



UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS DENTÁRIOS E PRÓTESE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOPEDIATRIA



STEPHANIE DE OLIVEIRA SILVA

**EFEITO DA ADIÇÃO DE VITROCERÂMICA BIOATIVA EM DENTIFRÍCIO SOBRE
ABRASIVIDADE E REMINERALIZAÇÃO DO ESMALTE DENTAL**

Ribeirão Preto

2022

STEPHANIE DE OLIVEIRA SILVA

**EFEITO DA ADIÇÃO DE VITROCERÂMICA BIOATIVA EM DENTIFRÍCIO SOBRE
ABRASIVIDADE E REMINERALIZAÇÃO DO ESMALTE DENTAL**

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração em Odontopediatria, junto ao Programa de Pós-Graduação em Odontopediatria.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Fernanda de Carvalho Panzeri
Pires de Souza

VERSÃO CORRIGIDA

Ribeirão Preto

2022

Autorizo a reprodução e divulgação 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

Silva, Stephanie de Oliveira

Efeito da adição de vitrocerâmica bioativa em dentifrício sobre abrasividade e remineralização do esmalte dental/ Stephanie de Oliveira Silva; Orientadora, Profa. Dra. Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza, Ribeirão Preto, 2022.

53p.: il.; 30cm

“Versão corrigida da dissertação. A versão original se encontrará disponível na Unidade que aloja o Programa”

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração Odontopediatria, junto ao Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral.

Versão Original

1. Cárie. 2. Dentifrício fluoretado. 3. Solução 4. Biomaterial. 5. Biosilicato
6. Lesão de mancha branca. 7. Remineralização.

FOLHA DE APROVAÇÃO

SILVA, SO. Efeito da adição de vitrocerâmica bioativa em dentifrício sobre abrasividade e remineralização do esmalte dental.

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração Odontopediatria, junto ao Programa de Pós-Graduação em Odontopediatria.

Aprovado em: 28 /07/2022

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr.: Dayse Andrade Romão

Instituição : Faculdade de Odontologia - UFAL

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof. Dr.: Alexandra Mussolino de Queiroz

Instituição: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto - USP

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof. Dra.: Marcelle Danelon

Instituição: Universidade Ribeirão Preto - UNAERP

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DADOS CURRICULARES

STEPHANIE DE OLIVEIRA SILVA

Nascimento 05 de dezembro 1993, São Paulo, SP

Filiação Luzinete Teixeira De Oliveira Silva
Aderval José da Silva

2011 - 2015 Graduação
Faculdade de Metropolitana Unida – FMU

2020 - 2022 Mestrado em Odontologia
Área de Concentração: Odontopediatria
Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo- FORP/USP

Título: Efeito da adição de vitrocerâmica bioativa em dentifrício sobre abrasividade e remineralização do esmalte dental

Orientador(a): Prof^a. Dr^a. Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza

DEDICATÓRIA

Primeiramente agradeço à **Deus**, por ter me feito de barro (no qual sempre pode ser moldado) e soprado Seu folego de vida e desde então me fazer senti-Lo presente em todos os momentos.

Aos meus pais, **Luzinete Teixeira de Oliveira Silva** e **Aderval José da Silva**, que sempre se dedicaram a mim e me socorreram – muita das vezes, mais do que poderiam – em minhas necessidades física, emocional e espiritual; Ao meu irmão **Kennedy** e caçula **Sophie** que me alimentam e me enchem do amor verdadeiro.

Ao **Dr. Marcelo Guedes de Britto** e **Marilda Aparecia Simoni Britto** que abriram meus olhos para as oportunidades ímpares da vida e sempre acreditaram em mim.

Ao **Gustavo Guedes de Britto** que me concebeu a maior alegria de toda a minha vida: **Mariana Oliveira Guedes de Britto**; nossa filha amada, na qual é minha motivação e inspiração que se renovam a cada manhã;

A todos os meus familiares e amigos que me revigoram a cada encontro. Em especial a **Thaina Dimas** que faz parte das minhas experiências em dias de lutas e dias de glória. Amo você, **Rita**.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

À Profa. Dra. Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza, muito mais que uma professora universitária para mim. Um socorro bem presente. Enxergou e moldou minhas fraquezas como potência para lutar. Nunca soltou minha mão. Ensinou-me e dedicou-se inteiramente aos meus esforços e aos meus sonhos. Admiro muito sua competência!

Eternamente grata à Deus por ter sido você – escolhida a dedo por Ele – para estar comigo nesta trajetória de muitas rosas e também de muitos espinhos; Será você Fernanda Panzeri, eternamente memorizada por mim e pelos meus. Gratidão!

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, por ter me dado a oportunidade de conhecê-la e hoje fazer parte de sua história.

Em especial à **Mary**, secretária do programa de Pós-graduação em Odontopediatria que sempre esteve disposta a sanar todas as minhas dúvidas, o que o fez permanentemente com muita atenção e carinho, além de sempre me dar à luz, a direção.

Aos pós-graduandos em Reabilitação Oral da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, em especial à **Rebeca Franco de Lima Oliveira**, **Ayodele Alves Amorim**, **Adriana Cavalcanti Ferreira**, **Rocio Geng Vivanco**, **Eduardo Soares** pela convivência, paciência, ensinamento e por todo apoio.

A **Jessica Dantas Abreu** que se tornou minha irmã de caminhada, de vida! O carinho cultivado entre nós ao longo dos anos, está eternizado em minh'alma. Minha admiração, respeito, amor por você são imensuráveis. Você é minha inspiração!

Ao **Eduardo Soares**, que chegou como quem não quer nada e sendo esta pessoa iluminada que ele é fez – sem perceber – com que meus dias ficassem mais leves, alegres e otimistas!

A **Gabriela Goering**, na qual eu amo muito e jamais esquecerei o apoio, suporte e noites mal dormidas ao meu lado. Obrigada, GabiS.

Agradeço ao meu amigo **Ricardo Borsatto**, não só pelo suporte acadêmico, mas também, por dedicar tanto seu precioso tempo ao meu desenvolvimento pessoal. Obrigada por tudo, obrigada por tanto!

Ao **Laboratório de Materiais Dentários e Prótese**, pelo suporte e colaboração no projeto de pesquisa. Eterna gratidão.

Enfim, passar uma fase da minha vida na **FORP-USP**, foi um privilégio e será para todo sempre retida com muita gratidão, apesar de muitos momentos difíceis e renúncias. Agradeço – direta e indiretamente – todos que fizeram parte do meu amadurecimento pessoal, crescimento profissional, passaram e ficarão na minha história. Muito obrigada!

SILVA, SO. **Efeito da adição de vitrocerâmica bioativa em dentifrício sobre abrasividade e remineralização do esmalte dental.** Ribeirão Preto, 2022. 53p. Dissertação. (Mestrado em Odontopediatria) - Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo; 2022.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da adição de Biosilicato em dentifrício experimental na abrasividade e na remineralização sobre esmalte dental. A ação do dentifrício com 10% de Biosilicato (Bio) foi comparada ao dentifrício convencional (Controle), dentifrício experimental com fluoreto de sódio – 1450ppm (Flúor) e suspensão de Biosilicato a 10%. O dentifrício experimental foi obtido a base de carboximetilcelulose + glicerol + sílica espessante + sílica abrasiva. O Biosilicato foi adicionado ao dentifrício e à água destilada em concentração de 10% em peso. Blocos de esmalte de dentes bovinos (6mm x 6mm x 2mm) foram obtidos e submetidos à análise de microdureza (Microdurômetro HMV, Shimadzu) e rugosidade de superfície (Rugosímetro Surfscorder SE 1700) do esmalte. Os blocos foram submetidos a desafio cariogênico com gel de carboximetil cellulose 8%. Os tratamentos com dentifrícios foram realizados através de escovação simulada (Pepsodent, MAVTEC) por 14.600 ciclos. A suspensão foi aplicada nos espécimes por imersão durante 8h seguido de 16h em saliva artificial a 37°C por 60 dias, totalizando 1.440 ciclos. Após os tratamentos, leituras finais de microdureza e rugosidade de superfície foram realizadas e imagens em microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas para analisar morfologicamente as amostras após os tratamentos. Os dados foram analisados (One-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$) e demonstraram que a menor alteração de rugosidade de superfície ocorreu após o tratamento com suspensão, diferente estatisticamente ($p < 0,05$) de todos os outros grupos. Bio resultou em microdureza diferente de Flúor ($p < 0,05$). As imagens de MEV demonstraram que os tratamentos com Biosilicato resultaram em superfícies abrasionadas com deposição de vitrocerâmica sobre a superfície. Concluiu-se que Bio resultou em abrasividade semelhante ao Controle e que o Biosilicato pode ser um tratamento eficiente para o tratamento da lesão de mancha branca.

Palavras-Chave: Cárie dentária, Dentifrício, Biomaterial, Biosilicato, Lesão de mancha branca, Remineralização dentária, Higiene oral.

SILVA, SO. **Effect of bioactive glass-ceramic addition on abrasivity of toothpaste and remineralization of dental enamel.** Ribeirão Preto, 2022. 53p. Dissertation. (Masters in Oral Rehabilitation) – School of Dentistry of Ribeirão Preto, University of São Paulo; 2022.

ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the effect of the addition of Biosilicate to an experimental toothpaste on the abrasiveness and remineralization of tooth enamel. The action of toothpaste with 10% Biosilicate (Bio) was compared to a conventional toothpaste (Control), experimental toothpaste with sodium fluoride – 1450ppm (Fluoride) and suspension of Biosilicate at 10%. The experimental toothpaste was obtained based on carboxymethylcellulose + glycerol + thickening silica + abrasive silica. The Bio was added on toothpaste and in distilled water in 10% Biosilicate (by weight). Bovine tooth enamel blocks (6mm x 6mm x 2mm) were obtained and submitted to analysis of enamel microhardness (HMV Microhardness Meter, Shimadzu) and surface roughness (Rugometer Surfcorde SE 1700). The fragments were submitted to cariogenic challenge. The toothpaste treatments were performed using simulated toothbrushing (Pepsodent, MAVTEC) for 14,600 cycles. The suspension was applied to the specimens by immersion for 8h followed by 16h in artificial saliva at 37°C for 60 days, totaling 1,440 cycles. After the treatments, final readings of microhardness and surface roughness were performed, and SEM images were recorded for morphological analysis of the samples after the treatments. Data were analyzed (One-way ANOVA, Tukey, $p < 0.05$) and demonstrated that the smallest change in surface roughness occurred after the suspension treatment, statistically different ($p < 0.05$) from all other groups. Bio resulted in microhardness different from Fluorine ($p < 0.05$). SEM images demonstrated that treatments with Biosilicate resulted in abraded surfaces with deposition of glass-ceramic on the surface. It was concluded that Bio resulted in similar abrasiveness to Control and that Biosilicate can be an efficient treatment for the treatment of white spot lesion.

Keywords: Dental caries, Dentifrice, Biomaterial, Biosilicate, White spot lesion, Dental remineralization, Oral hygiene.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	Processamento dos dentes bovinos para obtenção das amostras. A) Dente bovino completo, sem raiz e incluído em cera para ser cortado em cortadeira metalográfica. B) Amostra cortada.....	25
Figura 2.	PH-Metro.....	25
Figura 3.	Rugosímetro.....	26
Figura 4.	Microdurômetro.....	28
Figura 5.	Gel de carboximetilcelulose 8% e ácido láctico.....	29
Figura 6.	Escovação simulada.....	30
Figura 7.	Suspensão de Biosilicato 10%.....	31
Figura 8.	Microscopia eletrônica de varredura.....	32
Figura 9.	Microscopias eletrônicas de varredura representativa de cada grupo. Foram obtidas imagens em 3 aumentos: 500, 1000 e 2000x.....	36

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	Descrição de todos os grupos.....	24
Tabela 2.	Comparação das médias (desvio-padrão) da alteração de rugosidade de superfície entre os grupos (One-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).....	34
Tabela 3.	Comparação das médias (desvio-padrão) da microdureza relativa das amostras (%) após os tratamentos (One-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).....	34
Tabela 4.	Comparação das médias (desvio-padrão) do potencial remineralizador dos tratamentos sobre as amostras (One-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).....	35

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
2. PROPOSIÇÃO	20
3. MATERIAIS E MÉTODOS	22
3.1 1 Confeção das Amostras.....	24
3.2 Ensaios	25
3.2.1 Análise de pH.....	25
3.2.2 Análise da Rugosidade de superfície	26
3.2.3 Análise da Microdureza	27
3.3 3 Desafio Cariogênico.....	28
3.4 Escovação Simulada	29
3.5 Aplicação da suspensão	30
3.6 6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	31
3.7 Análise estatística	32
4. RESULTADOS	33
4.1 1 Rugosidade de Superfície	34
4.2 2 Microdureza Relativa	34
4.3 3 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	35
5. DISCUSSÃO	38
6. CONCLUSÃO	45
REFERÊNCIAS	47

1. Introdução

1. INTRODUÇÃO

A cárie dentária é uma das doenças mundiais mais comuns, sendo uma grande preocupação de saúde pública, embora sua prevalência tenha diminuído nas últimas décadas. Segundo a Global Burden of Disease (GBD) 3,5 bilhões de pessoas – de 7,5 bilhões da população mundial - foram afetadas por condições bucais, sendo a cárie dentária a mais comum. Globalmente, estima-se que 2,3 bilhões de pessoas sofrem de cárie nos dentes permanentes e mais de 530 milhões de crianças sofrem de cárie em dentes decíduos. (MARCENES et al. 2013, GBD, 2017; WHO, 2020) Uma doença multifatorial e dinâmica, a cárie é caracterizada pela disbiose na atividade metabólica bacteriana existente no biofilme, apresentando clinicamente lesões de mancha branca, decorrente da desmineralização da superfície íntegra do elemento dental. A lesão incipiente é o primeiro sinal clínico desta doença que atua sobre vários aspectos determinados por fatores comportamentais, biológicos e psicossociais ligados ao ambiente de um indivíduo. (CHAPMAN et al., 2010; ZHAN, 2018)

O biofilme tem capacidade de homeostasia microbiana relativamente estável ao longo do tempo. Por si só não produz doenças, mas sob certas circunstâncias, como a ingestão de carboidratos, especialmente a sacarose, ocorre uma rápida queda de pH sendo, 4,5 a 5,5 considerado um pH crítico para o esmalte e pH crítico inferior a 6.5 para dentina. Dependendo da frequência e tempo do consumo de produtos alimentícios considerados cariogênicos, esta homeostase microbiana é interrompida, alterando o pH várias vezes ao dia, fornecendo ambiente propício para a proliferação de bactérias acidúricas e acidogênicas como *Streptococcus Mutans* e *Lactobacilli*, que fermentam carboidratos da dieta, produzindo ácidos (lático, acético, fórmico e propiônico), os quais se difundem no esmalte e dentina dissolvendo seu mineral, acarretando a desmineralização dentária. (FEATHERSTONE, 2008; MARSH, 2010).

A desmineralização pode ser paralisada por meio da saliva, rica em cálcio e fosfato, principais minerais componentes da estrutura cristalina dos dentes. Quando o pH do meio bucal está entre 4,5 a 5,5, a saliva consegue proteger o esmalte devido à sua capacidade tampão (CHIFOR et al., 2019). Caso haja um equilíbrio da dieta, no consumo específico de sacarose e a frequência adequada de remoção do biofilme, esse processo de desmineralização é recuperado pelo processo de remineralização fisiológica e a saúde bucal é preservada. Entretanto, muitas vezes, esses hábitos de

consumo e higiene não são totalmente eficientes para alguns pacientes, principalmente crianças que são expostas a dietas com alto teor de sacarose, desde alimentos industrializados à amamentação noturna com leite açucarado com subsequente ausência de escovação (WHO, 2017; ROSIER et al., 2017).

CURY (2015) relata que, o biofilme acumulado associado à exposição de sacarose mais de 8 vezes por dia desequilibra o pH deslocando o meio bucal para progressiva perda de mineral. Neste sentido, no ano de 2010, a Organização Mundial da Saúde (OMS) lançou um Processo de Desenvolvimento de Diretrizes, definindo um novo protocolo para atualizar as recomendações de açúcares visto que estes (principalmente a sacarose) são os fatores alimentares mais importantes no desenvolvimento de cárie dentária. Assim, é fundamental a intercessão nos fatores que levam ao desenvolvimento da cárie, isto é, desorganizar regularmente o biofilme formado e reduzir o consumo de açúcar. (SHEIRAM, 2001; WHO, 2010)

Para diminuir a incidência de cárie, além das mudanças de hábitos alimentares e desorganizar periodicamente o biofilme, muitos municípios do Brasil e em outros locais do mundo optaram pela fluoretação da água de abastecimento. Além disso, os produtos de higiene oral (dentifrícios e enxaguatórios bucais) apresentam na sua composição íons flúor que captam íons cálcio, que por sua vez, atraem íons fosfato, difundindo-se no elemento dental, formando a fluorapatita na superfície cristalina remanescente do mineral dental. A fluorapatita torna a superfície do esmalte mais resistente à ação dos ácidos do biofilme acidogênico, além de agir como reservatório de flúor, estabilizando a progressão da lesão de cárie. (FEATHERSTONE, 2008)

CURY (2015) menciona que a presença de flúor é capaz de aumentar de 2 a 4 vezes a capacidade da saliva em repor minerais perdidos pelos dentes. Em acréscimo, o flúor é mais eficiente para repor pequenas perdas de minerais do que para remineralizar manchas brancas. Assim, quando a desmineralização supera a capacidade da remineralização fisiológica, mesmo com a presença de flúor, faz-se necessário tratamento para lesão de mancha branca, por meio da deposição de hidroxiapatita (HÁ), hidroxycarbonapatita (HCA) e/ou hidroxilo fluorapatita (HCFA), proporcionada por meio do uso de biomateriais. (TEN CATE e FEATHERSTONE, 1991; RODRÍGUEZ-LORENZO, HART, GROSS, 2003; CURY & TENUTA, 2009)

O uso de biomateriais tem sido amplamente investigado pois são materiais que interagem diretamente com os sistemas biológicos para tratar, aumentar ou

substituir um tecido, órgão ou uma função do corpo sendo classificados de acordo com o tipo de interação que estabelece com os tecidos vivos (osteindutor e osteocondutor). A semelhança entre osso, dentina e esmalte levou à hipótese de que vidros bioativos poderiam ser empregados também na cavidade oral. No ano de 2003, Zanotto *et al.* desenvolveram um pó cristalino de vidro cerâmico quaternário bioativo $P_2O_5 - Na_2O - CaO - SiO_2$ (Biosilicato) e desde então sua aplicabilidade foi comprovada ao apresentar propriedades biológicas (RENNO *et al.*, 2013; CROCAVE *et al.*, 2016), tratamento da hipersensibilidade dentinária, (TIRAPELLI *et al.*, 2011) além de sua capacidade antimicrobiana, incluindo bactérias anaeróbicas (MARTINS *et al.*, 2011).

Como resultado de grande evolução, o Biosilicato apresenta propriedades próprias, dentre elas a formação da camada de hidroxycarbonapapita (HCA) na superfície mineralizada, cujo mecanismo de ação basicamente é liberar Si na forma de ácido silícico devido à troca iônica e à dissolução da rede fornece rapidamente uma camada de sílica gel que acelera a precipitação de fosfato de cálcio amorfo que, por sua vez, rapidamente cristaliza HCA (PEITL, ZANOTTO, HENCH, 2001).

Estudos em que foi utilizado o Biosilicato no tratamento da dentina previamente à utilização de adesivo dentinário, demonstraram eficiência na remineralização da interface adesiva, incluindo em substratos cariados artificialmente (MORAIS *et al.*, 2018; PANZERI PIRES-DE-SOUZA *et al.*, 2015, CHINELATTI *et al.*, 2019). Outro estudo, em que o Biosilicato foi utilizado sobre esmalte dental, demonstrou que quando utilizado, houve melhora na resistência de união do selante de fôssulas e fissuras em superfícies contaminadas com saliva (SILVEIRA *et al.*, 2019).

Nos estudos em que o Biosilicato foi utilizado como biomaterial remineralizador, a forma de aplicação sempre foi na forma de solução, a maioria com a concentração de 10% em peso (TIRAPELLI *et al.*, 2011). Entretanto, essa forma de aplicação, quando em contato com a superfície do esmalte hígido, pode levar a menor substantividade e, conseqüentemente, a menor potencial de ação (KOKUBO & TAKADAMA, 2011). Outra propriedade interessante deste biomaterial é a capacidade do Biosilicato apresentar-se cristalino, não apresentando superfícies de corte afiadas como os biomateriais vitro cerâmicos, que por sua vez, podem levar à irritação da gengiva durante a escovação (SIQUEIRA & ZANOTTO, 2011) Assim, foram desenvolvidos dentifrícios com biovidros com o objetivo de remineralizar as lesões

incipientes de cáries (GABBAI-ARMELIN et al., 2017). Os vidros têm se mostrado promissores para a formação da hidroxiapatita ou fluoroapatita, como demonstrado em vários estudos. (GJORGIEVSKA et al., 2013; KOHDA et al., 2015; MEHTA et al., 2014; PALANISWAMY et al., 2016). Entretanto, pouco se sabe sobre o efeito deste aditivo em remineralização de esmalte dental aplicado como dentifrício, uma das formas mais eficientes de levar agentes terapêuticos no dente

Diante do exposto, o objetivo deste estudo foi oferecer uma nova condição de tratamento para remineralização de lesões de mancha quando esta torna-se fisiologicamente deficiente, por meio do uso de Biosilicato.

2. Proposição

2. PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da adição de 10% de Biosilicato em dentifrícios experimentais na abrasividade e na remineralização sobre o esmalte dental. Partiu-se da hipótese de que não haveria diferença na abrasividade dos dentifrícios e na remineralização sobre o esmalte dental.

3. Materiais e Métodos





3. MATERIAL E MÉTODOS

Para este estudo, foram obtidas duas formulações de dentifrício experimental. A primeira formulação à base de Carboximetilcelulose (CMC), Glicerina, Tixosil 73, Tixosil 43B e Fluoreto de de sódio 1450ppm (0,32g). Para isso, a CMC foi dissolvida em 5% em peso de glicerol a 95°C e os demais componentes foram adicionados na proporção necessária para dar a consistência adequada ao dentifrício.

A segunda formulação teve como base a composição anterior – CMC, Glicerina, Tixosil 73, Tixosil 43B – porém, foi adicionado 10% em peso de Biosilicato, de maneira que o pó foi misturado com espátula, imediatamente antes da utilização, manualmente, até a distribuição visualmente homogênea, sem separação de fases entre o espessante e o Biosilicato. Ambos os dentifrícios experimentais foram comparados a um grupo controle positivo, no qual foi utilizado um dentifrício comercial da marca Colgate Smile.

A eficiência da ação remineralizante da vitrocerâmica também foi investigada na forma de suspensão, na concentração de 10% de Biosilicato. A suspensão de micropartículas (tamanho médio de 4µm) foi preparada a partir da adição de 0,0020mg de micropartículas de Biosilicato® a 20 mL de água destilada e deionizada em um recipiente de vidro, agitada manual e vigorosamente até que as partículas de Biosilicato foram completamente diluídas no recipiente. A suspensão foi preparada imediatamente antes da aplicação. A descrição de todos os grupos pode ser vista na Tabela 1.

Tabela 1. Descrição de todos os grupos.

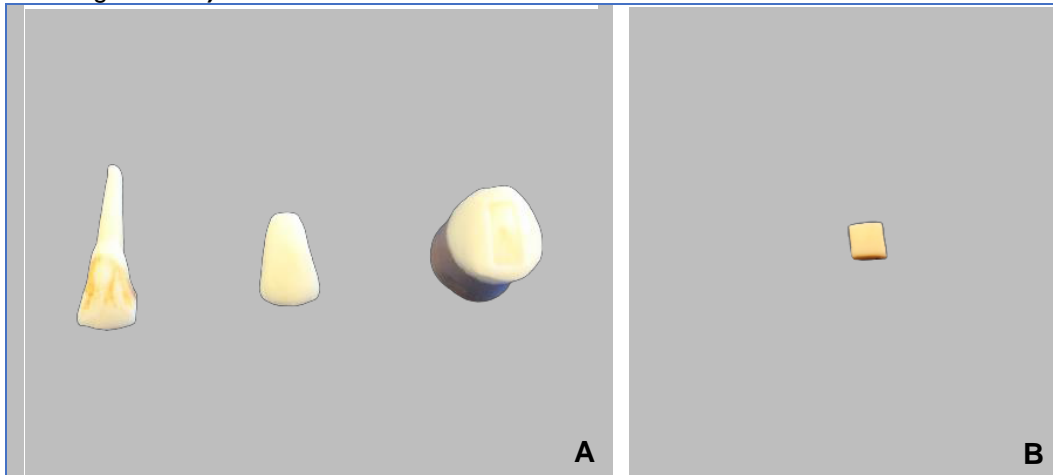
GRUPO	PRODUTO	COMPOSIÇÃO
G1 	Creme Dental Colgate Smiles (Batman & Mulher Maravilha) 100mg Controle	Fluoreto de Sódio 0,242% Sorbitol, Água, Silica hidratada, PEG-12, Goma de Celulosa, Laurisulfato de Sódio, Sabor, SarcarinaSodica, Fluoruro de Sódio, Mica (CI77019), Dioxido de Titano (CI77891),FD&C Rojo No 40 9CI1603)
G2 	Dentífrico experimental com flúor	Carboximetilcelulose (2,0g), Glicerina ((74,68g), Tixosil 73 (10,0g), Tixosil 43B (13,9g) e Fluoreto de sódio (1450ppm)
G3 	Dentífrico experimental com Biosilicato	Carboximetilcelulose (2,0g), Glicerina (74,68g), Tixosil 73 (10,0g), Tixosil 43B (13,9g) Biosilicato 10% (5,0g)
G4 	Suspensão de Biosilicato (10%) em água destilada e deionizada	Água destilada e deionizada (20ml) e Biosilicato (10% em peso)

3.1 Confeção das Amostras

As amostras de dentes bovinos foram confeccionadas a partir de cortes de em cortadeira metalográfica (Isomet 100 Buehler, Illinois, EUA) até a obtenção de fragmentos nas dimensões de 6mm x 6mm x 2mm. Para serem incluídos no estudo, os dentes bovinos estavam livres de trincas e/ou fraturas.

Após os cortes, as faces vestibulares dos fragmentos foram planificadas com lixas d'água 600 e 1200 para remoção dos sulcos marcadamente presentes nos dentes bovinos e os fragmentos foram padronizados em sua rugosidade de superfície, de forma que os valores não poderiam exceder $0,2 \mu\text{m}$

Figura 1. Processamento dos dentes bovinos para obtenção das amostras. **A)** Dente bovino completo, sem raiz e incluído em cera para ser cortado em cortadeira metalográfica. **B)** Amostra cortada.



3.2 Ensaios

3.2.1 Análise de pH

A análise de pH dos dentífrícios e da suspensão de Biosilicato foram realizadas utilizando um pHmetro (PHS3BW, Bel Engineering, Milão, Itália) cujo eletrodo foi inicialmente calibrado antes e entre cada medida. (BIJLE et al., 2018).

Figura 2. PH-Metro.



3.2.2 Análise da Rugosidade de superfície

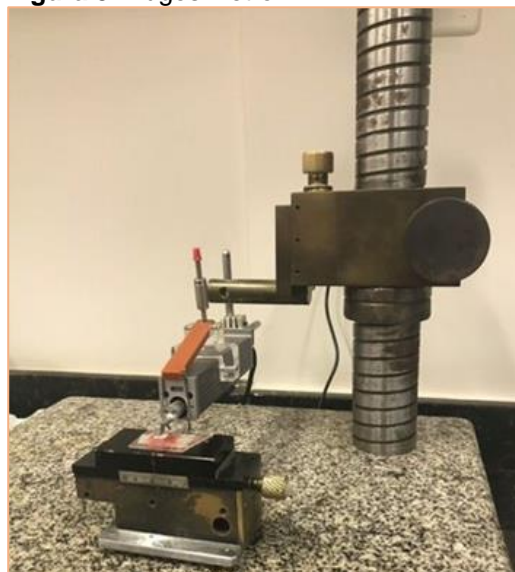
A análise da rugosidade de superfície foi realizada utilizando o Rugosímetro Surfscorder SE 1700 (Kosakalab, Toquio, Japão).

Esse equipamento permite a análise das condições rugosimétricas da superfície dos padrões, sendo composto por duas partes principais:

- Unidade Programadora de Controle e Registro da Leitura: onde ficam localizados os comandos para o acionamento do aparelho e o seletor do programa utilizado.
- Unidade Transversal Motorizada Precursora de Leitura: composta por um motor e uma agulha, que se movimenta, realizando a sondagem da superfície da restauração de acordo com o programa pré-estabelecido. A unidade motora é fixada a uma haste vertical que, por sua vez, prende-se a uma base sólida de granito, oferecendo estabilidade ao conjunto. A base de granito fica paralela à unidade motorizada, que é passível de regulagem nos sentidos vertical e horizontal.

Após ser acionado pelo display do controle, a agulha de leitura do rugosímetro percorre a distância de 3,2 mm com 3 cut-off de 0,8 mm, totalizando um comprimento de leitura de 2,4 mm, à velocidade de 0,25 mm/s. A agulha é movimentada em uma única direção e detecta as irregularidades da superfície que correspondem aos picos, vales e ondas. Este é definido como a média dos afastamentos do pick-up tanto para cima como para baixo, em relação a uma linha central.

Figura 3. Rugosímetro.



Foram realizadas três leituras, em locais diferentes na superfície das amostras, perpendiculares à área em que foi realizado o teste de escovação simulada: uma central, uma 1 mm para direita e uma 1 mm para esquerda e a média desses valores foram utilizadas como medidas de rugosidade de superfície. A análise de rugosidade de superfície foi realizada antes e após os tratamentos propostos e a variação de rugosidade de superfície foi calculada pela diferença entre os valores finais e iniciais.

3.2.3 Análise da Microdureza

As amostras foram submetidas a leituras de microdureza Knoop (Microdurômetro HMV, Shimadzu, Tóquio, Japão) do esmalte, antes (baseline) e após os tratamentos. Para análise de microdureza Knoop foi utilizado um microdurômetro Micro HardnessTester HMV-2 (Shimadzu®, Tóquio, Japão), que aciona uma ponta penetradora de diamante de forma piramidal e base losangular sob carga vertical estática de 25g aplicada por 5 segundos.

Ao ser acionada, a ponta penetradora realiza uma compressão na superfície do padrão, gerando uma figura geométrica em forma de pirâmide inversa. O losango possibilita a determinação da microdureza superficial do material a partir da mensuração da sua maior diagonal, cujo o valor é aplicado na formula:

$$\mathbf{KHN = 1,451 F/d^2}$$

Onde:

KHN = Valor de dureza Knoop

F = 25 gramas

d = comprimento da maior diagonal na indentação

Foram realizadas cinco leituras iniciais distintas nas amostras com a objetiva de 40x, cada uma equidistante 1mm uma da outra. A média das cinco leituras foi considerada como valor de microdureza. A análise de microdureza foi realizada antes e após os tratamentos propostos.

Figura 4. Microdurometro.

A alteração de microdureza foi calculada considerando as diferenças relativas em relação aos valores iniciais pela fórmula:

$$\Delta KHN = ((KHNf - KHNi)/KHNi) \times 100$$

Onde: KHNi se relaciona às medições iniciais e KHNf como medições finais de microdureza. Além disso, O potencial remineralizador dos tratamentos aplicados, também foi calculado entre os valores finais e os valores obtidos após o desafio cariogênico a partir da fórmula:

Potencial = $(KHNf - KHNc)/(KHNi - KHNc) \times 100$, sendo que KHNc corresponde ao valor de microdureza após o desafio cariogênico.

3.3 Desafio Cariogênico

Os fragmentos de dentes foram submetidos a desafio cariogênico a fim de simular a desmineralização do esmalte em lesões brancas. Para isso, o protocolo de cárie artificial foi realizado com gel de metilcelulose 8%, manipulado após pesagem de 6g de pó de carboximetilcelulose para 75ml de água destilada, manipulado manualmente com bastão de vidro em um becker (pH=4,6/37°C), e adicionado ao fragmento bovino 1,5ml, de forma que as faces de dentina do fragmento foram protegidas por meio dos protocolos de proteção dos tecidos e de cárie artificial através de esmalte cosmético de unha vermelho. O gel permaneceu em contato com a

superfície do fragmento por 12 horas em câmara fria (4°C). Em seguida, foi adicionada a mesma quantidade 1,5 mL de ácido láctico a 0,1M, pH=4,6 ajustado com KOH 10M. (MORON, 2011).

Figura 5. Gel de metilcelulose 8% e ácido láctico.



Após a obtenção do substrato cariado artificialmente, estes foram separados em grupos (Tabela 1), com n=8. O cálculo amostral foi realizado após estudo piloto e comparação das médias (www.openepi.com), com intervalo de confiança de 95% e poder da amostra em 80%.

3.4 Escovação Simulada

As amostras tratadas com dentifrícios, foram submetidas à escovação simulada, que por sua vez foi feita em máquina de escovação (Pepsodent, MAVTEC - Com. Peças, Acess. e Serv. Ltda. ME, Ribeirão Preto, SP, Brasil). Para isso, foi utilizada uma escova dental (Tek, Johnson & Johnson Ind. Com. Ltda., São José dos Campos, SP, Brasil) para cada amostra. As cabeças das escovas foram cortadas em baixa rotação com auxílio de peça reta e fresa maxicut (Edenta AG, Au, Suíça). Em seguida, foram encaixadas nos dispositivos da máquina e fixadas com parafusos nas regiões laterais e superior. A escova acoplada possuía o peso de 200g e o curso percorrido por ela corresponderá a 3,8 centímetros.

Os fragmentos foram escovados em velocidade de 356 rotações por 41 minutos. As amostras foram inseridas em placas de acrílico (Acrilpress Artefatos de

acrílico Ltda, Ribeirão Preto, SP, Brasil) com auxílio de cola quente, previamente cortadas com um orifício no centro com as dimensões do corpo-de-prova (6x6x2mm) para permitir adaptação e imobilização das amostras no momento da escovação e fixadas nas cubas da máquina.

Para a escovação simulada, os dentifrícios experimentais (grupos 2 e 3) foram diluídos na proporção de 1:1 (5g de dentifrício para 5 mL de água destilada) e homogeneizado com auxílio de um bastão de vidro até a obtenção de um *slurry* com consistência uniforme, manipulado imediatamente antes de sua aplicação no espécime. Para cada cuba, 10mL de *slurry* foi vertido e a escovação ocorreu por 14.600 ciclos, por 41 minutos, equivalentes a um ano de escovação por um indivíduo saudável (WIEGAND et al., 2009)

Figura 6. Escovação simulada.

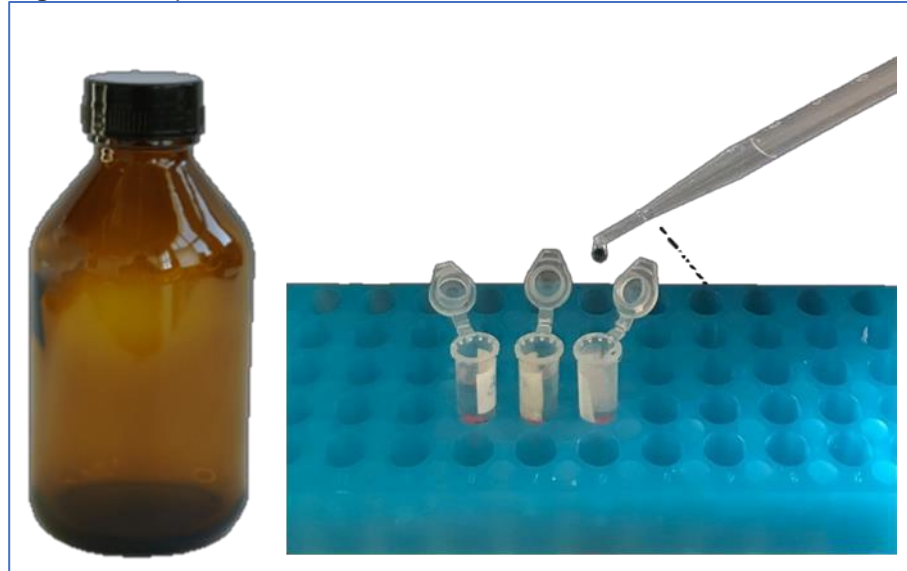


3.5 Aplicação da suspensão

A suspensão foi obtida a partir da adição de Biosilicato em concentração de 10% em água destilada, realizada imediatamente antes da imersão das amostras. Após a adição do pó, a suspensão foi vigorosamente agitada por 3 minutos e 1,5mL da suspensão foi pipetada em tubos Eppendorfs que continham as amostras individualmente. As amostras ficaram imersas em suspensão por 8h. Após esse período, a suspensão foi drenada manualmente do Eppendorf e as amostras foram

imersas em 1,5mL de saliva artificial a 37°C, permanecendo por 16h. Esse tratamento foi realizado por 60 dias, perfazendo 1440 ciclos.

Figura 7. Suspensão de biosilicato 10%.



Após sessenta dias de tratamento na solução, novas leituras de rugosidade de superfície e microdureza foram realizadas.

3.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foram realizadas análises superficiais qualitativas da superfície do esmalte. Para isso, foram selecionadas aleatoriamente duas amostras de cada grupo, as quais foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV, Microscópio Jeol JSM 5410, Sony, Toquio, Japão) com a finalidade de comparar as superfícies hígidas e tratadas. Para isso, os fragmentos foram fixados em fita adesiva e montados sobre stubs do MEV, metalizados em ouro e analisadas em aumentos de 500, 1000 e 2000 vezes.

Figura 8. Microscopia eletrônica de varredura.



3.7 Análise estatística

Os dados quantitativos foram analisados segundo a distribuição dos dados através do teste Shapiro-Wilk, com nível de significância de 95% ($\alpha=0,05$). A distribuição dos dados foi considerada normal para os parâmetros rugosidade de superfície e microdureza relativa e, por isso, foram analisados segundo One-way ANOVA, Tukey, com nível de significância de 95%. Os valores de potencial remineralizador não resultaram em distribuição normal de dados, sendo, por isso, analisados segundo teste não-paramétrico (Kruskal-Wallis, teste de Dunn, nível de significância de 95%)

4. Resultados

4. RESULTADOS

Os resultados de pH de todos os tratamentos foram:

- G1 – Dentifrício controle – pH = 7,6
- G2 -Dentifrício experimental com flúor – pH = 7,34
- G3 – Dentifrício experimental com Biosilicato – pH = 8,4
- G4 – Suspensão com Biosilicato – pH = 9,5

4.1 Rugosidade de Superfície

As médias de rugosidade de superfície e a suas comparações (One-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$) podem ser vistas na Tabela 2.

Tabela 2. Comparação das médias (desvio-padrão) da alteração de rugosidade de superfície entre os grupos (One-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$).

CONTROLE	COM FLÚOR	COM BIO	SUSPENSÃO
0,70 (0,23) A	0,34 (0,25) B	0,45 (0,15) AB	0,06 (0,04) C

Letras diferentes entre as colunas indicam diferença estatisticamente significativa

Os resultados demonstraram que no grupo Controle, a alteração de rugosidade foi maior do que a alteração após escovação com dentifrício com flúor e com o tratamento com suspensão de Biosilicato, resultados diferentes estatisticamente.

O tratamento com suspensão foi o que resultou em menor alteração de rugosidade, diferente de todos os outros grupos. A escovação com dentifrício com Biosilicato resultou em alteração de rugosidade de superfícies semelhante aos grupos Controle e Dentifrício com flúor.

4.2 Microdureza Relativa

A comparação das médias de microdureza relativa pode ser vista na Tabela 3.

Tabela 3. Comparação das médias (desvio-padrão) da microdureza relativa das amostras (%) após os tratamentos (One-way ANOVA, Tukey, $p < 0,05$)

CONTROLE	COM FLÚOR	COM BIO	SUSPENSÃO
75,3 (5,1) AB	66,3 (12,8) B	78,9 (8,3) A	75,2 (4,9) AB

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

Todos os valores de microdureza foram abaixo de 100, indicando que os tratamentos não foram capazes de recuperar totalmente a microdureza inicial do esmalte após demineralização e posterior tratamento. Apesar disso, não houve diferença estatística entre os grupos, com exceção entre dentifrícios com flúor e com Biosilicato. O dentifrício com flúor apresentou os menores valores de microdureza relativa, porém semelhante ($p>0,05$) ao grupo controle e ao tratamento com Suspensão.

A relação entre a microdureza final e após o desafio cariogênico foi calculada e foi considerado o potencial remineralizador dos tratamentos. A comparação das médias (Kruskal-Wallis, teste de Dunn, $p<0,05$) pode ser vista na Tabela 4.

Tabela 4. Comparação das médias (desvio-padrão) do potencial remineralizador dos tratamentos sobre as amostras (Kruskal-Wallis, Dunn, $p<0,05$).

CONTROLE	COM FLÚOR	COM BIO	SUSPENSÃO
33,1 (15,7) A	55,0 (22,5) A	54,4 (20,9) A	55,3 (17,8) A

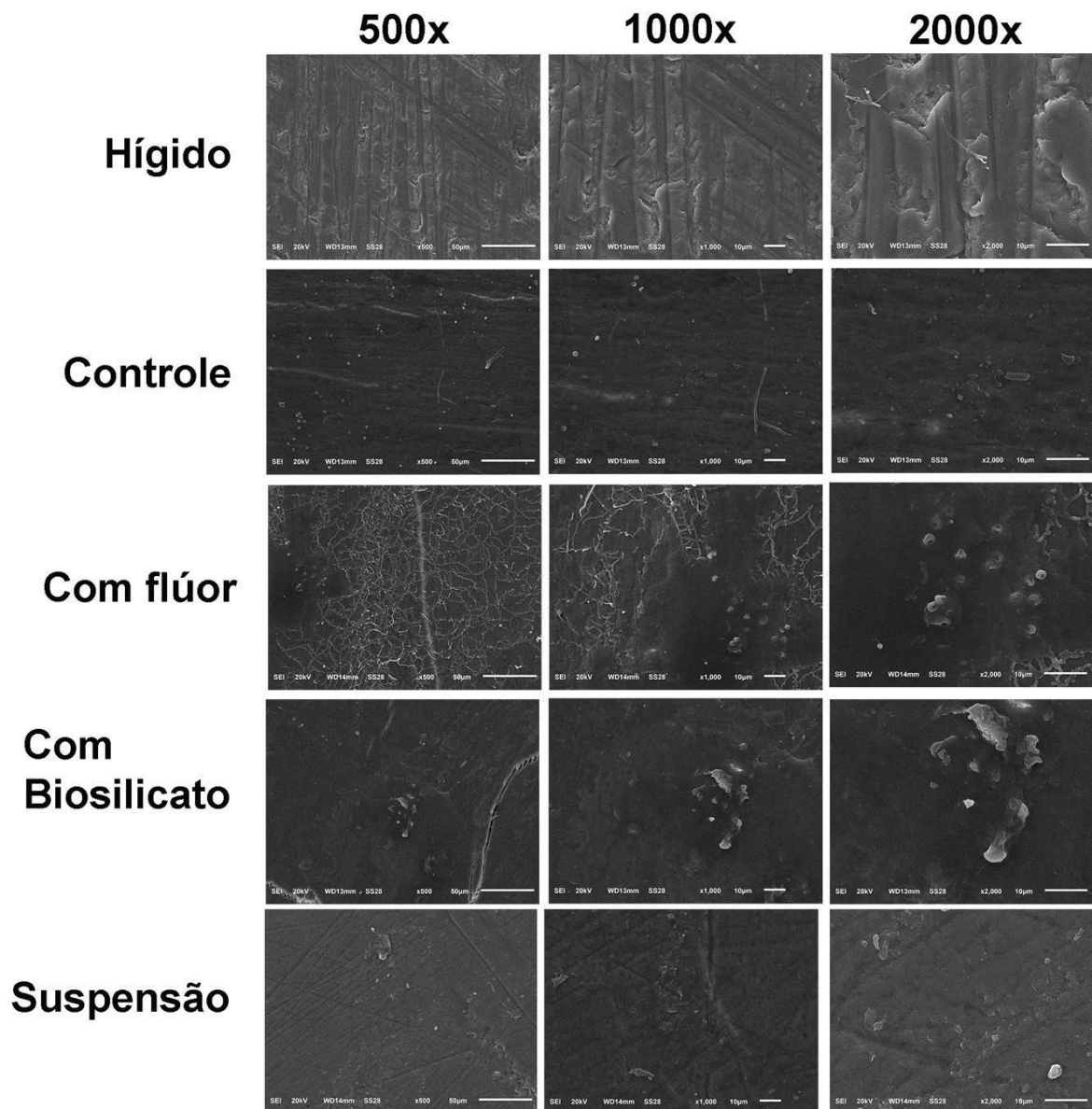
Para todas as comparações, $p>0,05$

Não houve diferença estatisticamente significativa no potencial remineralizador entre os grupos ($p>0,05$).

4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

As microscopias comparativas das amostras podem ser vistas na Figura 9.

Figura 9. Microscopias eletrônicas de varredura representativa de cada grupo. Foram obtidas imagens em 3 aumentos: 500, 1000 e 2000x.



É possível verificar que o dente hígido apresenta uma superfície marcada pelo polimento com lixas, com sulcos marcados na superfície. As amostras escovadas com dentífrico convencional aparentam superfície sem sulcos marcados, demonstrando que houve polimento da superfície dental em relação ao dente hígido.

As amostras escovadas com dentífrico com flúor resultam em superfície com estrutura reticular em esmalte. Em maior aumento é possível verificar superfície abrasionada, com superfície irregular com alguns pontos.

Os dentes escovados com dentifrício com Biosilicato apresentam-se polidas em relação à superfície do esmalte hígido. Sobre a superfície do esmalte é possível verificar pontos em que há deposição de partículas de Biosilicato.

As amostras tratadas com suspensão de Biosilicato apresentam-se ainda com sulcos na superfície resultantes do processo de polimento. Além disso, partículas de Biosilicato também são vistas na superfície e em maior aumento é possível verificar regiões de remineralização.

5. Discussão

5. DISCUSSÃO

Este estudo teve por objetivo avaliar o efeito da adição de 10% de Biosilicato na composição de um dentifrício experimental, na remineralização e na abrasão de esmalte dental cariado artificialmente.

A comparação foi feita com um dentifrício convencional indicado para crianças, comercializado regularmente, considerado controle; e um dentifrício experimental com adição de 1450 ppm de flúor, a fim de removermos qualquer outro ingrediente do dentifrício que pudesse ter alguma influência sobre o esmalte dental. Também foi testada a aplicação do Biosilicato em suspensão, na concentração de 10%, uma vez que há na literatura outros estudos com essa forma de aplicação com comprovada eficácia remineralizadora (MORAIS et al., 2018; PANZERI PIRES-DE-SOUZA et al., 2018, CHINELATTI et al., 2019).

Partiu-se da hipótese nula de que não haveria diferença na abrasividade dos dentifrícios sobre o esmalte dental e no potencial remineralizador dos tratamentos testados sobre o esmalte dental. Quanto à abrasividade, analisada a partir das medidas de rugosidade de superfície do esmalte antes e após os tratamentos, verificou-se que a hipótese testada não pode ser aceita, uma vez que houve diferença na abrasividade dos dentifrícios testados, sendo que o dentifrício com flúor apresentou menor abrasividade que o dentifrício controle. Além disso, a suspensão praticamente não alterou a rugosidade de superfície do esmalte.

É reconhecido na literatura que o método de análise de rugosidade de superfície é adequado e capaz de quantificar a abrasão do esmalte (WEGEHAUPT & ATTIN, 2010; SCHLUETER et al., 2005; KÖRNER et al., 2021) Além disso, a escovação está associada à perda de superfície, ou seja, a abrasão do esmalte com o dentifrício é capaz de causar perda de tecido superficial, aumentando a rugosidade do esmalte ao longo do tempo (HUNTER ML et al., 2002; KIELBASSA et al., 2005) Assim, estando o esmalte desmineralizado superficial e subsuperficialmente devido ao processo de cárie artificial realizado, simulando a lesão de cárie incipiente (lesão de mancha branca), essa perda superficial por abrasão pode ser maior quanto mais abrasivo é um dentifrício (NASSAR et al., 2018).

No presente estudo, o dentifrício experimental com flúor foi o que apresentou menor alteração de rugosidade de superfície, dentro os dentifrícios testados. Isso pode ser explicado devido ao efeito protetivo que o fluoreto apresenta na perda de

superfície do esmalte dental, dados que corroboram outros estudos (NASSAR et al., 2014; NASSAR et al., 2018) O dentifrício comercial, que também tem na composição 1450ppm de fluoreto, apresentou maior alteração de rugosidade de superfície que o experimental com flúor. Entretanto, este tem na sua composição todos os componentes de um dentifrício convencional, como umectante, edulcorante, flavorizante, e também o abrasivo que, no caso, é a sílica. O abrasivo do dentifrício tem por objetivo polir e limpar a superfície do esmalte, auxiliando a remoção do biofilme e removendo manchas extrínsecas da superfície dental (SCHEMEHORN et al., 2011). Assim, o dentifrício com abrasivo tem maior abrasividade que o dentifrício experimental, que tem na sua composição apenas o veículo para o agente terapêutico que o caracteriza. Por isso, então, essa diferença na abrasividade entre os dois grupos.

O dentifrício experimental com Biosilicato apresentou um comportamento intermediário entre os demais dentifícios testados, ou seja, os resultados de alteração de rugosidade de superfície para este grupo foram semelhantes aos grupos controle e experimental com flúor. Esse resultado pode ser explicado devido ao tamanho da partícula do Biosilicato na composição do dentifrício experimental (4 μ m em média), que pode ter auxiliado na abrasão do esmalte, como um abrasivo, além da ação remineralizadora. Partículas maiores podem tornar o dentifrício mais abrasivo (FAROOQ et al., 2021).

O Biosilicato é uma vitrocerâmica que tem um índice de dissolução de pelo menos 1h em “simulated body fluid” (SBF), ou seja, após 1h de exposição em SBF, há formação de sílica gel na superfície onde é aplicado e se inicia a formação de fosfato de cálcio amorfo na superfície. Conforme a reação ocorre, há um aumento da formação de fosfato de cálcio amorfo a partir de 4h da dissolução em SBF (Crovace et al., 2016).

O dentifrício experimental testado no presente estudo não apresenta em sua composição a água ou o SBF. Ele tem como veículo a carboximetilcelulose e a glicerina, conforme estudo de Gabbai-Armelin et al. (2017). Esse veículo tem sido proposto porque a água pode degradar a superfície microestrutural da vitrocerâmica, o que pode interferir na ação remineralizadora do produto (BARBIERI et al., 2011; DAVISON et al., 2012) Assim, o dentifrício experimental com Biosilicato foi exposto à água apenas no momento da realização da escovação simulada, momento no qual o Biosilicato iniciou sua dissolução. A simulação da escovação simulada ocorreu por 41

minutos, simulando 5 anos de escovação (WIEGANG et al., 2009) tempo insuficiente para que o Biosilicato atingisse sua melhor taxa de dissolução para formação da camada de sílica gel. Dessa forma, as partículas do Biosilicato parcialmente dissolvidas podem ter agido como abrasivos, o que aumentou a alteração de rugosidade de superfície do esmalte dental.

Entretanto, o objetivo ao utilizar um dentifrício com Biosilicato não era ter uma reação imediata de remineralização, uma vez que tal atividade seria impossível para a vitrocerâmica. A escovação simulada com Biosilicato foi utilizada para que as suas partículas ficassem sedimentadas na superfície do esmalte desmineralizado e, após a escovação e em contato com a saliva, o processo de formação de hidroxicarbonatoapatita pudesse ocorrer dentro da sua dinâmica, justificando assim, a escolha do método utilizado.

O tratamento com solução de Biosilicato não foi feito a partir da escovação simulada e sim por imersão. Dessa forma, é compreensível que os valores de alteração de rugosidade de superfície tenham sido bem baixos, diferentes daqueles em que houve a escovação, pois não houve abrasão do esmalte dental.

Quanto à alteração da microdureza do esmalte dental após os tratamentos, a hipótese nula também não pode ser aceita, uma vez que houve diferença na microdureza relativa do esmalte dental tratado com dentifrícios experimentais com Biosilicato e Flúor, sendo encontrados maiores valores de microdureza após o uso do Biosilicato. Quanto ao potencial remineralizador dos tratamentos realizados, a hipótese nula do estudo pode ser aceita, uma vez que não houve diferença entre os grupos testados.

A estratégia mais usada e eficiente para reduzir a desmineralização do esmalte é a escovação do dente com dentifrício que contenha um ingrediente remineralizador (HORST, TANZER, MILGROM, 2018) sendo que o fluoreto é esse ingrediente ativo mais comum e eficiente (AOUN et al., 2018). O fluoreto pode repor os íons hidroxila da estrutura da apatita e formar fluoroapatita, que é mais estável e ácido-resistente (PAJOR, PAJCHEL, KOLMAS, 2019), diminuindo a incidência da cárie pela redução da desmineralização. (KIRSCH et al., 2019) Enquanto o fluoreto diminui a desmineralização do dente, o Biosilicato age como remineralizador da superfície dental, uma vez que a vitrocerâmica bioativa é capaz de formar hidroxicarbonatoapatita a partir de deposição mineral de cálcio e fosfato (CROVACE

et al, 2016). Assim, no caso do Biosilicato há reposição mineral enquanto o fluoreto faz a proteção do mineral existente.

Um fator que pode influenciar a eficiência desses agentes remineralizadores é o pH do dentífrico. Quanto menor o pH do agente a base de fluoreto, maior a formação de fluoreto de cálcio (BRIGHENTI et al., 2006; OLYMPIO et al., 2007; ALVES et al., 2007). Estudos prévios demonstraram que a diminuição do pH do dentífrico aumenta a captação do fluoreto no biofilme dental (OLYMPIO et al., 2007; BUZALAF et al., 2009). No presente estudo, tanto o dentífrico comercial quanto o experimental com flúor apresentaram pH neutro (7,6 e 7,3, respectivamente).

O pH do dentífrico do Biosilicato, entretanto, foi básico (8,4), o que era de se esperar, uma vez que a primeira reação que ocorre entre a vitrocerâmica e a água é a lixiviação de íons alcalinos a partir do vidro (CROVACE et al, 2016). Dessa forma, o pH se torna básico rapidamente, a fim de permitir a formação da sílica gel que captará os íons cálcio e fosfato do meio. Assim, enquanto que para o dentífrico com Biosilicato o pH era favorável à remineralização, para o dentífrico com flúor isso não ocorreu, o que pode justificar a diferença dos resultados de microdureza. Os resultados do presente estudo são diferentes de outros estudos da literatura (AMAECCHI et al., 2019; SCHLAGENHAUF et al., 2019)

Quanto à suspensão, o processo é o mesmo: aumento do pH e formação da hidroxicarbonatoapatita, o que justifica a remineralização do esmalte dental. Mas, no caso da suspensão, esse pH foi ainda mais básico (9,5), uma vez que o meio de dissolução foi a água diretamente, aumentando a velocidade da reação. Entretanto, se a velocidade da reação é muito grande, isso pode diminuir a eficiência da formação da camada de sílica gel, diminuindo a captação dos íons e, conseqüentemente, diminuindo a eficiência da remineralização (HENCH & POLAK, 2002) Dessa forma, os resultados de microdureza após os tratamentos da suspensão são semelhantes a todos os outros grupos.

Após a liberação dos íons bioativos, como cálcio e fosfato, a partir do Biosilicato, a apatita é formada e precipitada na superfície do esmalte, seguida da fixação que previne dissolução futura do precipitado. (FREDHOLM et al., 2012; SHAH, 2016) Além disso, a escovação com o dentífrico com flúor resulta em elevados níveis de fluoreto na superfície do esmalte imediatamente após seu uso (NAUMOVA et al., 2012) Entretanto, estes níveis caem rapidamente, pois o fluoreto depositado na

superfície dental pelo dentifrício é rapidamente removido pelo fluxo salivar. (ALI et al., 2020) Desta forma, o fluoreto tem menor tempo de ação sobre a superfície do esmalte.

Assim, os agentes têm ação limitada, por razões diferentes. O Biosilicato precisa de tempo para reagir e causar a remineralização, enquanto que o fluoreto é disponibilizado rapidamente, porém é removido rapidamente da superfície do esmalte. Os resultados do potencial remineralizador demonstram que não houve diferença entre os tratamentos, confirmando que essa remineralização é apenas parcial.

As imagens da microscopia eletrônica de varredura (MEV) corroboram os resultados de microdureza e rugosidade de superfície encontrados. O dente hígido, sem tratamento, apresenta em sua superfície riscos demarcados provenientes do processo de polimento do esmalte com as lixas. Após a escovação com o dentifrício controle, que apresenta abrasivo, o aspecto da superfície do esmalte foi mais liso, demonstrando que houve o polimento das amostras no processo de escovação simulada (Hunter & West, 2000) Com os dentifrícios experimentais, as imagens demonstram que a superfície do esmalte após o uso do dentifrício com o fluoreto apresenta-se com sedimentos, ou seja, como se houvesse uma rede de filamentos sobre a superfície do esmalte, que podem ser resultado da deposição do fluoreto, insolúvel em glicerina. A solubilidade do fluoreto de sódio é de 4% em água (CALDAS DA ROCHA et al., 2022). Assim, a estrutura sobre a superfície do esmalte parece ser resultante dessa insolubilidade.

As imagens resultantes dos tratamentos com dentifrício e suspensão de Biosilicato são muito semelhantes. Em ambos os grupos, é possível encontrar imagens das partículas do Biosilicato sobre a superfície do esmalte. Além disso, no grupo tratado com suspensão, é possível ver ainda algumas ranhuras provenientes do polimento das amostras. Entretanto, essas marcas parecem ser menos pronunciadas do que as do dente hígido, sem tratamento. A rugosidade de superfície do esmalte tratado com suspensão de Biosilicato resultou na menor rugosidade de superfície, resultado estatisticamente diferente de todos os demais grupos.

Isso pode ser explicado por que o Biosilicato apresenta vidro com alto conteúdo de fosfato, que pode ajudar a manter a conectividade da rede (Brauer et al., 2010). Essa conectividade de rede, ou densidade de ligações cruzadas do vidro indica a reatividade de superfície, solubilidade, coeficiente de expansão e a probabilidade de separação de fases no vidro, de forma que quanto menor a densidade de ligações cruzadas do vidro, menor a temperatura de transição vítrea e menor a reatividade e

solubilidade (HILL, 1996). No caso do Biosilicato, o alto conteúdo de fosfato resulta em maior reatividade, o que pode resultar em remineralização da superfície do esmalte, diminuindo a rugosidade de superfície após o tratamento.

Este estudo, porém, apresenta limitações. Uma delas é que a composição do dentífrico com fluoreto de sódio não apresenta água. Isso pode ter limitado sua ação. Assim, estudos futuros são necessários para avaliar a ação deste dentífrico e comparação com outras composições de dentífricos, incluindo dentífricos com concentração diferente de 10% de Biosilicato, que podem contribuir para maior compreensão sobre o tema.

6. Conclusão

6. CONCLUSÃO

Com base nos resultados encontrados no presente estudo e considerando suas limitações, foi possível concluir que:

- O dentífrico com 10% de Biosilicato apresentou abrasividade semelhante ao dentífrico comercial;
- Apesar de não haver diferença no potencial remineralizador dos grupos testados, a microdureza do esmalte dental, após tratamento com dentífrico com Biosilicato, foi maior do quando tratado com dentífrico experimental com flúor, podendo ser considerado um tratamento para a lesão de mancha branca.

Referências

REFERÊNCIAS

- Ali S, Farooq I, Al-Thobity AM, Al-Khalifa KS, Alhooshani K, Sauro S. An in-vitro evaluation of fluoride content and enamel remineralization potential of two toothpastes containing different bioactive glasses. *Biomed Mater Eng*. 2020;30(5-6):487-496.
- Alves KM, Pessan JP, Brighenti FL, Franco KS, Oliveira FA, Buzalaf MA, Sasaki KT, Delbem AC. In vitro evaluation of the effectiveness of acidic fluoride dentifrices. *Caries Res*. 2007;41(4):263-7.
- Amaechi BT, AbdulAzees PA, Alshareif DO, Shehata MA, Lima PPCS, Abdollahi A, Kalkhorani PS, Evans V. Comparative efficacy of a hydroxyapatite and a fluoride toothpaste for prevention and remineralization of dental caries in children. *BDJ Open*. 2019 Dec 9;5:18.
- Aoun A, Darwiche F, Al Hayek S, Doumit J. The Fluoride Debate: The Pros and Cons of Fluoridation. *Prev Nutr Food Sci*. 2018 Sep;23(3):171-180. Epub 2018 Sep 30.
- Barbieri D, Yuan H, de Groot F, Walsh WR, de Bruijn JD. Influence of different polymeric gels on the ectopic bone forming ability of an osteoinductive biphasic calcium phosphate ceramic. *Acta Biomater*. 2011 May;7(5):2007-14. Epub 2011 Jan 15.
- Bijle MNA, Ekambaram M, Lo EC, Yiu CKY. The combined enamel remineralization potential of arginine and fluoride toothpaste. *J Dent*. 2018 Sep;76:75-82. Epub 2018 Jun 22.
- Brauer DS, Karpukhina N, O'Donnell MD, Law RV, Hill RG. Fluoride-containing bioactive glasses: effect of glass design and structure on degradation, pH and apatite formation in simulated body fluid. *Acta Biomater*. 2010 Aug;6(8):3275-82. Epub 2010 Feb 2
- Brighenti FL, Delbem AC, Buzalaf MA, Oliveira FA, Ribeiro DB, Sasaki KT. In vitro evaluation of acidified toothpastes with low fluoride content. *Caries Res*. 2006;40(3):239-44.
- Buzalaf MA, Vilhena FV, Iano FG, Grizzo L, Pessan JP, Sampaio FC, et al. The effect of different fluoride concentrations and pH of dentifrices on plaque and nail fluoride levels in young children. *Caries Res*. 2009;43:142-6.
- Caldas da Rocha DR, Ricomini Filho AP, Cury JA. Soluble Fluoride in Na₂FPO₃/CaCO₃-Based Toothpaste as an Indicator of Systemically Bioavailable Fluoride. *Caries Res*. 2022;56(1):55-63. Epub 2021 Nov 23.
- Chapman JA, Roberts WE, Eckert GJ, Kula KS, González-Cabezas C. Risk factors for incidence and severity of white spot lesions during treatment with fixed orthodontic appliances. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2010 Aug;138(2):188-94.
- Chifor I, Rusu Dascalu L, Picos A, Chifor R, Badea I, Tisler C, Badea M. Chair-side saliva parameters assessment and caries experience evaluation. *Med Pharm Rep*. 2019 Dec;92(Suppl No 3):S33-S38. Epub 2019 Dec 15.
- Chinelatti MA, Santos EL, Tirapelli C, Pires-de-Souza FCP. Effect of Methods of Biosilicate Microparticle Application on Dentin Adhesion. *Dent J (Basel)*. 2019 Apr 1;7(2):35. doi: 10.3390/dj7020035.

- Crovace MC, Souza MT, Chinaglia CR, Peitl O, Zanotto ED. Biosilicate® — A multipurpose, highly bioactive glass-ceramic. In vitro, in vivo and clinical trials. *Journal of Non-Crystalline Solids* 2016;432(A):90-110.
- Cury, Jaime Aparecido; Tenuta, Livia Maria Andaló. Enamel remineralization: controlling the caries disease or treating early caries lesions? *Brazilian Oral Research* [online]. 2009, v. 23, suppl 1, pp. 23-30.
- Cury, JA. Uso do Flúor e controle da cárie como doença. In: Baratieri, L.N.; Monteiro Júnior, S. - *Odontologia Restauradora - Fundamentos e Possibilidades*. 2ª ed, Livraria Santos, São Paulo, 2015.
- Davison N, Yuan H, de Bruijn JD, Barrere-de Groot F. In vivo performance of microstructured calcium phosphate formulated in novel water-free carriers. *Acta Biomater*. 2012 Jul;8(7):2759-69.
- Farooq I, Ali S, Farooqi FA, AlHumaid J, Binhasan M, Shabib S, Vohra F, Abduljabbar T. Enamel Remineralization Competence of a Novel Fluoride-Incorporated Bioactive Glass Toothpaste-A Surface Micro-Hardness, Profilometric, and Micro-Computed Tomographic Analysis. *Tomography*. 2021 Nov 9;7(4):752-766.
- Featherstone JD. Dental caries: a dynamic disease process. *Aust Dent J*. 2008 Sep;53(3):286-91.
- Fredholm YC, Karpukhina N, Brauer DS, Jones JR, Law RV, Hill RG. Influence of strontium for calcium substitution in bioactive glasses on degradation, ion release and apatite formation. *J R Soc Interface*. 2012 May 7;9(70):880-9.
- Gabbai-Armelin PR, Renno AC, Crovace MC, Magri AM, Zanotto ED, Peitl O, Leeuwenburgh SC, Jansen JA, van den Beucken JJ. Putty-like bone fillers based on CaP ceramics or Biosilicate® combined with carboxymethylcellulose: Characterization, optimization, and evaluation. *J Biomater Appl*. 2017 Aug;32(2):276-288.
- GBD 2017 Disease and Injury Incidence and Prevalence Collaborators. Global, regional, and national incidence, prevalence, and years lived with disability for 354 diseases and injuries for 195 countries and territories, 1990–2017: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2017. *Lancet* 2018; 392:1789–8583.
- Gjorgievska ES, Nicholson JW, Slipper IJ, Stevanovic MM. Remineralization of demineralized enamel by toothpastes: a scanning electron microscopy, energy dispersive X-ray analysis, and three-dimensional stereo-micrographic study. *Microsc Microanal* 2013;19(3):587-95.
- Hench LL, Polak JM. Third-generation biomedical materials. *Science*. 2002 Feb 8;295(5557):1014-7.
- Hill, Robert. (1996). An Alternative View of the Degradation of Bioglass. *Journal of Materials Science Letters*. 15. 1122-1125.
- Horst JA, Tanzer JM, Milgrom PM. Fluorides and Other Preventive Strategies for Tooth Decay. *Dent Clin North Am*. 2018 Apr;62(2):207-234.

- Hunter ML, West NX: Mechanical tooth wear: The role of individual toothbrushing variables and toothpaste abrasivity; in Addy M, Embery G, Edgar WM, Orchardson R (eds): *Tooth Wear and Sensitivity*. London, Dunitz, 2000, pp 161–169
- Hunter ML, Addy M, Pickles MJ, Joiner A. The role of toothpastes and toothbrushes in the aetiology of tooth wear, *International Dental Journal*, Volume 52, Supplement 5, 2002, Pages 399-405, ISSN 0020-6539
- Kielbassa AM, Gillmann L, Zantner C, Meyer-Lueckel H, Hellwig E, Schulte-Mönting J. Profilometric and microradiographic studies on the effects of toothpaste and acidic gel abrasivity on sound and demineralized bovine dental enamel. *Caries Res*. 2005 Sep-Oct;39(5):380-6.
- Kirsch J, Hannig M, Winkel P, Basche S, Leis B, Pütz N, Kensche A, Hannig C. Influence of pure fluorides and stannous ions on the initial bacterial colonization in situ. *Sci Rep*. 2019 Dec 6;9(1):18499. doi: 10.1038/s41598-019-55083-0. Erratum in: *Sci Rep*. 2020 Mar 25;10(1):5695.
- Kohda N, Iijima M, Kawaguchi K, Toshima H, Muguruma T, Endo K, Mizoguchi I. Inhibition of enamel demineralization and bond-strength properties of bioactive glass containing 4-META/MMA-TBB-based resin adhesive. *Eur J Oral Sci*. 2015 Jun;123(3):202-7. Epub 2015 Apr 22. PMID: 25903115.
- Kokubo T, Takadama H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? *Biomaterials*. 2006 May;27(15):2907-15. Epub 2006 Jan 31.
- Körner P, Georgis L, Wiedemeier DB, Attin T, Wegehaupt FJ. Potential of different fluoride gels to prevent erosive tooth wear caused by gastroesophageal reflux. *BMC Oral Health*. 2021;21(1):183. Published 2021 Apr 9.
- Marcenes W, Kassebaum NJ, Bernabé E, Flaxman A, Naghavi M, Lopez A, Murray CJ. Global burden of oral conditions in 1990-2010: a systematic analysis. *J Dent Res*. 2013 Jul;92(7):592-7. Epub 2013 May 29.
- Marsh PD. Microbiology of dental plaque biofilms and their role in oral health and caries. *Dent Clin North Am*. 2010 Jul;54(3):441-54.
- Martins CH, Carvalho TC, Souza MG, Ravagnani C, Peitl O, Zanotto ED, Panzeri H, Casemiro LA. Assessment of antimicrobial effect of Biosilicate® against anaerobic, microaerophilic and facultative anaerobic microorganisms. *J Mater Sci Mater Med*. 2011 Jun;22(6):1439-46. Epub 2011 May 10.
- Mehta AB, Kumari V, Jose R, Izadikhah V. Remineralization potential of bioactive glass and casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate on initial carious lesion: An in-vitro pH-cycling study. *J Conserv Dent*. 2014 Jan;17(1):3-7
- Morais RC, Silveira RE, Chinelatti MA, Geraldeli S, Pires-de-Souza FCP. Bond strength of adhesive systems to sound and demineralized dentin treated with bioactive glass ceramic suspension. *Clinical Oral Investigations* 2018; 22:1923-1931.
- Moron BM. Comparação entre diferentes métodos e análises de carie artificial em esmalte e dentina. Bauru. Dissertação [Mestre em Estomatologia e Biologia Oral] Faculdade de Odontologia de Bauru - Universidade de São Paulo; 2011.
- Nassar HM, Lippert F, Eckert GJ, Hara AT. Dentifrice fluoride and abrasivity interplay on artificial caries lesions. *Caries Res*. 2014;48(6):557-65.

- Nassar HM, Lippert F, Eckert GJ, Hara AT. Impact of toothbrushing frequency and toothpaste fluoride/abrasivity levels on incipient artificial caries lesion abrasion. *J Dent*. 2018 Sep;76:89-92.
- Naumova EA, Sandulescu T, Bochnig C, Gaengler P, Zimmer S, Arnold WH. Kinetics of fluoride bioavailability in supernatant saliva and salivary sediment. *Arch Oral Biol*. 2012 Jul;57(7):870-6.
- Olympio KP, Bardal PA, Cardoso VE, Oliveira RC, Bastos JR, Buzalaf MA. Low-fluoride dentifrices with reduced pH: fluoride concentration in whole saliva and bioavailability. *Caries Res*. 2007;41(5):365-70.
- Pajor K, Pajchel L, Kolmas J. Hydroxyapatite and Fluorapatite in Conservative Dentistry and Oral Implantology-A Review. *Materials (Basel)*. 2019 Aug 22;12(17):2683.
- Palaniswamy UK, Prashar N, Kaushik M, Lakkam SR, Arya S, Pebbeti S. A comparative evaluation of remineralizing ability of bioactive glass and amorphous calcium phosphate casein phosphopeptide on early enamel lesion. *Dent Res J (Isfahan)* 2016;13(4):297-302.
- Panzeri Pires-de-Souza Fde C, Silveira RE, Abuna G, Chinelatti MA, Alandia-Román CC, Sinhorette MA. Morphology of sealant/enamel interface after surface treatment with bioactive glass. *Microsc Res Tech*. 2015 Dec;78(12):1062-8. doi: 10.1002/jemt.22585.
- Peitl O, Zanotto ED, Hench LL. Highly bioactive P2O5–Na2O–CaO–SiO2 glass-ceramics, *Journal of Non-Crystalline Solids* 2001;292:115-126.
- Renno AC, Bossini PS, Crovace MC, Rodrigues AC, Zanotto ED, Parizotto NA. Characterization and in vivo biological performance of biosilicate. *Biomed Res Int*. 2013;2013:141427. Epub 2013 Sep 25.
- Rodríguez-Lorenzo LM, Hart JN, Gross KA. Influence of fluorine in the synthesis of apatites. Synthesis of solid solutions of hydroxy-fluorapatite. *Biomaterials*. 2003 Sep;24(21):3777-85.
- Rosier BT, van Loveren C, Zaura E, Loos BG, Keijser BJJ, Crielaard W, Lagerweij MD. Caries Incidence in a Healthy Young Adult Population in Relation to Diet. *JDR Clin Trans Res*. 2017 Apr;2(2):142-150. Epub 2016 Dec 21. PMID: 30931779.
- Schemehorn BR, Moore MH, Putt MS. Abrasion, polishing, and stain removal characteristics of various commercial dentifrices in vitro. *J Clin Dent*. 2011;22(1):11-8.
- Schlagenhauf U, Kunzelmann KH, Hannig C, May TW, Hösl H, Gratza M, Vieregutz G, Nazet M, Schamberger S, Proff P. Impact of a non-fluoridated microcrystalline hydroxyapatite dentifrice on enamel caries progression in highly caries-susceptible orthodontic patients: A randomized, controlled 6-month trial. *J Investig Clin Dent*. 2019 May;10(2):e12399. Epub 2019 Jan 30
- Schlueter N, Ganss C, De Sanctis S, Klimek J. Evaluation of a profilometrical method for monitoring erosive tooth wear. *Eur J Oral Sci*. 2005 Dec;113(6):505-11
- Shah FA. Fluoride-containing bioactive glasses: Glass design, structure, bioactivity, cellular interactions, and recent developments. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2016 Jan 1;58:1279-89. Epub 2015 Sep 2. PMID: 26478431.

- Sheiham A. Dietary effects on dental diseases. *Public Health Nutr.* 2001 Apr;4(2B):569-91.
- Silveira RE, Vivanco RG, de Moraes RC, Da Col Dos Santos Pinto G, Pires-de-Souza FCP. Bioactive glass ceramic can improve the bond strength of sealant/enamel? *Eur Arch Paediatr Dent.* 2019 Aug;20(4):325-331. Epub 2019 Mar 22. PMID: 30903613.
- Siqueira RL, Zanotto ED. Biosilicate®: history of a Brazilian glass-ceramic with high bioactivity. *chem. Nova* 2011;34(7):1231-1241.
- ten Cate JM, Featherstone JD. Mechanistic aspects of the interactions between fluoride and dental enamel. *Crit Rev Oral Biol Med.* 1991;2(3):283-96.
- Tirapelli C, Panzeri H, Lara EH, Soares RG, Peitl O, Zanotto ED. The effect of a novel crystallised bioactive glass-ceramic powder on dentine hypersensitivity: a long-term clinical study. *J Oral Rehabil.* 2011 Apr;38(4):253-62. Epub 2010 Sep 26.
- Wegehaupt FJ, Attin T. The role of fluoride and casein phosphopeptide/amorphous calcium phosphate in the prevention of erosive/abrasive wear in an in vitro model using hydrochloric acid. *Caries Res.* 2010;44:358–363.
- Wiegand A, Kuhn M, Sener B, Roos M, Attin T. Abrasion of eroded dentin caused by toothpaste slurries of different abrasivity and toothbrushes of different filament diameter. *J Dent.* 2009 Jun;37(6):480-4. Epub 2009 Apr 5.
- World Health Organization. Oral Health. [acesso em 18 Jul 2020]. Disponível em : <https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/oral-health>
- World Health Organization. Sugar and dental caries. Geneva, 2017
- World Health Organization. Handbook for Guideline Development. Geneva, 2010
- Zhan L. Rebalancing the Caries Microbiome Dysbiosis: Targeted Treatment and Sugar Alcohols. *Adv Dent Res.* 2018 Feb;29(1):110-116.