of resin-modified glass ionomer containing bioactive glass on the flexural strength and morphology of demineralized dentin. *Operative Dentistry*. 2013;38(2):E21-E30.
38. Ariffin Z, Ngo H, McIntyre J. Enhancement of fluoride release from glass ionomer cement following a coating of silver fluoride. *Australian Dental Journal*. 2006;51(4):328-32.
39. Moreau JL, Xu HHK. Fluoride releasing restorative materials: Effects of pH on mechanical properties and ion release. *Dental Materials*. 2010;26(11):E227-E35.
40. Cranfield M, Kuhn AT, Winter GB. Factors relating to the rate of fluoride-ion release from glass-ionomer cement. *Journal of Dentistry*. 1982;10(4):333-41.
41. Xu XM, Burgess JO. Compressive strength, fluoride release and recharge of fluoride-releasing materials. *Biomaterials*. 2003;24(14):2451-61.
42. Hengtrakool C, Pearson GJ, Wilson M. Interaction between GIC and *S. sanguis* biofilms: Antibacterial properties and changes of surface hardness. *Journal of Dentistry*. 2006;34(8):588-97.
43. Xie D, Zhao J, Weng YM, Park JG, Jiang H, Platt JA. Bioactive glass-ionomer cement with potential therapeutic function to dentin capping mineralization. *European Journal of Oral Sciences*. 2008;116(5):479-87.
44. Sidhu SK, Watson TF. Resin-modified glass-ionomer materials – A status-report for The American-Journal-of-Dentistry. *American Journal of Dentistry*. 1995;8(1):59-67.
45. 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. *European Journal of Oral Sciences*. 2004;112(1):73-83.

46. Osorio E, Fagundes T, Navarro MF, Zanutto ED, Peitl O, Osorio R, et al. A novel bioactive agent improves adhesion of resin-modified glass-ionomer to dentin. *Journal of Adhesion Science and Technology*. 2015;29(15):1543-52.
47. Carvalho AS, Cury JA. Fluoride release from some dental materials in different solutions. *Operative Dentistry*. 1999;24(1):14-9.
48. Kaur G, Pandey OP, Singh K, Homa D, Scott B, Pickrell G. A review of bioactive glasses: Their structure, properties, fabrication, and apatite formation. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2014;102(1):254-74.
49. Hench LL. Biomaterials: a forecast for the future. *Biomaterials*. 1998;19(16):1419-23.
50. Hench LL, Polak JM. Third-generation biomedical materials. *Science*. 2002;295(5557):1014-+.
51. Hench LL. The story of Bioglass®. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*. 2006;17(11):967-78.
52. 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. *Journal of Biomaterials Applications*. 2004;19(1):5-20.
53. Choi JY, Lee HH, Kim HW. Bioactive sol-gel glass added ionomer cement for the regeneration of tooth structure. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*. 2008;19(10):3287-94.
54. 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.
55. Osorio R, Yamauti M, Sauro S, Watson TE, Toledano M. Experimental resin cements containing bioactive fillers reduce matrix metalloproteinase-mediated dentin collagen degradation. *Journal of Endodontics*. 2012;38(9):1227-32.
56. Sauro S, Osorio R, Fulgencio R, Watson TF, Cama G, Thompson I, et al. Remineralisation properties of innovative light-curable resin-based dental materials containing bioactive micro-fillers. *Journal of Materials Chemistry B*. 2013;1(20):2624-38.
57. Crovace MC, Souza MT, Chinaglia CR, Peitl O, Zanutto ED. Biosilicate® – A multipurpose, highly bioactive glass-ceramic. *In vitro, in vivo* and clinical trials. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2016;432:90-110.
58. Forsback AP, Areva S, Salonen JI. Mineralization of dentin induced by treatment with bioactive glass S53P4 *in vitro*. *Acta Odontologica Scandinavica*. 2004;62(1):14-20.
59. Moura J, Teixeira LN, Ravagnani C, Peitl O, Zanutto ED, Beloti MM, et al. *In vitro* osteogenesis on a highly bioactive glass-ceramic (Biosilicate®). *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2007;82A(3):545-57.
60. Vallet-Regi M. Ceramics for medical applications. *Journal of the Chemical Society-Dalton Transactions*. 2001(2):97-108.
61. Peitl O, Zanutto ED, Serbena FC, Hench LL. Compositional and microstructural design of highly bioactive P₂O₅-Na₂O-CaO-SiO₂ glass-ceramics. *Acta Biomaterialia*. 2012;8(1):321-32.

62. Zanutto ED, Ravagnani C, Peitl O, Lara EHG, Panzeri H. Inventores. Processo de preparação de biosilicatos particulados bioativos e reabsorvíveis, composições para preparar ditos biosilicatos, biosilicatos particulados e reabsorvíveis e uso dos mesmos no tratamento de afecções bucais. WO 2004/074199. 2004.
63. Martins CHG, Carvalho TC, Souza MGM, Ravagnani C, Peitl O, Zanutto ED, et al. Assessment of antimicrobial effect of Biosilicate® against anaerobic, microaerophilic and facultative anaerobic microorganisms. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*. 2011;22(6):1439-46.
64. Kido HW, Oliveira P, Parizotto NA, Crovace MC, Zanutto ED, Peitl O, et al. Histopathological, cytotoxicity and genotoxicity evaluation of Biosilicate® glass-ceramic scaffolds. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2013;101(3):667-73.
65. Fernandes KR, Magri AMP, Kido HW, Ueno F, Assis L, Fernandes KPS, et al. Characterization and biological evaluation of the introduction of PLGA into biosilicate. *Journal of Biomedical Materials Research Part B-Applied Biomaterials*. 2017;105(5):1063-74.
66. Renno ACM, Bossini PS, Crovace MC, Rodrigues ACM, Zanutto ED, Parizotto NA. Characterization and *in vivo* biological performance of Biosilicate®. *Biomed Research International*. 2013;7.
67. Roriz VM, Rosa AL, Peitl O, Zanutto ED, Panzeri H, de Oliveira PT. Efficacy of a bioactive glass-ceramic (Biosilicate®) in the maintenance of alveolar ridges and in osseointegration of titanium implants. *Clinical Oral Implants Research*. 2010;21(2):148-55.
68. Pinheiro HB, Lopes B, Klautau EB, Cardoso J, Silva BR, Cardoso PEC. Influence of bioactive materials used on the dentin surface whitened with carbamide peroxide 16%. *Materials Research-Ibero-American Journal of Materials*. 2010;13(2):273-8.
69. Marending M, Stark WJ, Brunner TJ, Fischer J, Zehnder M. Comparative assessment of time-related bioactive glass and calcium hydroxide effects on mechanical properties of human root dentin. *Dental Traumatology*. 2009;25(1):126-9.
70. Tirapelli C, Panzeri H, Soares RG, Peitl O, Zanutto ED. A novel bioactive glass-ceramic for treating dentin hypersensitivity. *Brazilian oral research*. 2010;24(4):381-7.
71. Tirapelli C, Panzeri H, Lara EHG, Soares RG, Peitl O, Zanutto ED. The effect of a novel crystallised bioactive glass-ceramic powder on dentine hypersensitivity: a long-term clinical study. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2011;38(4):253-62.
72. Morais RC, Silveira RE, Chinelatti MA, Pires-de-Souza FCP. Biosilicate as a dentin pretreatment for total-etch and self-etch adhesives: *In vitro* study. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 2016;70:271-6.
73. Morais RC, Silveira RE, Chinelatti M, Geraldini S, de Pires-de-Souza FCP. Bond strength of adhesive systems to sound and demineralized dentin treated with bioactive glass ceramic suspension. *Clin Oral Investig*. 2017.
74. Xie D, Brantley W, Culbertson B, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dental Materials*. 2000;16(2):129-38.
75. Siqueira RL, Zanutto ED. Biosilicato®: histórico de uma vitrocerâmica brasileira de elevada bioatividade. *Quim Nova*. 2011;34(7):1231-41.

76. Hara AT, Queiroz CS, Freitas PM, Giannini M, Serra MC, Cury JA. Fluoride release and secondary caries inhibition by adhesive systems on root dentine. *European Journal of Oral Sciences*. 2005;113(3):245-50.
77. Berger SB, Pavan S, Santos PH, Giannini M, Bedran-Russo AKB. Effect of bleaching on sound enamel and with early artificial caries lesions using confocal laser microscopy. *Brazilian dental journal*. 2012;23(2):110-5.
78. Kohal RJ, Wolkewitz M, Tsakona A. The effects of cyclic loading and preparation on the fracture strength of zirconium-dioxide implants: an *in vitro* investigation. *Clinical Oral Implants Research*. 2011;22(8):808-14.
79. Fontijn-Tekamp FA, Slagter AP, Van Der Bilt A, Van 'T Hof MA, Witter DJ, Kalk W, et al. Biting and chewing in overdentures, full dentures, and natural dentitions. *Journal of Dental Research*. 2000;79(7):1519-24.
80. DeLong R, Sakaguchi RL, Douglas WH, Pintado MR. The wear of dental amalgam in an artificial mouth: a clinical correlation. *Dental Materials*. 1985;1(6):238-42.
81. De Munck J, Braem M, Wevers M, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K, et al. Micro-rotary fatigue of tooth-biomaterial interfaces. *Biomaterials*. 2005;26(10):1145-53.
82. Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Cardoso PEC. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *European Journal of Oral Sciences*. 2002;110(5):385-91.
83. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *Journal of Adhesive Dentistry*. 1999;1(4):299-309.
84. Perdigao J, Geraldini S, Carmo ARP, Dutra HR. *In vivo* Influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*. 2002;14(1):31-8.
85. Zheng L, Pereira PNR, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Operative Dentistry*. 2001;26(1):97-104.
86. Silva NRFA, Calamia CS, Harsono M, Carvalho RM, Pegoraro LF, Fernandes CAO, et al. Bond angle effects on microtensile bonds: Laboratory and FEA comparison. *Dental Materials*. 2006;22(4):314-24.
87. Deng DL, Yang HY, Guo JM, Chen XH, Zhang WP, Huang C. Effects of different artificial ageing methods on the degradation of adhesive-dentine interfaces. *Journal of Dentistry*. 2014;42(12):1577-85.
88. 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. *Journal of Dental Research*. 2006;85(4):349-53.
89. Osorio R, Toledano M, Osorio E, Aguilera FS, Tay FR. Effect of load cycling and *in vitro* degradation on resin-dentin bonds using a self-etching primer. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2005;72A(4):399-408.
90. Yap AUJ, Wang XY, Wu XW, Chung SM. Comparative hardness and modulus of tooth-colored restoratives: A depth-sensing microindentation study. *Biomaterials*. 2004;25(11):2179-85.

91. Hayacibara MF, Rosa OPS, Koo H, Torres SA, Costa B, Cury JA. Effects of fluoride and aluminum from ionomeric materials on *S. mutans* biofilm. *Journal of Dental Research*. 2003;82(4):267-71.
92. Casemiro LA, Martins CHG, Pires-de-Souza FCP, Panzeri H. Antimicrobial and mechanical properties of acrylic resins with incorporated silver-zinc zeolite – Part I. *Gerodontology*. 2008;25(3):187-94.
93. Pires-de-Souza FCP, de Marco FF, Casemiro LA, Panzeri H. Desensitizing bioactive agents improves bond strength of indirect resin-cemented restorations: Preliminary results. *Journal of Applied Oral Science*. 2007;15(2):120-6.
94. Herrera M, Castillo A, Bravo M, Liebana J, Carrion P. Antibacterial activity of resin adhesives, glass ionomer and resin-modified glass ionomer cements and a compomer in contact with dentin caries samples. *Operative Dentistry*. 2000;25(4):265-9.
95. Fleming GJP, Farooq AA, Barralet JE. Influence of powder/liquid mixing ratio on the performance of a restorative glass-ionomer dental cement. *Biomaterials*. 2003;24(23):4173-9.
96. Kokubo T. Bioactive glass-ceramics – Properties and applications. *Biomaterials*. 1991;12(2):155-63.
97. Matsuya S, Maeda T, Ohta M. IR and NMR analyses of hardening and maturation of glass-ionomer cement. *Journal of Dental Research*. 1996;75(12):1920-7.
98. Fu SY, Feng XQ, Lauke B, Mai YW. Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites. *Composites Part B-Engineering*. 2008;39(6):933-61.
99. International Standards Organization. ISO 4049:2009 Dentistry — Polymer-based restorative materials. Geneva, p. 28. 2009.
100. Pameijer CH, Garcia-Godoy F, Morrow BR, Jefferies SR. Flexural strength and flexural fatigue properties of resin-modified glass ionomers. *J Clin Dent*. 2015;26(1):23-7.
101. Nakajima M, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Yoshiyama M, Ebisu S, et al. Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. *Journal of Dental Research*. 1995;74(10):1679-88.
102. 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. *Journal of Dental Research*. 2005;84(2):118-32.
103. Yamauti M, Hashimoto M, Sano H, Ohno H, Carvalho RM, Kaga M, et al. Degradation of resin-dentin bonds using NaOCl storage. *Dental Materials*. 2003;19(5):399-405.
104. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. *In vitro* degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials*. 2003;24(21):3795-803.
105. Sano H, Yoshikawa T, Pereira PNR, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, *in vivo*. *Journal of Dental Research*. 1999;78(4):906-11.
106. Amaral FLB, Colucci V, Palma-Dibb RG, Corona SAM. Assessment of *in vitro* methods used to promote adhesive interface degradation: A critical review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*. 2007;19(6):340-53.

107. Toledano M, Osorio R, Albaladejo A, Aguilera FS, Tay FR, Ferrari M. Effect of cyclic loading on the microtensile bond strengths of total-etch and self-etch adhesives. *Operative Dentistry*. 2006;31(1):25-32.
108. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, et al. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *American Journal of Dentistry*. 2003;16(6):414-20.
109. International Standards Organization. ISO 11405:2015 Dentistry — Testing of adhesion to tooth structure. Geneva, p. 12. 2015.
110. Sidhu SK, Watson TF. Interfacial characteristics of resin-modified glass-ionomer materials: A study on fluid permeability using confocal fluorescence microscopy. *Journal of Dental Research*. 1998;77(9):1749-59.
111. Yoshiyama M, Urayama A, Kimochi T, Matsuo T, Pashley DH. Comparison of conventional vs self-etching adhesive bonds to caries-affected dentin. *Operative Dentistry*. 2000;25(3):163-9.
112. Sakoolnamarka R, Burrow MF, Swain M, Tyas MJ. Microhardness and Ca:P ratio of carious and Carisolv™ treated caries-affected dentine using an ultra-micro-indentation system and energy dispersive analysis of x-rays — A pilot study. *Australian Dental Journal*. 2005;50(4):246-50.
113. Peitl O, Zanotto ED, Hench LL. Highly bioactive P_2O_5 - Na_2O - CaO - SiO_2 glass-ceramics. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2001;292(1):115-26.
114. Toledano M, Osorio E, Aguilera FS, Sauro S, Cabello I, Osorio R. *In vitro* mechanical stimulation promoted remineralization at the resin/dentin interface. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2014;30:61-74.
115. Plewinski M, Schickle K, Lindner M, Kirsten A, Weber M, Fischer H. The effect of crystallization of bioactive bioglass 45S5 on apatite formation and degradation. *Dental Materials*. 2013;29(12):1256-64.

Apêndices

APÊNDICE A – Parecer consubstanciado do Comitê de Ética em Pesquisa

FACULDADE DE
ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO
PRETO/ FORP/ USP

PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Resistência adesiva de cimentos de ionômero de vidro modificados por resina com adição de vitrocerâmica bioativa

Pesquisador: Fernanda de Carvalho Panzeri Pires-de-Souza

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 51453715.8.0000.5419

Instituição Proponente: Universidade de São Paulo

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 1.365.293

Apresentação do Projeto:

Trata-se de estudo in vitro que visa adicionar vitrocerâmica bioativa em concentrações de 2,0 e 6,5% a CIVMR para forramento e restauração e caracterizá-los em diferentes propriedades, além de avaliar a influência do envelhecimento artificial sobre a resistência de união dos materiais experimentais à dentina. Serão selecionados 240 molares humanos hígidos extraídos.

Objetivo da Pesquisa:

Trata-se de estudo in vitro que visa adicionar vitrocerâmica bioativa em concentrações de 2,0 e 6,5% a CIVMR para forramento e restauração e caracterizá-los em diferentes propriedades, além de avaliar a influência do envelhecimento artificial sobre a resistência de união dos materiais experimentais à dentina. Serão selecionados 240 molares humanos hígidos extraídos.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Trata-se de estudo in vitro, sem riscos aparentes aos sujeitos da pesquisa. Os dentes serão doados pelo Banco de Dentes

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

NA

Endereço: Avenida do Café s/nº

Bairro: Monte Alegre

CEP: 14.040-904

UF: SP

Município: RIBEIRÃO PRETO

Telefone: (16)3315-0493

Fax: (16)3315-4102

E-mail: cep@forp.usp.br

**FACULDADE DE
ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO
PRETO/ FORP/ USP**

Continuação do Parecer: 1.365.293

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Presentes

Recomendações:

Aprovar

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

NA

Considerações Finais a critério do CEP:

Conforme deliberado pelo CEP em sua 187ª Sessão, realizada em 11/12/2015.

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_599989.pdf	25/11/2015 14:27:50		Aceito
Folha de Rosto	01_Folha_de_rosto.pdf	25/11/2015 14:27:12	Sergio Augusto de Freitas Vicente	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	02_Projeto_detalhado.pdf	23/11/2015 22:34:30	Sergio Augusto de Freitas Vicente	Aceito
Outros	06_Termo_de_Compromisso_de_Citacao.pdf	03/11/2015 11:25:40	Sergio Augusto de Freitas Vicente	Aceito
Outros	05_Declaracao_ao_CEP.pdf	03/11/2015 11:25:10	Sergio Augusto de Freitas Vicente	Aceito
Outros	04_Solicitacao_de_dentes.pdf	03/11/2015 11:24:02	Sergio Augusto de Freitas Vicente	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	03_Autorizacao_da_infraestrutura.pdf	03/11/2015 11:23:24	Sergio Augusto de Freitas Vicente	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

Endereço: Avenida do Café s/nº

Bairro: Monte Alegre

CEP: 14.040-904

UF: SP

Município: RIBEIRÃO PRETO

Telefone: (16)3315-0493

Fax: (16)3315-4102

E-mail: cep@forp.usp.br

FACULDADE DE
ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO
PRETO/ FORP/ USP

Continuação do Parecer: 1.365.293

RIBEIRAO PRETO, 14 de Dezembro de 2015

Assinado por:
Simone Cecilio Hallak Regalo
(Coordenador)

Endereço: Avenida do Café s/nº
Bairro: Monte Alegre **CEP:** 14.040-904
UF: SP **Município:** RIBEIRAO PRETO
Telefone: (16)3315-0493 **Fax:** (16)3315-4102 **E-mail:** cep@forp.usp.br

APÊNDICE B – Distribuição dos grupos submetidos aos testes de resistência de união, análise do padrão de fratura e espectrometria de raios X por energia dispersiva

APÊNDICE C – Valores de liberação de fluoretos – Vitrebond® e Vitremer®

Liberação de fluoretos (ppm) – Vitrebond®			
Dia	Controle	2%	6,5%
1	40,09	35,20	63,09
2	15,70	18,65	48,50
3	24,61	10,06	37,96
4	7,26	13,54	26,77
5	6,51	7,30	20,27
6	5,97	4,70	26,59
7	4,15	5,33	18,48
8	5,18	4,54	14,71
9	3,96	4,19	12,38
10	4,65	3,69	12,46
11	3,42	3,63	10,65
12	3,49	3,82	9,29
13	4,16	3,40	10,17
14	3,71	3,55	9,90
15	3,86	3,62	9,60

Liberação de fluoretos (ppm) – Vitremer®			
Dia	Controle	2%	6,5%
1	29,31	32,77	23,15
2	7,79	15,27	9,49
3	5,77	10,00	10,32
4	4,13	6,61	6,60
5	3,70	5,97	4,65
6	2,92	4,28	4,96
7	2,34	4,83	4,23
8	2,45	3,73	3,80
9	2,23	3,82	3,67
10	2,07	3,62	3,62
11	1,64	2,61	3,37
12	1,81	2,92	3,38
13	1,97	3,32	2,86
14	1,98	2,79	2,90
15	1,62	2,82	3,12

[illegible][illegible]

APÊNDICE E – Valores de resistência à compressão – Vitrebond® e Vitremer®

Resistência à compressão (MPa) – Vitrebond®			
	Controle	2%	6,5%
1	62,42	45,46	32,40
2	58,39	42,14	29,35
3	52,83	42,44	31,33
4	53,50	42,41	36,25
5	59,15	43,44	31,20
6	54,65	45,48	33,58
7	60,20	42,15	30,05
8	61,58	44,35	32,67
9	57,85	43,69	32,45
10	58,32	44,33	34,32

Resistência à compressão (MPa) – Vitremer®			
	Controle	2%	6,5%
1	123,55	86,77	89,86
2	121,20	101,30	91,20
3	133,10	95,46	101,10
4	130,52	102,10	102,91
5	127,08	95,89	65,66
6	124,36	103,85	77,08
7	129,94	104,29	70,81
8	125,34	96,84	89,60
9	126,32	98,92	90,32
10	128,15	96,03	81,01

APÊNDICE F – Valores de resistência à flexão – Vitrebond® e Vitremer®

Resistência à flexão (MPa) – Vitrebond®			
	Controle	2%	6,5%
1	20,82	24,30	23,55
2	32,73	24,74	22,74
3	32,55	26,99	21,37
4	37,90	25,55	20,90
5	29,60	24,18	23,56
6	35,71	24,79	25,45
7	32,97	25,39	25,20
8	30,24	24,43	24,75
9	32,33	25,15	23,45
10	31,65	24,58	25,01

Resistência à flexão (MPa) – Vitremer®			
	Controle	2%	6,5%
1	56,98	23,03	43,03
2	71,87	24,90	40,11
3	63,05	27,43	26,81
4	54,32	24,89	25,04
5	62,68	24,52	34,67
6	55,24	27,46	34,66
7	69,48	30,22	36,67
8	57,50	23,65	32,35
9	61,36	26,52	34,35
10	58,32	35,31	35,22

APÊNDICE G – Valores de microdureza Knoop – Vitrebond® e Vitremer®

Microdureza Knoop (KHN) – Vitrebond®			
	Controle	2%	6,5%
1	14,63	10,06	6,99
2	14,63	15,10	9,16
3	12,33	16,63	10,73
4	11,40	11,90	12,40
5	14,27	18,47	15,73
6	14,00	19,23	18,43
7	13,20	17,40	19,97
8	15,03	12,07	20,47
9	12,17	11,57	20,87
10	11,45	23,77	14,53

Microdureza Knoop (KHN) – Vitremer®			
	Controle	2%	6,5%
1	30,23	14,63	13,43
2	25,80	13,53	9,97
3	28,43	21,97	11,60
4	32,57	18,10	12,07
5	25,07	16,40	13,63
6	32,13	12,30	15,53
7	29,83	13,97	14,93
8	27,60	15,23	9,05
9	39,30	14,43	14,33
10	28,10	13,30	13,27

APÊNDICE H – Valores de resistência de união – Vitrebond® e Vitremer®

Grupo 1 – Vitremer® - Controle / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
15,26	8,29	18,79	13,48	45,19	88,34	91,95	40,42	12,40	7,18
18,19	20,87	18,27	37,62	48,89	78,03	65,14	37,55	7,35	27,85
14,73	21,56	17,32	28,28	15,49	24,55	28,06	20,33	12,28	7,41
14,94	26,16	37,62	50,55	76,59	42,50	96,80	59,17	17,07	24,08
6,56	19,98	26,65	21,59	29,53	20,61	19,59	16,77	17,69	31,81
10,52	21,48	44,51	28,33	69,62	19,33	32,76	83,52	35,26	38,30
4,71	17,01	19,15	30,84	81,49	36,05	97,66	72,11	50,62	17,53
8,48	10,24	29,37	20,30	39,27	42,41	32,78	37,06	31,21	20,59
24,70	7,38	39,69	58,10	41,43	34,22	63,18	35,46	38,74	29,15
20,50	16,37	3,39	48,78	39,52	88,20	30,09	37,12	-	-
13,94	21,22	27,39	21,36	34,33	85,58	49,88	24,34	-	-
-	-	37,40	13,94	51,93	59,97	-	-	-	-
-	-	-	-	29,24	99,81	-	-	-	-
-	-	-	-	49,98	77,94	-	-	-	-
-	-	-	-	37,13	53,92	-	-	-	-

Grupo 2 – Vitremer® - Controle / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
30,56	19,30	3,35	21,48	20,64	19,27	18,51	10,07	19,96	9,94
8,45	15,73	31,93	31,27	20,73	7,11	27,88	8,41	16,18	24,82
40,11	18,60	20,47	19,15	23,27	12,93	16,62	20,36	17,99	18,01
25,15	16,58	9,99	26,69	20,50	21,03	14,83	17,22	15,83	19,94
23,43	25,01	21,40	28,39	27,19	21,16	23,17	23,67	28,11	27,36
25,26	37,78	32,11	20,65	46,88	24,65	35,11	28,32	36,09	38,45
23,96	16,77	16,92	30,75	23,69	13,94	8,06	23,67	36,19	16,41
21,50	40,55	13,82	28,74	24,94	17,18	37,45	19,26	20,44	34,85
32,39	15,76	19,61	20,43	23,28	29,87	20,65	26,90	24,89	29,98
14,60	15,04	19,26	6,86	36,05	25,08	14,44	30,18	22,62	24,38
21,53	10,07	-	18,48	14,78	12,79	25,58	25,39	17,43	4,42
30,72	1,15	-	16,31	8,20	10,99	25,92	21,06	7,80	6,53
19,81	20,14	-	10,76	-	-	-	-	-	-
22,85	16,74	-	18,90	-	-	-	-	-	-
24,87	12,91	-	26,37	-	-	-	-	-	-
42,18	19,02	-	11,27	-	-	-	-	-	-

Grupo 3 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
3,40	1,53	12,82	8,70	3,98	10,07	-	7,00	0,51	3,02
9,87	12,00	9,57	13,24	4,45	1,13	-	12,06	0,67	0,31
8,47	0,64	-	13,21	27,75	3,45	-	2,94	22,97	5,45
-	2,53	-	16,97	28,89	1,53	-	1,95	14,03	4,60
-	4,49	-	11,54	2,10	3,26	-	1,12	4,49	19,00
-	6,93	-	12,57	1,61	-	-	-	1,55	19,92
-	1,43	-	16,98	-	-	-	-	25,49	9,18
-	3,20	-	13,22	-	-	-	-	22,89	8,12
-	-	-	13,83	-	-	-	-	3,95	16,37
-	-	-	-	-	-	-	-	6,94	24,58
-	-	-	-	-	-	-	-	-	8,02

Grupo 4 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
44,04	8,43	14,09	13,86	8,06	15,49	22,17	9,63	14,26	17,89
14,03	12,52	29,59	21,87	10,71	15,64	27,43	9,07	14,49	24,36
16,96	6,50	16,38	23,45	14,41	11,20	19,44	23,69	24,95	14,30
20,35	12,56	21,37	20,95	11,10	21,63	27,10	28,66	10,47	32,10
40,18	20,90	21,74	25,66	16,85	32,58	23,18	15,52	19,24	18,78
36,03	25,04	22,53	30,31	6,94	16,96	20,45	16,09	18,26	31,39
24,39	16,65	12,71	20,10	15,89	6,20	18,61	5,81	10,50	16,96
34,80	26,42	32,78	28,31	9,65	20,25	14,46	13,59	15,60	36,40
23,85	16,60	17,14	8,82	16,54	51,81	33,44	25,91	8,19	22,93
10,80	24,19	10,18	25,34	12,20	18,91	15,75	19,49	16,76	20,60
24,37	19,40	17,76	9,91	6,05	17,30	31,38	27,23	13,48	25,86
21,12	10,68	-	13,99	10,05	20,72	17,39	11,13	20,96	8,58

Grupo 5 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
18,38	9,84	8,72	5,53	10,66	8,13	6,15	27,51	12,78	-
18,46	9,59	29,26	5,70	8,61	3,69	18,38	9,39	11,05	-
22,62	8,10	7,73	13,03	12,62	8,11	5,24	12,16	14,98	-
19,59	9,45	3,93	21,21	10,20	7,65	4,31	10,82	20,04	-
15,91	9,56	14,58	13,76	32,48	4,45	7,14	20,09	25,11	-
14,76	5,69	20,86	15,50	10,87	7,82	16,12	31,88	25,38	-
21,12	7,27	4,94	13,03	10,72	-	13,74	16,12	16,61	-
16,12	-	30,83	9,68	13,79	-	11,43	12,85	16,43	-
15,32	-	14,20	11,09	32,84	-	8,61	14,75	22,65	-
12,14	-	7,51	12,02	6,48	-	7,83	7,52	18,56	-
14,36	-	8,46	-	4,60	-	-	11,05	11,61	-
-	-	-	-	-	-	-	10,88	-	-

Grupo 6 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
11,70	9,50	8,59	19,38	19,50	8,30	10,35	8,94	14,60	40,57
5,19	13,19	10,18	11,02	12,49	15,56	5,32	34,98	13,30	11,17
19,28	19,06	17,95	5,29	18,88	9,38	14,03	21,41	12,01	27,38
16,05	20,93	4,66	6,69	15,34	22,95	14,03	24,30	20,57	36,59
15,32	24,48	15,72	12,04	35,42	6,34	7,17	13,61	26,70	16,31
15,04	31,29	8,89	15,90	43,30	17,33	42,94	12,16	10,73	32,61
6,16	13,59	8,26	9,24	11,63	23,57	23,44	6,76	11,54	6,06
11,21	46,02	12,98	10,36	12,76	24,80	15,70	19,62	20,07	12,79
13,27	37,14	9,51	9,84	16,55	33,91	11,27	20,23	14,02	23,12
10,39	25,82	7,36	9,80	19,58	8,43	19,99	16,41	8,28	16,45
9,05	16,51	15,44	-	11,73	9,47	7,10	17,18	-	12,00
9,86	25,07	16,05	-	10,09	-	10,17	22,81	-	10,58
15,56	20,20	-	-	12,33	-	10,88	16,96	-	-
16,32	12,51	-	-	13,17	-	13,83	15,44	-	-
-	34,65	-	-	21,42	-	18,00	13,96	-	-
-	20,36	-	-	-	-	-	16,09	-	-

Grupo 7 – Vitrebond® - Controle / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
20,16	24,11	9,10	4,22	24,82	19,50	6,62	6,53	9,55	17,22
10,71	9,19	15,24	24,93	31,78	17,88	8,55	9,18	14,38	13,07
29,04	9,34	42,24	18,02	53,37	24,39	36,57	18,85	24,48	-
30,66	33,87	-	8,82	39,73	11,84	-	-	17,04	-
-	12,22	-	-	-	-	-	-	36,93	-
-	21,22	-	-	-	-	-	-	-	-

Grupo 8 – Vitrebond® - Controle / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
32,52	16,59	15,56	2,83	8,65	1,30	1,30	16,92	6,41	1,46
10,13	13,94	20,91	0,00	6,50	0,43	19,37	4,90	5,17	3,37
21,64	12,76	4,08	26,93	29,54	2,99	2,77	2,52	1,10	8,79
20,16	23,99	13,41	4,19	26,44	-	3,91	20,39	5,36	4,28
0,00	33,89	25,89	7,64	2,12	-	2,56	0,87	11,54	4,52
20,01	28,80	14,28	6,51	32,65	-	16,18	6,54	18,18	21,17
15,25	26,18	2,27	19,69	20,71	-	4,78	1,01	15,30	7,61
-	11,60	20,54	2,73	5,54	-	12,59	-	10,32	-
-	17,30	36,53	-	6,73	-	12,73	-	-	-
-	-	-	-	-	-	5,65	-	-	-
-	-	-	-	-	-	1,26	-	-	-

Grupo 9 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2,05	5,34	0,45	2,15	8,22	5,15	16,55	1,61	10,97	0,67
5,71	4,02	5,94	3,92	3,03	3,83	19,60	14,64	1,26	3,14
-	0,44	2,63	1,07	4,34	8,45	1,60	9,69	6,75	7,97
-	-	0,88	-	-	4,07	5,37	16,69	1,32	-
-	-	-	-	-	6,64	3,26	5,89	3,35	-
-	-	-	-	-	3,71	1,32	2,14	2,43	-
-	-	-	-	-	2,03	2,96	-	-	-
-	-	-	-	-	-	2,00	-	-	-
-	-	-	-	-	-	2,30	-	-	-

Grupo 10 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2,09	3,00	4,63	1,15	1,02	1,23	4,00	6,32	3,64	4,20
12,81	7,63	15,60	6,29	8,57	2,11	5,28	9,06	3,25	5,94
4,77	2,35	13,64	7,40	5,46	3,18	1,80	10,46	4,61	21,55
15,57	13,78	6,15	2,32	8,32	2,86	3,44	14,10	4,05	29,50
14,85	19,02	1,88	-	2,81	4,69	1,10	9,60	4,80	23,85
15,15	19,92	21,96	-	4,47	1,45	4,22	7,06	7,09	16,79
12,59	24,52	2,06	-	9,41	1,22	1,67	4,90	15,46	3,15
11,73	4,84	-	-	3,20	2,65	-	-	4,85	-
-	7,40	-	-	-	-	-	-	-	-

Grupo 11 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
82,01	20,43	7,66	17,24	11,44	8,58	25,16	4,76	21,04	4,10
11,47	29,16	36,84	17,98	0,00	3,34	22,07	21,10	10,07	1,78
19,89	0,00	2,30	1,55	10,58	7,62	28,96	10,35	9,04	12,84
12,41	23,74	33,62	30,29	18,32	21,85	27,93	21,84	19,74	8,27
24,96	17,86	16,69	5,19	14,54	6,56	28,64	10,71	41,31	13,51
37,00	21,79	50,12	15,68	40,80	41,93	12,57	22,22	45,78	17,88
38,76	8,00	1,68	8,05	13,89	0,00	16,05	12,65	41,57	1,32
24,26	21,22	34,90	6,62	9,95	2,04	35,03	17,95	45,66	4,90
14,75	-	11,77	2,47	12,65	16,52	19,02	26,09	9,68	7,53
8,47	-	6,17	5,33	20,99	4,41	12,09	9,14	7,79	8,80
9,15	-	-	19,77	-	-	13,81	-	7,76	-
7,29	-	-	10,31	-	-	12,31	-	-	-
-	-	-	-	-	-	27,16	-	-	-

Grupo 12 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
6,36	4,95	5,53	17,84	3,07	2,88	19,76	13,78	2,69	5,50
19,41	2,76	12,10	4,51	1,19	0,63	2,51	9,70	1,92	3,81
2,42	6,83	23,80	18,39	8,13	1,42	4,93	1,52	12,01	1,87
36,90	32,44	51,60	5,05	14,89	4,28	18,43	9,55	8,36	15,66
16,79	36,91	3,89	8,55	16,83	-	2,64	13,28	3,49	9,90
14,67	24,20	2,42	9,47	6,06	-	3,88	7,00	6,71	7,32
17,47	49,60	35,59	9,97	15,07	-	28,05	23,62	5,24	1,07
2,96	11,80	1,98	-	20,97	-	2,06	10,91	1,48	-
0,36	9,82	0,50	-	3,33	-	6,01	18,58	-	-
2,94	2,72	1,50	-	10,07	-	-	3,77	-	-
-	3,48	-	-	9,70	-	-	9,40	-	-
-	-	-	-	-	-	-	13,40	-	-

Grupo 13 – Vitremer® - Controle / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
13,97	9,61	21,39	21,93	18,45	17,93	15,09	11,37	11,11	4,41
17,36	8,83	13,69	12,56	32,26	14,85	8,12	14,89	6,21	29,00
14,09	-	16,42	12,49	29,54	23,15	18,74	11,12	9,26	9,35
22,18	-	21,05	21,97	20,81	15,66	19,04	21,86	11,33	14,24
18,72	-	19,94	19,54	24,13	14,79	16,72	19,87	11,00	14,29
15,16	-	23,83	22,49	31,37	26,79	23,56	11,84	16,34	21,44
9,65	-	17,82	18,89	24,79	4,92	18,97	-	8,25	10,62
20,59	-	19,90	22,61	24,29	32,20	16,32	-	14,78	14,10
-	-	20,13	18,98	20,92	21,47	22,31	-	12,99	23,64
-	-	23,44	18,21	16,09	20,83	17,25	-	-	-
-	-	22,33	24,60	30,68	20,81	21,23	-	-	-
-	-	20,02	-	16,74	10,53	19,98	-	-	-

Grupo 14 – Vitremer® - Controle / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
8,72	9,97	26,53	14,89	18,85	15,78	8,77	14,72	4,63	14,41
7,94	18,97	17,16	12,47	7,66	16,93	8,08	19,95	18,14	22,92
21,08	16,03	9,97	19,88	28,46	11,79	3,52	26,76	2,72	17,76
15,65	16,80	30,43	21,64	27,29	22,86	10,93	21,34	6,57	29,09
18,55	20,41	15,68	16,38	11,14	24,09	24,12	20,55	35,50	20,88
6,49	20,15	9,95	17,79	5,03	10,09	18,43	13,87	2,86	22,26
7,58	12,28	33,33	17,19	12,16	5,45	22,10	33,72	14,80	17,73
7,87	20,28	24,75	12,61	15,27	6,29	-	20,25	-	20,53
10,78	-	36,55	18,56	-	5,06	-	14,35	-	23,00
5,49	-	22,70	-	-	12,54	-	16,58	-	18,66
6,89	-	-	-	-	13,73	-	-	-	-

Grupo 15 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
15,64	4,56	4,75	2,36	6,72	8,01	9,20	6,54	9,91	6,33
15,98	7,60	4,46	4,86	1,89	5,51	6,35	4,67	3,30	7,26
12,47	8,22	4,48	3,99	4,73	5,58	9,83	8,53	8,53	5,46
12,53	4,91	10,28	6,45	8,26	7,29	7,58	9,76	5,08	3,85
17,29	7,02	4,47	5,60	6,24	3,94	8,85	2,94	8,27	4,94
7,94	7,63	8,04	4,59	7,95	5,86	9,50	2,05	2,81	4,95
11,80	5,86	4,85	3,79	8,51	4,36	8,07	5,02	2,07	4,81
13,39	7,55	8,31	6,82	7,79	9,45	8,38	-	8,53	2,05
8,47	2,42	10,30	-	-	-	12,62	-	7,28	-

Grupo 16 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
13,34	6,01	22,87	32,74	11,03	8,96	13,19	8,24	19,20	17,76
10,98	41,72	5,48	27,31	16,13	9,75	8,72	6,76	16,30	22,99
12,00	21,14	15,94	17,21	13,01	5,79	28,66	14,87	17,05	19,13
20,95	14,37	25,13	27,18	24,43	20,99	21,69	31,83	17,30	12,96
16,88	32,11	16,44	35,72	26,19	7,03	23,85	26,75	13,62	17,15
44,34	-	24,12	12,57	13,20	7,96	18,28	25,87	8,42	33,84
28,67	-	26,41	7,18	10,78	15,91	16,57	14,70	8,98	7,15
20,33	-	36,13	23,97	17,85	19,50	25,33	23,32	15,60	25,44
22,42	-	13,10	18,86	-	-	15,33	2,70	-	-
17,59	-	20,42	9,56	-	-	18,56	-	-	-
-	-	17,02	-	-	-	26,03	-	-	-
-	-	21,33	-	-	-	26,68	-	-	-

Grupo 17 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
4,29	10,04	7,17	9,17	1,47	6,08	4,80	8,04	10,44	11,65
4,50	4,20	4,51	6,51	7,64	3,50	6,95	4,40	5,65	5,78
4,50	6,66	5,19	7,25	6,08	6,43	10,40	2,29	11,80	6,37
10,13	7,31	9,52	7,61	13,20	7,99	7,95	4,50	8,87	7,44
4,67	3,94	4,93	10,09	7,42	6,31	6,00	1,72	6,88	7,58
3,12	13,96	5,49	5,78	-	9,16	10,62	6,29	7,48	5,42
4,71	8,13	5,09	3,13	-	11,91	5,68	-	7,59	13,82
-	-	-	13,15	-	9,87	8,09	-	11,07	-
-	-	-	-	-	-	10,37	-	-	-

Grupo 22 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2,42	2,99	5,48	-	-	1,54	23,02	25,78	1,41	3,99
3,05	-	7,62	-	-	3,21	9,87	2,83	10,01	1,82
3,66	-	22,94	-	-	2,91	18,75	5,80	11,34	8,03
-	-	5,21	-	-	-	7,12	12,60	-	-
-	-	16,60	-	-	-	-	8,74	-	-
-	-	2,51	-	-	-	-	14,40	-	-
-	-	19,20	-	-	-	-	-	-	-
-	-	12,83	-	-	-	-	-	-	-
-	-	8,15	-	-	-	-	-	-	-

Grupo 23 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
-	-	-	-	5,14	-	-	-	-	-

Grupo 24 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada									
Resistência de união (MPa)									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
6,60	1,82	-	12,57	10,63	9,83	5,52	23,74	5,26	-
13,54	-	-	9,50	14,56	2,96	12,61	0,94	-	-
20,81	-	-	13,51	-	6,68	7,65	25,83	-	-
20,21	-	-	30,56	-	-	6,32	-	-	-
12,80	-	-	25,72	-	-	5,89	-	-	-
-	-	-	18,15	-	-	-	-	-	-
-	-	-	19,81	-	-	-	-	-	-
-	-	-	1,88	-	-	-	-	-	-

APÊNDICE I – Tipos de fratura e falhas pré-teste – Vitrebond® e Vitremer®

Grupo 1 – Vitremer® - Controle / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	54	46,15
Coesiva em dentina	5	4,27
Mista	20	17,09
Adesiva	38	32,48
Total 1	117	100
FPT	16	12,03
Total 2	133	

Grupo 2 – Vitremer® - Controle / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	48	82,76
Coesiva em dentina	2	3,45
Mista	8	13,79
Adesiva	0	0,00
Total 1	58	100
FPT	2	3,33
Total 2	60	

Grupo 3 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	5	8,47
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	5	8,47
Adesiva	49	83,05
Total 1	59	100
FPT	31	34,44
Total 2	90	

Grupo 4 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	62	52,10
Coesiva em dentina	2	1,68
Mista	14	11,76
Adesiva	41	34,45
Total 1	119	100
FPT	1	0,83
Total 2	120	

Grupo 5 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	68	76,40
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	7	7,87
Adesiva	14	15,73
Total 1	89	100
FPT	0	0,00
Total 2	89	

Grupo 6 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	77	58,78
Coesiva em dentina	7	5,34
Mista	18	13,74
Adesiva	29	22,14
Total 1	131	100
FPT	9	6,43
Total 2	140	

Grupo 7 – Vitrebond® - Controle / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	1	2,63
Coesiva em dentina	3	7,89
Mista	6	15,79
Adesiva	28	73,68
Total 1	38	100
FPT	82	68,33
Total 2	120	

Grupo 8 – Vitrebond® - Controle / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	7	7,78
Coesiva em dentina	5	5,56
Mista	5	5,56
Adesiva	73	81,11
Total 1	90	100
FPT	43	32,33
Total 2	133	

Grupo 9 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	6	13,04
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	0	0,00
Adesiva	40	86,96
Total 1	46	100
FPT	74	61,67
Total 2	120	

Grupo 10 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	4	5,48
Coesiva em dentina	5	6,85
Mista	7	9,59
Adesiva	57	78,08
Total 1	73	100
FPT	47	39,17
Total 2	120	

Grupo 11 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	27	25,47
Coesiva em dentina	5	4,72
Mista	17	16,04
Adesiva	57	53,77
Total 1	106	100
FPT	24	18,46
Total 2	130	

Grupo 12 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	7	8,24
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	5	5,88
Adesiva	73	85,88
Total 1	85	100
FPT	25	22,73
Total 2	110	

Grupo 13 – Vitremer® - Controle / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	52	55,91
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	4	4,30
Adesiva	37	39,78
Total 1	93	100
FPT	7	7,00
Total 2	100	

Grupo 14 – Vitremer® - Controle / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	25	27,47
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	21	23,08
Adesiva	45	49,45
Total 1	91	100
FPT	14	13,33
Total 2	105	

Grupo 15 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	38	45,24
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	3	3,57
Adesiva	43	51,19
Total 1	84	100
FPT	1	1,18
Total 2	85	

Grupo 16 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	52	57,78
Coesiva em dentina	1	1,11
Mista	14	15,56
Adesiva	23	25,56
Total 1	90	100
FPT	12	11,76
Total 2	102	

Grupo 17 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	36	50,70
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	7	9,86
Adesiva	28	39,44
Total 1	71	100
FPT	10	12,35
Total 2	81	

Grupo 18 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	61	78,21
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	7	8,97
Adesiva	10	12,82
Total 1	78	100
FPT	20	20,41
Total 2	98	

Grupo 19 – Vitrebond® - Controle / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	5	21,74
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	1	4,35
Adesiva	17	73,91
Total 1	23	100
FPT	56	70,89
Total 2	79	

Grupo 20 – Vitrebond® - Controle / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	2	20,00
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	1	10,00
Adesiva	7	70,00
Total 1	10	100
FPT	36	78,26
Total 2	46	

Grupo 21 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	0	0,00
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	0	0,00
Adesiva	0	0,00
Total 1	0	0
FPT	0	0,00
Total 2	0	

Grupo 22 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	6	18,75
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	1	3,13
Adesiva	25	78,13
Total 1	32	100
FPT	43	57,33
Total 2	75	

Grupo 23 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	0	0,00
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	0	0,00
Adesiva	1	100,00
Total 1	1	100
FPT	8	88,89
Total 2	9	

Grupo 24 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada		
Tipo de fratura / FPT	Quantidade	%
Coesiva em material	11	39,29
Coesiva em dentina	0	0,00
Mista	0	0,00
Adesiva	17	60,71
Total 1	28	100
FPT	44	61,11
Total 2	72	

APÊNDICE J – Concentrações de cálcio e fósforo – Vitrebond® e Vitremer®

Grupo 1 – Vitremer® - Controle / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	68,94	74,17	31,06	25,83	2,22
2	69,36	74,55	30,64	25,45	2,26
3	68,79	74,04	31,21	25,96	2,20

Grupo 2 – Vitremer® - Controle / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	67,95	73,28	32,05	26,72	2,12
2	68,49	73,77	31,51	26,23	2,17
3	68,41	73,70	31,59	26,30	2,17

Grupo 3 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	66,44	71,92	33,56	28,08	1,98
2	66,57	72,04	33,43	27,96	1,99
3	66,86	72,31	33,14	27,69	2,02

Grupo 4 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	67,78	73,13	32,22	26,87	2,10
2	66,34	71,84	33,66	26,16	1,97
3	67,78	73,13	32,22	26,87	2,10

Grupo 5 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	67,88	73,22	32,12	26,78	2,11
2	67,36	72,75	32,64	27,25	2,06
3	68,08	73,40	31,92	26,60	2,13

Grupo 6 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	67,74	73,10	32,26	26,90	2,10
2	67,47	72,86	32,53	27,14	2,07
3	67,98	73,31	32,02	26,69	2,12

Grupo 7 – Vitrebond® - Controle / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	68,59	73,86	31,41	26,14	2,18
2	68,41	73,70	31,59	26,30	2,17
3	68,96	74,19	31,04	25,81	2,22

Grupo 8 – Vitrebond® - Controle / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	67,59	72,97	32,41	27,03	2,09
2	67,70	73,06	32,30	26,94	2,10
3	66,80	72,25	33,20	27,75	2,01

Grupo 9 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	68,09	73,41	31,91	26,59	2,13
2	66,75	72,21	33,25	27,79	2,01
3	66,00	71,53	34,00	28,47	1,94

Grupo 10 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	69,17	74,38	30,83	25,62	2,24
2	69,45	74,63	30,55	25,37	2,27
3	69,64	74,80	30,36	25,20	2,29

Grupo 11 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	66,90	72,32	33,10	27,66	2,02
2	67,14	72,55	32,86	27,45	2,04
3	66,62	72,09	33,38	27,91	2,00

Grupo 12 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina hígida / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	66,78	72,23	33,22	27,77	2,01
2	66,87	72,31	33,13	27,69	2,02
3	66,15	71,66	33,85	28,34	1,95

Grupo 13 – Vitremer® - Controle / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	67,00	72,43	33,00	27,57	2,03
2	66,89	72,33	33,11	27,67	2,02
3	67,15	72,56	32,85	27,44	2,04

Grupo 14 – Vitremer® - Controle / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	67,91	73,25	32,09	26,75	2,12
2	68,21	73,52	31,79	26,48	2,15
3	67,99	73,32	32,01	26,68	2,12

Grupo 15 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	64,68	70,33	35,42	29,67	1,83
2	65,77	71,32	34,23	28,68	1,92
3	65,04	70,65	34,96	29,35	1,86

Grupo 16 – Vitremer® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	70,18	75,28	29,82	24,72	2,35
2	68,39	73,68	31,61	26,32	2,16
3	68,72	73,98	31,28	26,02	2,20

Grupo 17 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	72,63	77,40	27,37	22,56	2,65
2	72,76	77,56	27,24	22,44	2,67
3	73,33	78,06	26,67	21,94	2,75

Grupo 18 – Vitremer® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	66,82	72,27	33,18	27,73	2,01
2	66,82	72,27	33,18	27,73	2,01
3	67,88	73,23	32,12	26,77	2,11

Grupo 19 – Vitrebond® - Controle / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	66,27	71,77	33,73	28,23	1,96
2	66,71	72,16	33,29	27,84	2,00
3	66,73	72,19	33,27	27,81	2,01

Grupo 20 – Vitrebond® - Controle / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	66,97	72,40	33,03	27,60	2,03
2	66,64	72,11	33,36	27,89	2,00
3	66,18	71,69	33,82	28,31	1,96

Grupo 21 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	65,95	71,48	34,05	28,52	1,94
2	66,60	72,07	33,40	27,93	1,99
3	66,70	72,07	33,40	27,93	2,00

Grupo 22 – Vitrebond® - Biosilicato® 2% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	66,32	71,82	33,68	28,18	1,97
2	66,19	71,70	33,81	28,30	1,96
3	66,40	71,89	33,60	28,11	1,98

Grupo 23 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Ciclagem termomecânica					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	66,08	71,60	33,92	28,40	1,95
2	66,11	71,63	33,89	28,37	1,95
3	66,50	71,98	33,50	28,02	1,99

Grupo 24 – Vitrebond® - Biosilicato® 6,5% / Dentina cariada / Armazenamento em água destilada					
	Ca		P		Ca/P
	Atom (%)	Element (Wt%)	Atom (%)	Element (Wt%)	
1	65,84	71,38	34,16	28,62	1,93
2	66,74	72,19	33,26	27,81	2,01
3	66,91	72,35	33,09	27,65	2,02