UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JULIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Faculdade de Odontologia

FERNANDA PELÓGIA CAMARGO GWINNER

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE BIOACTIVE GLASS NA LIBERAÇÃO DE ÍONS DO CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO MODIFICADO POR RESINA

2009

Livros Grátis

http://www.livrosgratis.com.br

Milhares de livros grátis para download.

FERNANDA PELÓGIA CAMARGO GWINNER

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE *BIOACTIVE GLASS* NA LIBERAÇÃO DE ÍONS DO CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO MODIFICADO POR RESINA

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia, Campus de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", como parte dos requisitos para a obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Dr. Álvaro Della Bona

São José dos Campos

2009

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Álvaro Della Bona (Orientador)
Faculdade de Odontologia de Passo Fundo
Universidade de Passo Fundo - UPF

Prof. Titular Marco Antonio Bottino
Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Estadual Paulista – UNESP

Prof. Dr. Tarcisio José de Arruda Paes Júnior
Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Estadual Paulista – UNESP

Prof. Titular Simonides Consani
Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Universidade de Campinas – UNICAMP

Prof. Titular Lourenço Correr Sobrinho
Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Universidade de Campinas – UNICAMP

São José dos Campos, 18 de junho de 2009.

DEDICATÓRIA

À minha **família**, sempre unida e sempre disposta a ajudar. Vocês são um exemplo para mim.

Ao **Brandon**, com quem eu aprendo, todos os dias, como ser uma pessoa melhor. Meu exemplo de vida, meu amor. Sua forma simples de viver e alegria incessante me mostram, a cada dia, o que realmente é importante na vida.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador e amigo Professor **Álvaro Della Bona**, por sua confiança, por todo o conhecimento transmitido, por abrir as portas para que eu pudesse realizar um grande sonho.
Suas palavras sempre foram muito sábias, e suas orientações, científicas ou pessoais, me são muito caras.

Ao Professor **Jack Ferracane**, por ter me dado a oportunidade de fazer parte de seu grupo de pesquisa, por tudo que me ensinou. Me faltam palavras para expressar minha gratidão. Você é um exemplo de caráter, ética e humildade.

Aos Professores **John Mitchell** e **Harry Davis**, por toda atenção dispensada durante a minha jornada na OHSU. Muito obrigada por todo o conhecimento transmitido .

Ao Professor **Marco Antonio Bottino**, pela admirável capacidade de conduzir com seriedade e dedicação o curso de Pós-Graduação. Sua inteligência e devotamento profissional são dignas de muito apresso. Por seus valiosos ensinamentos a serem guardados por toda a vida, minha eterna gratidão.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"- UNESP, na pessoa de seu Diretor, **Prof. Dr. José Roberto Rodrigues.**

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, coordenado pelo **Prof. Adjunto Clóvis Pagani**.

Aos Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, pela contribuição em minha formação acadêmica e científica.

À todos os docentes do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da FOSJC, pelos ensinamentos e convívio durante esses anos.

Ao Programa de Demanda Social **CAPES** (processo: 1351-07-9), pelo apoio à pesquisa e concessão da bolsa de estudo.

Às secretárias do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, **Suzana e Eliane.**

Às secretárias da Pós-Graduação **Rose, Erena, Cidinha e Lilian.**

À Oregon Health & Science University, por permitir a minha presença nessa escola durante o estágio no exterior.

Aos docentes do Departamento de Biomateriais da OHSU, **Ronald Sakaguchi, Thomas Hilton, Jack Mitchem, John Mitchell, David Mahler e Jack Ferracane.** Para mim foi uma grande honra poder fazer parte desse grupo recheado de grandes nomes da pesquisa odontológica mundial.

Ao amigo **Harry Davis**, químico do laboratório de Biomateriais da OHSU. Sua participação foi imprescindível na elaboração desse trabalho.

A secretária do Departamento de Biomateriais da OHSU, **Sheila,** por não medir esforços para me auxiliar sempre que necessário.

Ao professor **Sigmar de Mello Rode**, por sua amizade e carinho.

Ao Prof. **Ivan Balducci**, pela disposição, dedicação e paciência em transmitir todo o seu conhecimento em Estatística.

Às minhas amigas **Renata Faria, Silvia Helena Barbosa, Graziela Galhano, Renata Marques de Melo e Regina Amaral,** companheiras durante toda a pós-graduação e de muitas conversas, confidências, congressos, viagens.

Às minhas novas amigas **Susana Salazar, Paula Benetti e Liliana May.** Foi muito bom conhecê-las, e pretendo levar essa amizade para sempre.

Aos meus amigos **Kaizo Ariki e Humberto Lago de Castro,** por todos os bons momentos, principalmente nos churrascos por nós organizados.

A todos colegas de pós-graduação por todos os bons momentos compartilhados.

À amiga **Flávia Pires Rodrigues,** colega de turma de graduação e amiga pra sempre.

Ao Luiz Felipe Valandro, por toda sua dedicação ao programa de pós-graduação. Sua constante colaboração é de extrema importância para todos nós.

À amiga **Juliana da Costa** e seu marido **Bruno.** Muito obrigada pelo carinho com que me receberam em Portland.

À **Carmem Pfeifer, Leonardo Cunha e Sinval Rodrigues Jr,** por todas as dicas durante o processo de solicitação e implementação da bolsa no exterior. Vocês tornaram simples as etapas a serem percorridas.

Aos companheiros de laboratório na OHSU **Beto Macedo, Lucas Ferracane e Jon Dosset.**

A amiga **Sophia Trieu,** minha companheira no laboratório na OHSU. Sua chegada ao laboratório me fez sentir menos sozinha. Nos conhecemos e rapidamente nos identificamos. Sinto falta de nossas conversas sobre os mais variados assuntos durante as intermináveis horas de confecção das amostras.

A **Lane e Doug,** meus “pais” americanos. Muito obrigada por toda atenção e carinho durante o tempo que morei com vocês.

A todos aqueles amigos que conheci em Portland. Guardo vocês num lado especial do coração e espero, em breve, reencontrá-los.

À família **Portwood/Gwinner** que me receberam de braços abertos e a qual já me sinto parte.

"At the end of the day people won`t remember what you say or did, they will remember how you make them feel"

Maya Angelou

SUMÁRIO

RESUMO 11
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS 12
1 INTRODUÇÃO 13
2 REVISÃO DA LITERATURA 18
2.1 Cimento de Ionômero de Vidro 18
2.2 Vidro bio-ativo (*Bioactive glass* – BAG) 23
3 PROPOSIÇÃO 36
4 MATERIAL E MÉTODO 37
4.1 Obtenção das amostras 37
4.2 Mensuração da concentração de íons 41
4.3 Análise estatística 42
5 RESULTADOS 44
5 DISCUSSÃO 62
6 CONCLUSÃO 69
7 REFERÊNCIAS 70
APÊNDICES 74
ABSTRACT 82

Camargo FP. Influência da adição de *bioactive glass* na liberação de íons do cimento de ionômero de vidro modificado por resina. [tese] São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista "Julio de Mesquita Filho; 2009.

RESUMO

Esse estudo in vitro avaliou o efeito da adição de diferentes concentrações e composições de *bioactive glass* (BAG) ao cimento de ionômero de vidro modificado por resina (CIVMR) (Fuji II LC) na liberação de íons Ca^{2+} e PO_4^{3-} após a imersão em simulador de fluido corpóreo (SFC), comparando com o grupo controle, sem BAG. Foram utilizados 3 tipos de BAG: BAG65 (65mol% SiO_2, 31mol% CaO, 4mol% P_2O_5), BAG75 (75mol% SiO_2, 21mol% CaO, 4mol% P_2O_5), BAG85 (85mol% SiO_2, 11mol% CaO, 4mol% P_2O_5), adicionados ao CIVMR nas proporções de 25%, 35% e 50%. O BAG foi misturado ao pó do CIVMR e misturado com o líquido resinoso do CIVMR. O material foi colocado numa matriz de PVC (5mm x 1mm) e polimerizado, entre laminas de vidro, durante 40s. As amostras foram armazenadas a 37°C, com 100% de umidade, durante 24h. Após esse período as amostras foram trituradas por meio de gral e pistilo e peneiradas para a obtenção de partículas menores que 90μm. A liberação dos íons Ca^{2+} e PO_4^{3-} foi mensurada após 15min, 30min, 1h, 3h, 6h e 24h de imersão de 20mg de cada material em SFC, com 5 réplicas para cada condição experimental. Para a análise estatística, foi utilizada a área sob a curva (PPM x tempo). Os dados foram submetidos à ANOVA e testes de Dunnet e Tukey (α= 0,05). Os grupos contendo BAG65 liberaram significantemente mais Ca^{2+} não havendo diferença entre as diferentes concentrações de BAG adicionado. Os grupos contendo BAG75 e BAG85 apresentaram resultados semelhantes, sendo que aqueles com 25% de BAG foram os que apresentaram menores valores de liberação de Ca^{2+} após 24h de imersão. Com relação a liberação de íons PO_4^{3-}, os grupos contendo BAG65 apresentaram maiores valores de área após 24 h de imersão em SFC, seguidos pelos grupos contendo BAG75. Os grupos contendo BAG85 foram os que apresentaram os menores valores. Com relação a quantidade de BAG adicionada, os grupos contendo 50% e 35% apresentaram valores semelhantes de área sobre a curva após 24 h de imersão em SFC, sendo esses valores maiores que aqueles apresentados pelos grupos contendo 25% de BAG. A adição de BAG com maior concentração de CaO em sua composição levou a uma maior liberação de íons Ca^{2+} após 24 h de imersão em SFC e a adição de maiores proporções de BAG (50% e 35%) resultaram na maior liberação de PO_4^{3-}, após 24 h de imersão em SFC, confirmando a hipótese experimental.

Palavras-chave: Cimentos de ionômero de Vidro. Íons. Materiais Biocompatíveis. Teste de Materiais

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

%= porcentagem
°C= grau Celsius
ACP= *amorphous calcium phosphate* (cálcio fosfato amorfo)
ANOVA= análise de variância
BAG= *bioactive glass* (vidro bio-ativo)
Bis-GMA= bis-fenol A-glicidil- metacrilato
CIV= cimento de ionômero de vidro
CIVMR= cimento de ionômero de vidro modificado por resina
CMOE= metoxietoxil de cálcio
COO^-= carboxilato
d= dia
Dev-Pad= desvio padrão
EDS= energia dispersiva de raios-X
EDTA= ácido etilenodiamino tetra-acético
g= grama
h= hora
HEMA= hidroxietil metacrilato
ISA= ionic solution analyzer
MEV= microscopia eletrônica de varredura
mg= miligrama
min= minuto
ml= mililitro
mm= milímetro
mm/min= milímetro por minuto
mV= milivolt
mW/cm^2= miliwatt por centímetro quadrado
PPM= parte por milhão
RPM= rotação por minuto
s= segundo
SFC= simulador de fluido corpóreo
TEOS= tetratoxisilicato
TEP= trietil fosfato
UDMA= uretano dimetracrilato
μm= micrometro

1 INTRODUÇÃO

O cimento de ionômero de vidro (CIV) surgiu no final da década de 60, sendo relatado pela primeira vez na literatura em 1972, por Wilson e Kent. Esse material foi desenvolvido após anos de pesquisas envolvendo os cimentos de silicato e ácidos orgânicos, com o intuito de melhorar as características desse cimento. Dessa forma, foi desenvolvido um cimento que agregou as características favoráveis do cimento de silicato ao ácido poliacrílico, proveniente do cimento de policarboxilato de zinco (Wilson; Kent, 1972; Kent; Wilson, 1973).

O CIV foi bem aceito na odontologia devido a vantajosas características como: liberação de flúor, adesão química à estrutura dental e boa compatibilidade com os tecidos dentais (McLean; Wilson, 1977; Pearson, 1989; Van Noort, 2007).

Esse material possui indicação para: restaurações Classe III e Classe V em dentes permanentes, restaurações de dentes decíduos, selante de fóssulas e fissuras, forramento em cavidades profundas, e cimentação de restaurações indiretas (Sidhu; Watson, 1996). O CIV pode ser colocado em cavidades dentárias preparadas sem a necessidade de agentes adesivos, o que é uma das suas maiores vantagens em relação aos outros materiais restauradores (Nicholson et al., 1988).

Quimicamente, o CIV é caracterizado por ser uma mistura de pó de vidro de fluoraluminosilicato e líquido de ácido poliacrílico. Os principais componentes do pó são alumina (Al_2O_3) e sílica (SiO_2). A razão de Al_2O_3/SiO_2 deve ser de 1:2 ou mais, e a quantidade de íons de flúor pode ser de mais de 23% (Sidhu; Watson, 1996). O líquido é composto basicamente por ácido poliacrílico (Sidhu; Watson, 1996). Em meio

aquoso, a restauração de CIV libera íons Al, Ca e F (Nicholson et al., 1998). Por sua capacidade de liberar flúor, é considerado um material anti-bacteriano. Essa capacidade de liberar íons F induz a remineralização e reduz a solubilidade da dentina e do esmalte (Sidhu; Watson, 1996).

Embora apresente grandes vantagens do ponto de vista biológico e de adesão, o CIV possui deficiências relevantes no que se refere as suas propriedades mecânicas, destacando-se os valores baixos de resistência e tenacidade (Wilson; Kent, 1972). Para tentar contornar esse problema e melhorar as propriedades desse material restaurador, foi desenvolvido o cimento de ionômero de vidro modificado por resina (CIVMR) (Mathis; Ferracane, 1989). Esse material é apresentado tanto na forma pó - liquido, sendo o pó constituído por um vidro radiopaco de flúor-alumino-silicato e o liquido foto-ativado, mantido em frasco escuro, quanto em cápsulas. A composição do líquido varia entre fabricantes, mas é, geralmente, uma solução aquosa de monômeros hidrofílicos, como por exemplo o hidroxietil metacrilato (HEMA), o ácido poli-acrílico ou um co-polímero do ácido poli-acrílico com alguns grupos metacrilato, ácido tartárico e um foto-iniciador (Van Noort, 2007).

Estudos recentes vêm sendo realizados com o objetivo de associar o CIV a materiais com características bioativas, com o intuito de intensificar a bioatividade desse material restaurador. Materiais como hidroxiapatita, fosfato de cálcio amorfo e vidro bio-ativo (*bioactive glass* - BAG) são exemplos de alguns dos materiais que vêm sendo adicionado ao CIV (Ana et al., 2003; Yli-Urpo et al., 2004; Yli-Urpo et al., 2005, Yli-Urpo et al., 2005; Schumacher et al., 2007; Choi et al., 2008; Reynolds, 2008).

O BAG, desenvolvido por Hench, em 1971, é um material vítreo constituído por um alto conteúdo de sílica e uma menor, mas não menos importante, quantidade de componentes secundários como Na_2O, P_2O_3 e CaO. Esses componentes secundários exercem grande importância na determinação do comportamento bioativo desses materiais (Mitchell, 2003). Esse material tem se mostrado capaz de se aderir fortemente a tecidos ósseos e moles. Essa adesão é proveniente da

formação de uma fina camada de hidroxiapatita sobre a sua superfície quando implantada ou em contato com fluidos biológicos (Balamurugan, 2008). A camada de hidroxiapatita biologicamente ativa formada sobre a superfície do BAG é quimicamente semelhante a fase mineral do tecido ósseo, permitindo que esse material se una quimicamente ao tecido circundante. Sendo assim, a formação da camada de hidroxiapatita sobre a superfície do material é crucial para que o material seja considerado bioativo (Hench, 2006).

A característica bioativa do BAG despertou grande interesse na ciência dos materiais de aplicação biológica (biomateriais), uma vez que a união entre tecidos vivos e materiais sintéticos é sempre um desafio. A necessidade de substituição ou reconstrução óssea com materiais exógenos devido a traumas ou doenças destrutivas faz parte da rotina das cirurgias ortopédicas. Dentre os materiais empregados nessas reconstruções encontramos, principalmente, os metais e os polímeros. Apesar de apresentarem propriedades vantajosas do ponto de vista mecânico, a união desses materiais com o tecido circundante é precária, ocorrendo normalmente a formação de um tecido fibroso ao redor do implante. Esse tecido cicatricial pode resultar na falha do implante, muitas vezes sendo necessária a substituição (Koleganova, 2006).

A característica bioativa desse material interessou também os pesquisadores de materiais de aplicação odontológica. O BAG vem sendo empregado, com sucesso, em cirurgias periodontais para correção de defeitos ósseos e prevenção de reabsorção óssea após a extração dental, possibilitando um melhor sítio para a colocação de implantes (Balamurugan, 2008).

A partir de 2004, o BAG particulado passou a ser pesquisado para a sua utilização no tratamento de sensibilidade dentinária. A sensibilidade dentinária é um problema que afeta entre 15% a 20% da população americana e européia. A sensibilidade dentinária ocorre quando a dentina radicular se torna exposta próximo a linha gengival. Os túbulos dentinários dessa região exposta se tornam susceptíveis as alterações de temperatura e pressão, transmitindo os estímulos a polpa e causando dor. Nessa situação clínica o BAG pode ser

empregado em partículas extremamente finas incorporadas no dentifrício ou usado em uma solução aquosa e aplicado na superfície dentinária exposta. Quando as partículas de BAG entram em contato com a dentina, elas se aderem a superfície, rapidamente formam uma camada de hidrocarbonato de apatita ocluindo os túbulos e eliminando a sensibilidade (Hench, 2006).

Recentemente, o BAG começou a ser pesquisado com o objetivo de desenvolver materiais restauradores que minimizem o risco de recorrência de cáries. Apesar dos grandes avanços dos materiais odontológicos, a necessidade de reposição de uma restauração devido ao desenvolvimento de cárie secundária é bastante freqüente na prática clínica. Nesse sentido, o BAG associado ao material restaurador pode agir como uma fonte adicional de íons cálcio (Ca^{2+}) e fosfato (PO_4^{3-}) favorecendo a mineralização da estrutura dental adjacente ao material restaurador. O BAG libera íons Ca^{2+} e PO_4^{3-} que interagem entre si e com os íons presentes na solução circundante. Quando imerso em fluido corpóreo (ou simulador de fluido corpóreo - SFC) o resultado dessas interações é a formação de uma camada semelhante a hidroxiapatita dental (Kokubo, 2006). Yli-Urpo et al. (2004) relataram que a adição de BAG obtido por método de fundição ao CIVMR resulta na liberação de íons Ca^{2+} após a imersão em SFC.

Mais recentemente o BAG passou a ser sintetizado também pela técnica sol-gel. Além do menor custo despendido para a produção de BAG pelo método sol-gel, esse método permite a obtenção de um material com área de superfície muito maior que o tradicional método de fundição. A maior área obtida pela técnica sol-gel é vantajosa uma vez que se aumenta a freqüência de liberação de íons. Os resultados dos estudos realizados por Yli-Urpo (Yli-Urpo et al. 2004, Yli-Urpo et al, 2005a, Yli-Urpo et al. 2005b) sugerem que a combinação do BAG obtido pelo método sol-gel com o CIVMR pode resultar num material “inteligente” que irá se comportar como um reservatório de íons crucial para a prevenir a desmineralização do esmalte. Sendo assim, esse estudo se propôs a avaliar a alteração da movimentação de íons Ca^{2+} e PO_4^{3-} in vitro, após a

adição de três tipos de BAG obtidos pelo método sol-gel ao CIVMR, após a imersão em SFC.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Visando uma melhor compreensão e clareza, esse capitulo abordará dois temas relevantes para a realização deste estudo, quais sejam: o CIV e o BAG.

2.1 Cimento de Ionômero de Vidro (CIV)

Em fevereiro de 1972, Wilson e Kent introduziram um novo cimento odontológico translúcido, baseado na reação de endurecimento entre o pó de alumínio-silicato de vidro e uma solução aquosa de polímeros e co-polímeros de ácido acrílico. Esse novo sistema recebeu o nome genérico de CIV e o nome comercial de ASPA por causa de seus ingredientes básicos: Alumínio-Silicato Poli-Acrilato. Os autores relataram a intenção do desenvolvimento de um material com uma variedade de aplicações em odontologia, como: restaurações de dentes anteriores, preenchimento de cavidade de erosão, cimentações em geral e forramento de cavidades. Também fizeram comentários sobre os resultados desapontadores da simples combinação do pó do cimento de silicato com a solução aquosa de ácido poliacrílico, que resultava num material com reação de presa lenta, de baixa resistência mecânica e muito sensível as alterações durante a mistura. Esclareceram que o pó havia sido modificado para um pH mais básico e assim compensar a reduzida força ácida do polímero, comparado com o ácido fosfórico utilizado nos silicatos.

No final do mesmo ano, Kent e Wilson reportaram sobre a reação de presa do novo material, a qual se baseia na reação de endurecimento entre um fino pó de flúor-alumínio-silicato de vidro e a solução de ácido poliacrílico. Tão logo se inicie a manipulação do cimento e se inicie a reação de presa, os cátions Al^{3+} e Ca^{2+} são extraídos da superfície das partículas de vidro pelos prótons do ácido. Conseqüentemente, esses cátions que migram para fase aquosa formam cadeias sólidas de poliacrilatos. Os autores relataram também que o novo material translúcido poderia ser utilizado para preenchimento de lesões de erosão e como selante de fissuras, em proveito de sua capacidade de adesão ao esmalte e dentina. A adesão as estruturas dentais foi atribuída à interação das cadeias polares encontradas tanto no cimento quanto no tecido dental.

Os estágios iniciais da reação química entre o pó do CIV e a solução de ácido poliacrílico foram descritas por Crisp e Wilson (1974). O período relevante para esse estudo foi os primeiros 10 min da reação, pois é representada pelo ataque ácido do pó e conseqüente liberação de íons (flúor, sódio, cálcio, alumínio e fósforo). Então, os íons de hidrogênio da solução são substituídos pelos íons metálicos. O aumento do pH e a concentração dos íons solúveis provenientes do vidro caracterizam uma reação do tipo ácido-base, no qual o pó age como próton receptor e o líquido como próton doador. A quantidade de íons flúor é de considerável importância para a reação por aumentar a acidez do sistema. Os autores enfatizaram que a composição química, temperatura e tempo de reação, e o tamanho das partículas devem ser cuidadosamente controlados pois esses fatores são de suma importância no tempo de presa e resistência do cimento.

Desde o início de sua utilização os CIV vêm sendo indicados como materiais restauradores, materiais de selamento e de cimentação (McLean; Wilson, 1977), enfatizando a sua indicação na odontologia preventiva. As duas principais propriedades desse material, responsáveis por sua aceitação no meio odontológico, são sua habilidade de se aderir ao esmalte e a dentina bem como a capacidade de liberar flúor a partir da parte vítrea do cimento (Van Noort, 2007).

As indicações do CIV se baseiam, principalmente, nas duas propriedades anteriormente citadas. Sendo assim, esse material é bastante indicado para restaurações de lesões cervicais, devido a escassa quantidade de esmalte nessas situações clínicas (McLean; Wilson, 1977). Outra indicação importante relacionada a liberação de flúor está na restauração de dentes decíduos (McLean; Wilson, 1977; Pearson et al., 1989).

Apesar das vantagens do CIV, algumas características desse material limitam sua aplicação clínica. O longo tempo de presa e o curto tempo de trabalho, a baixa resistência e baixa tenacidade, as ocorrências de trincas por dessecamento e a baixa resistência a ataques

ácidos são as principais desvantagens e limitadores da indicação do CIV (Van Noort, 2007).

Para contornar essas deficiências, em 1989, Mitra patenteou na Europa o primeiro CIVMR. Mathis e Ferracane (1989) foram os primeiros autores a divulgar esse material na literatura científica. Eles incorporaram ao líquido do CIV convencional uma mistura de material resinoso que possuía Bis-GMA (bis-fenol A-glicidil- metacrilato), etilenoglicol, canforoquinona como iniciador e uma amina terciária como iniciadora da reação. Essa mistura resinosa foi incorporada em uma concentração de 13% em peso no liquido do CIV. As propriedades mecânicas iniciais foram melhoradas e a adesão à dentina não foi prejudicada.

A partir disso, diversos artigos foram publicados com o intuito de avaliar as propriedades mecânicas e o comportamento clínico dos CIVMR.

Com o intuito de compreender melhor a interface entre dente e CIVMR, Sidhu e Watson (1996) analisaram as características dessa interface, especialmente entre o material restaurador e a dentina por meio de microscopia confocal. As imagens obtidas permitiram aos autores afirmarem que todos os materiais apresentaram boa adaptação ao dente, e que não houve evidencia de qualquer penetração do cimento na estrutura dental (formação de tags) as restaurações. Os autores observaram ainda, nos cimentos de ionômero modificado por resina (CIVMR), principalmente no Fuji II LC (GC Corp), a presença de uma “camada de absorção” formada bem próxima a interface entre o material restaurador e a dentina, sugerindoque a sua formação estava, de certa forma, relacionada a umidade proveniente da polpa. Eles sugeriram também que a presença dessa camada estava relacionada a característica hidrofílica do material devido a formação de uma cadeia polimérica de HEMA, capaz de absorver água. Essa camada não foi observada nas amostras restauradas com CIV convencional, o qual, por sua vez, não possui componente resinoso.

Em 1998, Forsten avaliou a liberação e absorção de flúor de cimentos de ionômero de vidro convencionais e modificados por resina e o seu efeito clínico. Os resultados demonstraram que os CIVMR apresentaram valores de liberação de flúor semelhante ao CIV convencional. Esse autor concluiu que os CIVMR devem ser o material de escolha quando se deseja uma alta liberação de flúor inicialmente e resistência da restauração a longo prazo. Esse estudo demonstrou ainda que os cimentos de ionômeros de vidro são capazes de absorver flúor de fontes externas, como aplicação de flúor tópico e dentifrício.

Nesse mesmo ano, Rothwell et al. (1998) compararam a absorção e liberação de flúor de cimentos de ionômero de vidro convencional e modificado por resina após a exposição a dentifrícios. Amostras desses cimentos foram armazenadas em água e após 28 e/ou 58 dias foram expostas a dentifrício contendo flúor. Os resultados obtidos demonstraram que não houve diferença na deliberação de flúor entre os dois CIVMR estudados (Fuji II LC - GC Corp e Vitremer - 3M Dental), porém ambos liberaram significantemente mais flúor que o CIV convencional (Fuji IX – GC Corp) e o compômero (Dyract – Detrey Dentisply). Todos os materiais apresentaram maior liberação de flúor um dia após o contato com fonte externa de flúor quando comparado ao dia anterior à exposição. Em relação ao intervalo entre a confecção das amostras e as exposições a fontes externas de flúor, foi observado a diminuição na liberação de flúor apenas para o CIV convencional.

Com o objetivo de associar as propriedades mecânicas à microestrutura de diferentes cimentos de ionômero de vidro, Xie et al. (2000) avaliaram a resistência à flexão, resistência à compressão, resistência à tração diametral, dureza Knoop e resistência ao desgaste de dez materiais disponíveis comercialmente. Os resultados obtidos demonstraram que os CIVMR apresentaram valores bem mais altos de resistência a flexão e tração diametral que os CIV convencionais, além de exibirem deformação plástica substancial quando sob compressão.

2.2 Vidro bio-ativo (*Bioactive glass* – BAG)

A utilização de vidros na área dos biomateriais vem sendo ampliada de forma progressiva devido suas diversas possibilidades de aplicações como estruturas monolíticas e compostas, na forma de fibras ou recobrimento de outros materiais. Os vidros com capacidade de se unirem a tecidos vivos, sem que haja encapsulação fibrosa são denominados vidros bio-ativos ou *bioactive glass* - BAG (Ramila et al., 2002).

O BAG descoberto em 1969 por Larry L. Hench, na Universidade da Flórida, em Gainesville, FL, EUA, sendo introduzido no mercado em 1971, com o nome comercial Bioglass®. O BAG é um vidro com superfície ativa sobre o qual minerais ósseos são capazes de aderir quimicamente. Caracteristicamente, eles possuem um alto conteúdo de sílica e uma menor, mas não menos importante, quantidade de componentes secundários como Na_2O, P_2O_3 e CaO. Esses componentes secundários exercem grande função no comportamento bio-ativo e reabsorvível desses materiais. Os BAG apresentam uma superfície extremamente ativa em solução fisiológica; por exemplo, eles são submetidos a uma rápida e espontânea troca de íons com os fluidos corpóreos. Uma característica chave desses vidros é que suas trocas espontâneas de íons com a solução circundante induzem uma deposição química de uma camada de apatita biológica sobre sua superfície, quando imersa em fluido fisiológico. Durante sua formação, essa camada incorpora moléculas orgânicas, como fibrinas e fibras colágenas, da solução circundante, facilitando a migração celular sobre a superfície das partículas (Mitchell, 2003).

Nos estudos iniciais, pequenos retângulos de BAG foram implantados em fêmures de ratos e, após seis semanas, foi observado que os implantes cerâmicos não se destacaram do osso. Os implantes estavam fixados ao osso, e mesmo após tentativas de removê-los, eles permaneciam em posição. Testes in vitro foram realizados para explicar a origem da adesão entre o material implantado e o tecido ósseo. Foi observado laboratorialmente que na superfície do BAG se formou uma camada de hidroxiapatita mesmo após a imersão desse material em soluções que não continham íons Ca^{+2} e PO_4^{3-}, os quais são indispensáveis para a nucleação de hidroxiapatita. Os autores concluíram que os cristais de hidroxiapatita formados se aderiam a camadas de colágeno fibroso produzidos pelos osteoblastos na interface, criando uma forte união (Hench, 2006).

O BAG, originalmente desenvolvido por Hench, tem uma única fase amorfa e três requisitos essenciais na sua composição para manter a bioatividade: 1) menos de 60% de SiO_2, 2) alto conteúdo de Na_2O e CaO, e 3) uma proporção relativamente alta de CaO para P_2O_5 (5:1 na fórmula original). A formulação mais relevante de BAG é a 45S5, contendo 45% em peso de SiO_2, sílica (S) como o cátion formador da rede vítrea e uma razão de $CaO:P_2O_5$ igual a 5 (Mitchell, 2003).

Comumente, o resultado do implante de materiais artificiais em defeitos ósseos é a formação de um tecido fibroso isolado do tecido circundante. Entretanto, após a observação de uma união espontânea de BAG (Na_2O-CaO-SiO_2-P_2O_5) ao tecido ósseo, sem a formação de tecido fibroso na interface, a utilização de vários outros tipos de cerâmicas como hidroxiapatita sinterizada, β-tricálcio fosfato, cerâmica bifásica de apatita e cerâmica vítrea A-W contendo apatita cristalina e wollastonita vem sendo estudada por também mostrarem adesão ao osso vivo. Entretanto, esses materiais ainda apresentam deficiências no que se refere à compatibilidade mecânica com o osso circunjacente. Isso abre oportunidade para inúmeras pesquisas com o objetivo de aprimorar a composição visando uma melhora nas propriedades mecânicas desses

biomateriais sem que ocorra perda da bioatividade. Para testar o desempenho desses novos materiais, um dos métodos utilizados é o implante em animais. Porém, isso necessitaria de uma quantidade muito grande de animais de laboratório até que se encontrasse um material com composição bio-ativa. Com o objetivo de minimizar esse desperdício, Kokubo, em 1991, estabeleceu que o uso de material artificial com o propósito de aderir ao tecido ósseo vivo deve ter comprovada capacidade de formar uma camada de apatita semelhante ao osso sobre a sua superfície quando implantado em algum organismo. A comprovação dessa habilidade de formar apatita deve ser realizada inicialmente *in vitro*, por meio da imersão do material em simulador de fluido corpóreo (SFC) que deve possuir concentrações iônicas bem próximas ao plasma sanguíneo (Kokubo, 1991).

Inicialmente, os BAG só eram obtidos por meio de fundição. Esse método consiste no aquecimento até a fusão de uma mistura de componentes inorgânicos (óxidos, carbonatos, fosfatos, etc) seguida pelo resfriamento rápido. Isso limitava as variações em sua composição. Recentes avanços na química da reação sol-gel, entretanto, possibilitaram a produção de BAG pelo método sol-gel com menos restrições na composição.

O método sol-gel de obtenção de materiais inorgânicos é um processo no qual ocorrem reações de hidrólise e condensação dos componentes precursores para a formação de partículas de tamanho coloidal (sol) e posterior formação da rede tridimensional (gel). Esse método, introduzido em 1991, possibilita a obtenção de materiais com maior área de superfície (produzindo mais grupos silanol quimicamente reativos na superfície), maior concentração de SiO_2, e a remoção completa do Na_2O da estrutura.

Materiais obtidos pelo método sol-gel e contendo até 85% de SiO_2 em sua composição têm demonstrado propriedade bio-ativa. Esses materiais geralmente contem apenas SiO_2, CaO e P_2O_5. Além disso, esse método é capaz de formar um material com maior grau de

pureza e melhor homogeneidade, além de possibilitar uma maior variedade de composição (Ramila et al., 2002).

O BAG se enquadra na classe A de materiais bio-ativos, o que significa ser um material que se une tanto ao tecido ósseo quanto a tecidos moles e que estimula a neo-formação óssea (Hench e Polak, 2002). Essa união se deve a habilidade desses materiais serem capazes de formar a camada superficial de hidroxiapatita (Hench, 1998). Essa camada tem um processo de formação complexo e ligado a diversos fatores, entre eles a área de superfície. Li et al. (1991) descrevem que materiais com maior área de superfície apresentam mais possibilidades de sítios de nucleação, os quais resultam numa formação mais rápida da camada de hidroxiapatita.

Laczka et al. (2000) analisaram, usando difração de raios-X, a influência da adição de diferentes modificadores (sódio, boro, magnésio, flúor e alumínio) na capacidade de cristalização e nas propriedades bio-ativas do BAG. Antes da imersão em SFC, os materiais foram avaliados quanto ao volume total e média de tamanho dos poros. Em seguida as amostras foram imersas em SFC a 37°C em diferentes períodos (1, 3, 5, 7, 10 e 14 dias). A concentração de cálcio foi mensurada após os períodos de imersão. Os resultados demonstraram que os materiais estudados apresentaram diferenças significativas em relação a estrutura de poros, e todos os materiais obtidos pelo processo sol-gel apresentaram uma maior área de superfície e volume total de poros em comparação com o grupo controle obtido pelo método de fundição.

Existe uma grande quantidade de tipos de BAG, variando em termos de composição, porosidade, tamanho dos poros e área de superfície, além do método de obtenção. Diferentes tipos de BAG são desenvolvidos para diferentes utilizações dentro da engenharia tecidual. Com o objetivo de obter um BAG altamente poroso, Coelho e Pereira (2005) estudaram a incorporação de dois surfactantes durante a

sintetização do vidro e obtiveram materiais com 90% de poros e poros com tamanho entre 100 e 500 μm.

O fato do BAG ter a capacidade de se unir ao tecido ósseo e induzir neo-formação óssea abriu inúmeras oportunidades na ciência dos biomateriais, uma vez que o elo fraco das cirurgias ortopédicas para reconstrução ou reposição de tecidos duros é a interface entre o material implantado e o tecido adjacente (Mitchell, 2003).

Koleganova et al. (2006) relatam que, apesar da alta resistência das próteses metálicas ortopédicas necessária para suportar as cargas e reduzir a ocorrência de fraturas durante os estágios iniciais de reparação, com o passar do tempo, as características inerentes do metal podem ser um problema. O módulo de elasticidade do titânio ou do aço cirúrgico, metais comumente utilizados nesse tipo de prótese, é cinco a dez vezes maior que o osso cortical. Essa alta diferença reduz a transferência do estresse entre o implante e o osso adjacente, o que pode levar a perda do osso na região peri-implantar. Sendo assim, a criação de um material com propriedades elásticas comparáveis ao osso cortical poderia reduzir esse problema e aumentar a vida útil do implante. Os autores estudaram a incorporação de pequenas partículas de BAG silanizadas, obtidas pelo método sol-gel, em compósitos poliméricos de UDMA e HEMA, com o intuito de criar um compósito biologicamente ativo com propriedades mecânicas compatíveis com as do osso cortical. Os resultados mostraram que a adição de HEMA e UDMA aumentou a molhabilidade sem alterar as propriedades mecânicas ou a adesão celular. A adição de partículas de BAG silanizadas aumentou o modulo de elasticidade do polímero deixando o material com propriedades elásticas semelhantes ao osso cortical além de não alterar a adesão e proliferação celular no novo material.

A capacidade de regeneração óssea do BAG despertou interesses também na área odontológica. Na cirurgia bucal e maxilofacial a necessidade de materiais que substituam o tecido ósseo vai desde o

tratamento de pequenos defeitos intra-ósseos e elevação do seio maxilar para a colocação de implantes, até processos complexos de reconstrução ocasionados por atrofia maxilar ou após ablação cirúrgica por decorrência de tumor. Sendo assim, o desenvolvimento de um material para ser utilizado como substituto ósseo oral deve atingir as necessidades das mais variadas situações clínicas.

O primeiro relato do uso de BAG na área odontológica ocorreu para reparo de defeitos periodontais (Wilson et al. 1987).

O Perioglas, comercialmente disponível desde os anos 90, foi o primeiro produto a base de BAG, para uso em odontologia, tendo demonstrado excelentes resultados clínicos e ausência de reações adversas, por isso já é comercializado em mais de 35 países (Hench, 2006).

Klein et al. (2009) realizaram a caracterização por meio de tomografia microcomputadorizada de materiais disponíveis comercialmente para a aplicação em defeitos orais, sejam eles particulados ou em bloco. Os materiais analisados variaram em sua composição química (hidroxiapatita, β-TCP, HA-SiO_2, Ha-β=TCP, BAG), origem (ficogênica, bovina ou sintética) e granulação (50μm-200μm). Duas marcas comerciais de BAG foram incluídas: Novabone-O/M (Porex Surg.) e Perioglas (Sunstar Butler). Esses materiais apresentaram tamanho de poros variando entre 80 e 110 μm, sendo que o Novabone-O/M apresentou superfície de partícula lisa enquanto que o Perioglas se mostrou mais áspero.

Balamurugan et al. (2008) avaliaram a biocompatibilidade e a capacidade anti-bacteriana após a incorporação de prata no BAG obtido pelo método sol-gel com o objetivo de empregar esse material em meio bucal, principalmente em bolsas periodontais profundas. Os sistemas vítreos SiO_2-P_2O_5-CaO-Ag_2O e SiO_2-P_2O_5-CaO foram sintetizados e caracterizados usando análise de energia dispersiva. A liberação de íons foi analisada por meio de espectroscopia de emissão atômica (ICP-AES).

A capacidade anti-bacteriana foi analisada após a imersão dos materiais em cultura líquida de *Escherichia coli.* A análise do sistema vítreo por meio de EDS mostrou homogeneidade na composição do SiO_2-P_2O_5-CaO-Ag_2O confirmando o sucesso da incorporação de prata na rede vítrea. O perfil de dissolução mostrou que na ausência de células bacterianas, a concentração de Ag^+ aumentou gradativamente até atingir um certo nível, mantendo-se constante a partir de então. Já na presença das células, a concentração de Ag^+ era sempre menor que no grupo sem células. A introdução da prata no sistema SiO_2-P_2O_5-CaO se mostrou eficiente na inibição do crescimento da bactéria *Escherichia coli*, após 24 h de imersão.

Uma outra aplicação do BAG particulado na odontologia é a utilização no tratamento de hipersensibilidade dentinária. Forsback et al. (2004) descrevem que a utilização do precipitado de cálcio-fosfato sobre os túbulos dentinários promove a formação de uma camada de cálcio-fosfato que irá obliterá-los. Porém, esse método necessita de uma condição de pH bastante ácido, o que pode danificar a dentina durante o tratamento. Os autores sugerem então a utilização do BAG para o tratmento de hipersensibilidade dentinária, uma vez que esse material reage bem mesmo em pH neutro. A biomineralização de discos de dentina humana foi analisada por meio de MEV-EDS e espectroscopia fotoelétrica de raios-X (XPS). Discos de dentina com 200 μm de espessura foram limpos em 0,5% de NaOCl durante 5 min e imersos durante 14 dias em 30 ml de SFC contendo 15 mg de BAG. Foi realizado também um grupo controle no qual o BAG foi substituído por vidro não bio-ativo. A quantidade de sílica depositada sobre os túbulos dentinários variou de 0,5% a 9,5% após 15 min e 24 h de imersão em SFC, respectivamente. A mensuração dos picos de Si monstrou que a concentração relativa de SiO_2 em relação a quantidade total de Si aumentou durante o tempo de imersão, variando de 64,5% após 15min até 87,3% após 24h. Os autores concluíram que o BAG pode ser empregado como um produto clínico visando a remineralização da dentina e que uma quantidade suficiente de sílica é absorvida pela dentina dentro

de um curto período de tempo agindo como um centro de nucleação para a subseqüente formação de fosfato de cálcio.

Alani et al. (2008) estudaram a liberação de íons, formação de precipitado e habilidade de selamento de um material de obturação endodôntica a base de policaprolactona combinado com BAG. Para essa análise foram utilizados dentes humanos uni-radiculares extraídos, os quais foram instrumentados com brocas Gates glidden e irrigados com 1% NaOCl e 17% EDTA. Após o preparo, os canais foram obturados com o material a ser analisado utilizando a técnica de compactação vertical aquecida. A liberação de íons da região apical foi mensurada por meio de cromatografia. A adaptação do material as paredes do canal e a formação de filme e precipitado foram avaliadas por meio de microscopia eletrônica. A microinfiltração foi analisada por meio de infiltração de corante. Os autores concluíram que o novo material proposto apresenta potencial para ser utilizado como um obturador endodôntico devido a sua melhor adaptação e redução de penetração de corante, quando comparado com os grupo controle no qual foi utilizado guta-percha.

Além da utilização do BAG em regeneração óssea em defeitos periodontais ou sítios para colocação de implante, hipersensibilidade dentinária ou como material de selamento endodôntico, o BAG passou a ser, mais recentemente, estudado quanto a sua capacidade de melhorar as propriedades biológicas dos materiais restauradores.

Em um dos primeiros estudos realizados para a avaliação da adição de BAG no CIVMR, Ana et al. (2003) avaliaram as alterações do tempo de presa e resistência mecânica do CIVMR após a adição de diferentes tipos e quantidade de BAG. Os autores utilizaram um BAG com a seguinte fórmula: $CaSiO_3$-$Ca_3(PO_4)_2$, com variações na concentração de P_2O_5 entre 10, 15 e 20% em peso. Esses materiais foram sintetizados em laboratório pelo método de fundição, seguidos por trituração até a obtenção de um pó com partículas menores que 45 μm. Esses vidros

foram adicionados ao pó do CIVMR comercialmente disponível (Fuji II LC) nas proporções de 33% ou 50% em peso. Então foram misturados ao líquido do Fuji II LC, e o tempo de presa foi mensurado por meio de um reômetro oscilatório. A resistência mecânica dos novos materiais formados foi avaliada por meio da mensuração da resistência à compressão realizada sobre amostras em forma de disco com 3 mm de diâmetro e 6 mm de espessura, em uma máquina de ensaios universal com velocidade de 1 mm/min. Os resultados obtidos mostraram que a adição de 33% de BAG não alterou o tempo de presa dos materiais experimentais. A adição de 50% de BAG provocou alterações no tempo de presa, sendo que para o BAG contendo tanto 10% ou 20% de P_2O_5 o tempo de presa aumentou e no BAG contendo 15% de P_2O_5 o tempo de diminuiu, sendo esse o único material não aceitável do ponto de vista clínico. A adição de BAG nas diferentes proporções reduziu significativamente a resistência à compressão, porém ficou acima daquela obtida para o CIV convencional após a adição de BAG. Os autores relacionaram a diminuição da resistência à compressão à diminuição da quantidade de íons Al^{3+} após parte do pó do material convencional ter sido substituído por BAG.

Em 2004, Yli Urpo et al. avaliaram a liberação de íons Si, Ca, P e F de do CIV convencional e CIVMR, ambos contendo BAG composto por 53% de SiO_2, 23% de NaO, 20% de CaO e 4% de P_2O_5, com tamanho médio de partículas igual a 20 μm. Os autores utilizaram duas concentrações de BAG: 10% e 30%. Amostras contendo apenas CIV foram utilizadas como controle. Para a análise da liberação de íons foram confeccionados discos com 1 mm de espessura e 5,5 mm de diâmetro, os quais foram imersos em SFC, a 37°C sob constante agitação durante 1 h, 6 h, 24 h, 3 d, 7 d e 14 d. A análise quantitativa da liberação de cálcio foi realizada por espectrofotômetro de absorção atômica e a concentração dos íons Si, P e F foi obtida por meio de um espectrofotômetro Shimadzu digital. De uma forma geral, a concentração de íons Ca decresceu com o passar do tempo de imersão. A concentração de íons P não sofreu maiores alterações e a concentração de íons F, em geral, aumentou com

o passar do tempo de imersão em SFC. Os autores concluíram que a adição de BAG no CIVMR aumentou a concentração de sílica com o passar do tempo, ao passo que a concentração de Ca e P diminuíram.

No ano seguinte, Yli-Urpo et al. (2005a) avaliaram, *in vivo*, a capacidade de remineralização de restaurações de CIV contendo BAG. Os autores realizaram restaurações classe III em dentes de cães utilizando tanto CIV convencional quanto modificado por resina contendo entre 10% e 30% de BAG. Foi utilizado o BAG S53P4, com a seguinte composição: 53% de SiO_2, 23% de Na_2O, 20% de CaO e 4% de P_2O_5. Cada cão recebeu entre 10 e 12 restaurações as quais foram avaliadas após 1, 3 ou 6 semanas. A topografia da superfície e adaptação marginal foram analisadas em MEV. A composição dos materiais foi analisada por meio de espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS). Os autores observaram a formação de uma camada não uniforme de um precipitado rico em Ca sobre as restaurações de CIVMR contendo 30% de BAG pós 3 semanas e, após 6 semanas, essa camada se apresentou uniforme sobre o mesmo material. Não foi observado maiores alterações na superfície das amostras contendo menor quantidade de BAG bem como naquelas contendo CIV convencional.

Em 2005(b), Yli-Urpo et al. estudaram as propriedades mecânicas dos cimentos de ionômero de vidro convencional e modificado por resina, após a adição de BAG em duas diferentes proporções: 10% e 30% em volume. Após a espatulação, os materiais experimentais foram inseridos em uma matriz de aço com 6 mm de altura e 4 mm de diâmetro. As amostras contendo CIV convencional foram deixadas sobre a bancada até o final da reação de presa, enquanto que as amostras contendo CIVMR foram fotoativadas durante 20 s em cada lado. As amostras foram armazenadas por 1 h a 37°C e em seguida foram imersas em 20 ml de água deionizada a 37°C e armazenadas nos seguintes períodos: 1 d, 3 d, 7 d, 14 d, 30 d e 180 d. Em seguida foi obtida a resistência à compressão e o módulo de elasticidade das amostras utilizando o teste preconizado pela norma ISO 3824. A microdureza dos materiais experimentais foi

realizada nos mesmos períodos já descritos para o teste de compressão. Nesse estudo foi observada uma redução da resistência à compressão dos materiais após a adição de BAG. Com o passar do tempo de imersão em água deionizada, foi observado o aumento da resistência à compressão nas amostras de CIVMR contendo BAG. Isso não foi observado nas amostras dos grupos controle, sem BAG, as quais apresentaram uma diminuição da resistência à compressão com o passar do tempo. As amostras de CIVMR contendo BAG apresentaram um aumento do módulo de elasticidade até 30 dias de imersão e então permaneceram constante até o final do estudo. As amostras de CIV convencional não apresentaram variações no módulo de elasticidade com o passar do tempo, sendo os valores significantemente maiores que os dos outros grupos. Com relação a microdureza, as amostras de CIV convencional apresentaram maiores valores quando comparadas aos materiais com composição resinosa. Os autores concluíram que a adição de BAG nos cimentos de ionômero de vidro reduziu a resistência à compressão em torno de 54%.

Com o objetivo de desenvolver um material odontológico capaz de regenerar a estrutura dental, Choi et al. (2008) avaliaram o tempo de presa, as propriedades mecânicas e a bioatividade, *in vitro*, de um CIV convencional combinado com 10% e 30% de BAG com a seguinte composição: 70% de SiO_2, 25% de CaO e 5% de P_2O_5. A morfologia do pó foi avaliada por meio de microscopia eletrônica de varredura. O tempo de presa do material foi avaliado seguindo a norma ISO1566. Para a análise das propriedades mecânicas foi realizado o teste de tração diametral dos materiais antes e após a imersão em SFC durante 1, 3 e 10 dias. A bioatividade das amostras foi avaliada por meio de MEV após a imersão em SFC. Os autores observaram que com o aumento da proporção pó:liquido, houve uma diminuição no tempo de presa, porém a adição do BAG ocasionou um maior tempo de presa do material. A adição de BAG no CIV não alterou a resistência à tração diametral, independentemente do tempo de imersão das amostras em SFC. Após a

imersão em SFChouve formação de uma camada mineral de apatita na superfície das amostras contendo 30% de BAG.

Além do BAG, alguns outros materiais vêm sendo adicionados aos materiais restauradores disponíveis no mercado com o mesmo propósito: estimular o reparo da estrutura dental através da liberação de cálcio e fosfato. Em 2007, Schumacher et al. avaliaram a influência da utilização de um adesivo dentinário contendo ACP (*amorphous calcium phosphate* – cálcio fosfato amorfo: ACP) na resistência ao cisalhamento de resina composta. A adição do ACP, em conjunto com partículas de carga de estrôncio, ou sozinho, reduziu minimamente a resistência adesiva. Os autores concluíram que o tipo de carga e a distribuição do tamanho das partículas de carga não reduziu significativamente a resistência adesiva do material compósito experimental remineralizante, anti-dismineralizante.

Crowe et al. (2008) avaliaram a liberação de íons F^-, Ca^{2+} e PO_4^{3-} após a imersão de CIV-MR contendo bioactive glass em SFC com dois valores de pH (7 e 4) por até 259 h. Os autores observaram que em pH 4 houve uma maior liberação de íons para os grupos contendo bioactive glass, em relação as amostras imersas em solução de pH 7.

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo teve como objetivo avaliar a influência da adição de BAG com três diferentes composições e em três diferentes proporções na liberação de íon Ca^{+2} e PO_4^{3-} do CIVMR após imersão em simulador de fluido corpóreo. A hipótese desse estudo é que a adição de BAG no CIVMR aumenta a concentração de Ca^{+2} e PO_4^{3-} em SFC.

4 MATERIAL E MÉTODO

1.1 Obtenção das amostras

O BAG foi sintetizado em laboratório utilizando o método sol-gel. Três formulações de BAG foram preparadas a partir da mistura de alcóxidos [tetratoxisilicato (TEOS), trietil fosfato (TEP) e metoxietoxil de cálcio (CMOE)] em diferentes proporções para produzir os seguintes materiais: BAG85 (85 mol% SiO_2, 11 mol% CaO, 4 mol% P_2O_5), BAG75 (75 mol% SiO_2, 21 mol% CaO, 4 mol% P_2O_5) e BAG65 (65 mol% SiO_2, 31 mol% CaO, 4 mol% P_2O_5) (Figura 1). Então cada BAG foi triturado, peneirado e pulverizado até a obtenção de partículas de tamanhos reduzidos (0,04 a 3,0 µm) usando um Micronizer (Sturtevant Inc., Hanover, MA) (Figura 2).

Figura 1- BAG após a fase gel.

Figura 2- BAG após trituração

O CIVMR de espatulação manual, disponível comercialmente, GC Fuji II LC (GC Corp., Alsip, IL, EUA) foi usado como o cimento controle (CIVMR) e também como material inicial para os cimentos experimentais. O pó do cimento foi manipulado com o líquido do Fuji II LC em uma proporçãopó:liquido (em massa) de 1,0:3,0. Para os grupos experimentais, diferentes proporções BAG:CIVMR foram combinadas (tabela 1) em uma cápsula de amálgama e misturadas (Caulk-Denstsply Vari-Mix III) em baixa velocidade durante 12 s seguido de espatulação manual. O líquido do Fuji II LC foi adicionado à mistura de BAG-CIVMR numa proporção pó:liquido apresentada na tabela 1. A maior área de superfície do pó de BAG provocou a adição de uma maior quantidade de líquido para que possibilitar o molhamento total da mistura de pó BAG-CIVMR (Figura 3).

Figura 3- Materiais utilizados na obtenção das amostras

Tabela 1: Proporções BAG:CIVMR e pó:líquido usadas nos diferentes grupos experimentais.

	% de BAG adicionada	Proporção BAG:CIV	Proporção pó:líquido
Controle	0%	0:1	1:2
BAG65	50%	1:1	1:3
	35%	1:2	1:2,34
	25%	1:3	1:2,25
BAG75	50%	1:1	1:3
	35%	1:2	1:2,34
	25%	1:3	1:2,25
BAG85	50%	1:1	1:3
	35%	1:2	1:2,34
	25%	1:3	1:2,25

Após a espatulação dos pós obtidos com o líquido do Fuji II LC, o material resultante foi colocado em matrizes cilíndricas de polivinilsiloxano (6 mm de diâmetro x 1 mm de espessura) (Figura 4) e comprimido entre duas laminas de vidro (1 mm de espessura). As amostras foram fotoativadas por LED (Demi-Kerr) por 40 s em ambas superfícies. A irradiação de luz foi conferida periodicamente durante o experimento para certificar que a luz emitida estava sempre maior que 1000 mW/cm^2. Os excessos foram removidos e as amostras polimerizadas foram armazenadas por 24 h em 100% de umidade e em seguida resfriadas com nitrogênio líquido, trituradas com gral e pistilo e peneiradas para a coleta de partículas menores que 90 μm. Os pós obtidos após a peneiragem foram pesados (20 mg por amostra) e colocados em tubos de polipropileno para centrifugação de 5 mL. Os

tubos foram previamente limpos com ácido nítrico para eliminar qualquer tipo de contaminação.

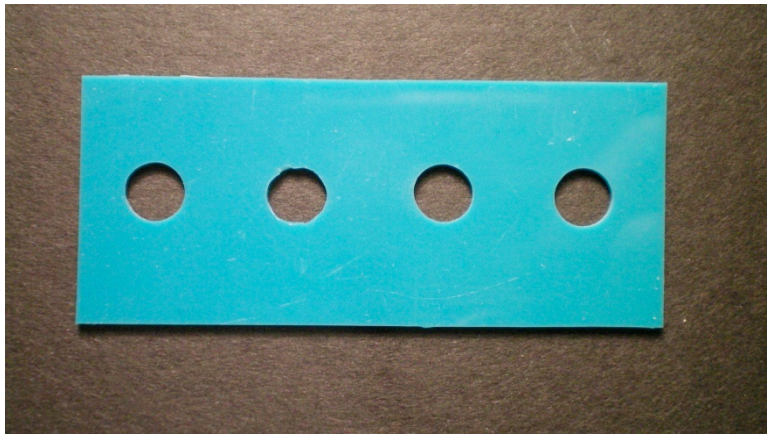

Figura 4- Matriz de polivinilsiloxano utilizada para a obtenção das amostras

Para cada condição experimental foram confeccionadas 5 amostras. Cada amostra (20 mg) foi imersa em 3,0 ml de simulador de fluido corpóreo (SFC) e colocada em um misturador orbital biaxial (Ocelot, Fisher Scientific) em uma incubadora a 37ºC. O SFC foi preparado imediatamente antes do experimento a partir da dissolução dos reagentes químicos conforme a tabela 2, descrito por Kokubo, 2006. Após 6 tempos de observação pré-determinados (¼, ½, 1, 3, 6 e 24 h) as amostras foram removidas da incubadora. O líquido foi removido do tubo de polipropileno com uma pipeta de vidro, colocado em um tubo de ensaio de vidro e levado para centrífuga (Beckman GPR Centrifuge) a 4000 RPM durante 5 min. A solução “supernatant” foi pipetada e usada para a mensuração de íons.

Tabela 2- Composição do SFC

N	Reagente	Quantidade
1	NaCl	7,996g
2	$NaHCO_3$	0,350g
3	KCL	0,224g
4	$K_2HPO_4.3H_2O$	0,228g

5	$MgCl_2.6H_2O$	0,305g
6	1mol/dm^3 HCl	40ml
7	$CaCl_2$	0,278g
8	Na_2SO_4	0,071g
9	$(CH_2OH)_3CNH_2$	6,057g

1.2 Mensuração da concentração de íons

Previamente a mensuração da concentração de íons, foram feitas as mensurações de amostras com concentrações conhecidas, a qual era repetida periodicamente para a obtenção de curva de calibração. A concentração de Ca^{+2} e PO_4^{3-} no SFC foi mensurada no início dos experimentos e utilizada como ponto zero.

A mensuração da concentração de Ca^{+2} foi feita utilizando uma sonda com eletrodo específico para cálcio (Orion, modelo 9700BNWP) (Figura 5). As curvas de calibração foram obtidas antes da mensuração das amostras e repetidamente após cada 10 amostras. As curvas de calibração foram plotadas usando 10 e 100 ppm de cálcio. 1,5 ml de ISA (ionic solution analyzer) foi adicionado a 0,5 ml da amostra antes da mensuração. Uma barra misturadora era colocada dentro da solução e as mensurações realizadas sobre uma base Isotemp (Fisher Scientific) para que a mensuração fosse feita sob constante agitação. A sonda foi imersa nas soluções e os valores, em mV, foram registrados e posteriormente convertidos em ppm.

Figura 5- Equipamentos utilizados para a mensuração de (a) Ca^{+2} e (b) PO_4^{3-}

A mensuração da concentração de PO_4^{3-} foi feita pelo método colorimétrico usando ácido vanadiomolibidenofosfórico. Cada amostra foi misturada com o reagente vanadato-molibidato que reage com o PO_4^{3-} através de um intermediador químico para que a solução se torne amarela. 0,5 ml de cada amostra foi diluída em 1,5 ml de água deionizada e adicionado a 1,0 ml de reagente. A intensidade da cor na solução é uma medida direta para a concentração de PO_4^{3-}. A intensidade da cor foi quantificada através de um espectrofotômetro (LKB Ultraspec II) (Figura 5).

1.3 Análise estatística

Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística por meio dos programas estatísticos Graph Pad Prism 5 e Statistix 8.

A análise estatística descritiva, incluindo média e desvio-padrão, foi calculada para cada grupo experimental (n=5). A área sobre a curva de cada condição experimental foi utilizada para as comparações estatísticas (Figuras 6). A comparação múltipla de Dunnet (α=0.05) foi usada para prover comparações múltiplas ao grupo controle de cada íon. Os valores apresentaram distribuição normal e/ou variâncias homogêneas, desse modo foi utilizado o teste paramétrico ANOVA complementado pelo teste de Tukey, no caso de diferenças estatísticas.

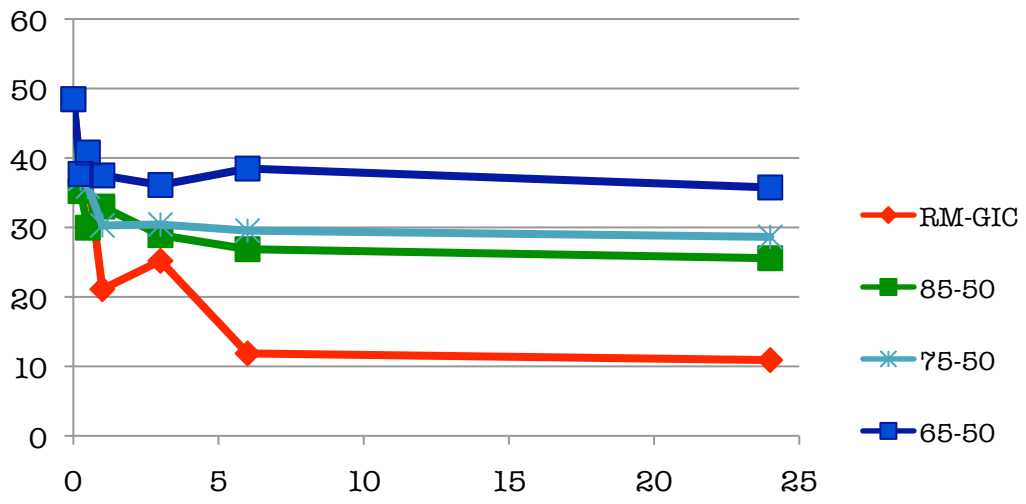

Figura 6 – Exemplo de gráfico utilizado para a obtenção da área sob a curva de liberação de íons.

5 RESULTADOS

Os resultados obtidos pela execução do modelo experimental serão apresentados em dois tópicos separadamente.

No primeiro, serão apresentados os resultados da liberação dos íons Ca^{+2} verificados por meio de sonda mensuradora de íons e, no segundo, os resultados da liberação de PO_4^{3-} mensurados por espectroscopia.

Conforme descrito no capítulo “Material e Métodos”, a liberação de íons de cada combinação de CIVMR:BAG foi analisada em 6 períodos de observação (¼, ½, 1, 3, 6 e 24 h), sendo analisado 5 amostras em cada momento. Dessa forma, foram obtidas 30 amostras por combinação de CIVMR:BAG, num total de 300 unidades experimentais para cada íon analisado.

1- Liberação de íons Ca^{+2}

Os resultados referente a liberação de íons Ca^{+2} nos diferentes grupos experimentais estão expressos na tabela 24 do apêndice, bem como as áreas dos gráficos de liberação de íons Ca^{+2} estão expressos na tabela 25 do apêndice.

Para cada combinação de CIVMR:BAG foram obtidos 5 gráficos (tempo x PPM) e por meio do programa de estatística Graph Pad Prism 5, foi obtida a área (PPM x horas) de cada gráfico, a qual foi utilizada para a análise estatística.

As médias e os desvios-padrão das áreas dos gráficos obtida para a liberação de íons Ca^{+2} de cada combinação de CIVMR:BAG estão relacionados na tabela 3.

Tabela 3 – Média das áreas dos gráficos de liberação de íons Ca^{+2} para cada formulação de BAG em razão do percentual de BAG adicionado no CIVMR, após 24h de imersão em SFC.

	BAG65		BAG75		BAG85	
	Média	Dev-Pad	Média	Dev-Pad	Média	Dev-Pad
0%	340,48	11,80	340,48	11,80	340,48	11,80
25%	846,38	24,20	602,02	50,53	595,18	26,83
35%	908,74	28,14	615,02	24,09	671,70	100,93
50%	862,20	34,26	713,48	63,05	649,72	64,94

Inicialmente foi realizado ANOVA seguida do teste Dunnet de múltiplas comparações (α=0.05 e valor crítico de D=2,593) para verificar a relação entre os grupos experimentais e o grupo controle (Tabela 4).

Tabela 4 - Comparação múltipla de Dunnet para os dados de liberação de Ca^{+2}

Grupo	Média	Lower Bound	Diferença	Upper Bound	Erro padrão para comparação	Valor crítico para comparação
BAG65 25%	846,38	463,37	505,90*	548,43	16,406	42,535
BAG65 35%	908,74	525,73	568,26*	610,79		
BAG65 50%	862,20	479,19	521,72*	610,79		
BAG75 25%	602,02	191,73	261,54*	331,35	26,926	69,807
BAG75 35%	615,02	204,73	274,54*	344,35		
BAG75 50%	713,14	302,85	372,66*	442,47		
BAG85 25%	595,18	153,41	254,70*	355,99	39,070	101,29
BAG85 35%	671,70	229,93	331,22*	432,51		
BAG85 50%	649,72	207,95	309,24*	410,53		

(α=0.05, valor crítico de D=2,593, valores de diferença seguidos de * revelam diferença estatisticamente significante)

O teste Dunnet revelou que todas as condições experimentais apresentaram valores significativamente maiores do que o grupo controle, o qual não apresentava a adição de BAG.

A etapa seguinte se restringiu a comparações entre os grupos experimentais.

Como a distribuição dos íons liberados das amostras após imersão em SBF nos diversos grupos foi normal, os dados foram analisados com o teste estatístico ANOVA (two-way) complementado pelo teste de Tukey, com nível de significância de 5%. Os resultados da análise estatística estão expressos na tabela 5.

Tabela 5 – Two-way ANOVA para a liberação dos íons Ca^{+2}

Source	DF	SS	MS	F	P
BAG	2	535197	267598	97,16	0,0000*
Add	2	31599	15800	5,74	0,0069*
BAG*ADD	4	31338	7834	2,84	0,0379*
Erro	36	99153	2754		
Total	44	697287			

A partir da ANOVA (two-way) para a liberação de íons Ca^{+2}, foi possível observar que os fatores tipo de BAG e concentração do BAG adicionado foram significantes, bem como a interação entre eles. Sendo assim, foi realizado o teste de Tukey para verificar onde se encontravam as diferenças (Tabela 6 e Figura 7).

Tabela 6 - Comparação de Tukey entre os diferentes tipos de BAG, em relação ao íon Ca^{+2}

BAG	Média	Grupos Homogêneos *
65	872,44	A
75	643,39	B
85	638,87	B
α=0.05		

* grupos seguidos de letras diferentes revelam diferença estatisticamente significante

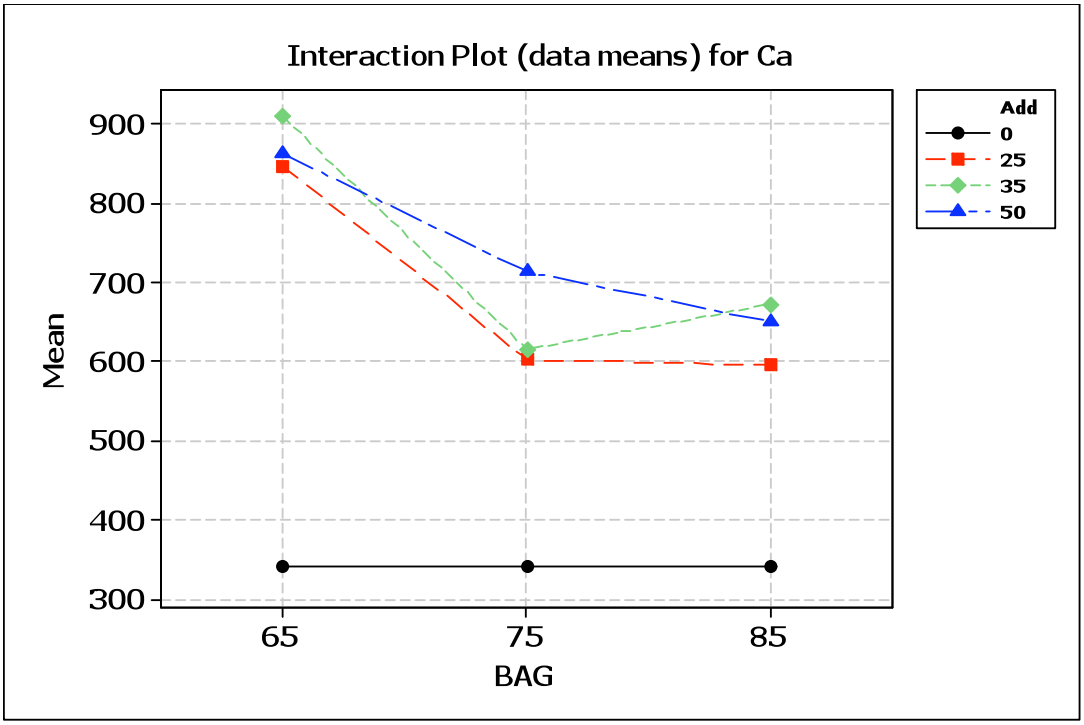

Figura 7 - Representação gráfica das médias da áres sob a curva de liberação de Ca^{2+}, em relação ao tipo de BAG utilizado.

A partir do teste de Tukey, foi possível observar que os grupos nos quais foi adicionado BAG65 houve maior liberação de íons Ca^{+2} quando comparado aos grupos BAG75 e BAG85, os quais não diferiram entre si. Foi observado também que os grupos que tiveram uma concentração de BAG adicionado de 25% apresentaram valores estatísticos significantemente menores que os grupos com concentração de 35% e 50%, os quais não diferiram entre si (Figura 8 e Tabela 7).

Tabela 7- Comparação de Tukey entre os diferentes tipos de BAG, em relação ao íon Ca^{+2}

Concentração	Média	Grupos Homogêneos *
50	741,69	A
35	731,82	A
25	681,19	B

α=0.05

* grupos seguidos de letras diferentes revelam diferença estatisticamente significante

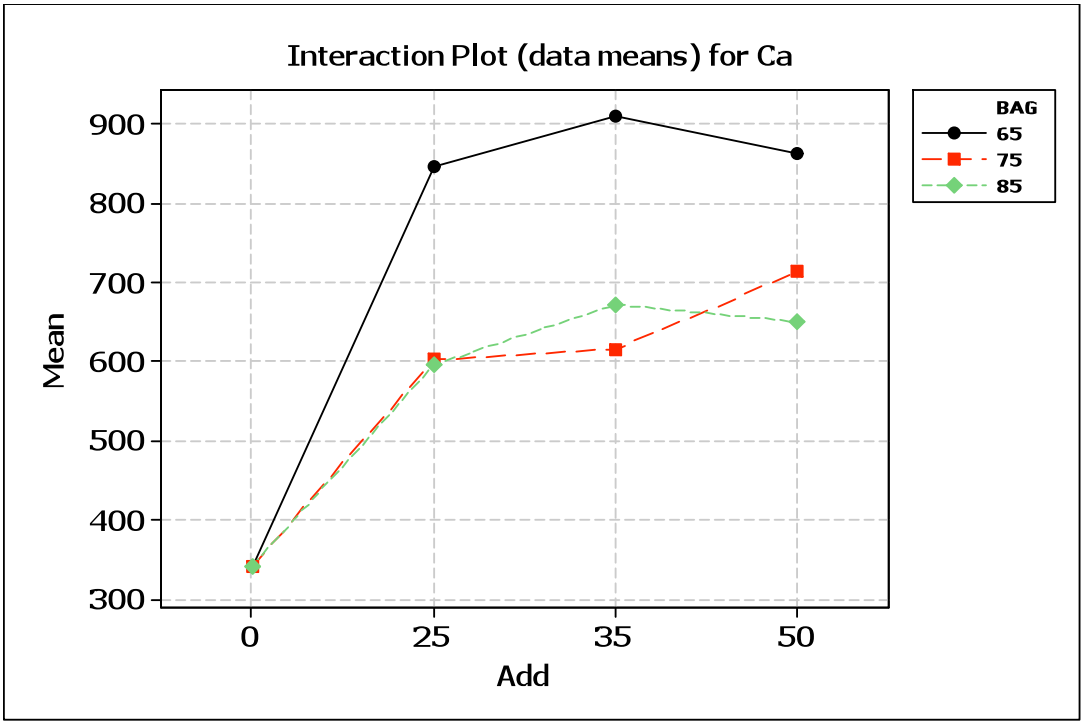

Figura 8- Representação gráfica das médias da área sob a curva de liberação de Ca^{2+}, em relação a porcentagem de BAG adicionada

O próximo passo foi analisar a interação dos dois fatores: tipo de BAG e concentração (Tabela 8).

Tabela 8 - Comparação de Tukey entre a interação tipo de BAG e concentração de BAG adicionada, em relação ao íon Ca^{+2}

Tipo de BAG	Concentração	Média	Grupos Homogêneos *
65	50	862,20	A
	35	908,74	A
	25	846,38	A
75	50	713,14	B
	35	615,02	BC
	25	602,02	C
85	50	649,72	BC
	35	671,70	BC
	25	595,18	C

α=0.05

* grupos seguidos de letras diferentes revelam diferença estatisticamente significante

Os grupos BAG65 (50%), BAG65 (35%) e BAG65 (25%) apresentaram os maiores valores de área do gráfico de liberação de íons

Ca^{+2}, não havendo diferença estatisticamente significante entre eles. Os grupos BAG75 (50%), BAG75 (35%), BAG85 (50%) e BAG85 (35%) apresentaram valores intermediários de área do gráfico de liberação de íons Ca^{+2}, sendo estatisticamente semelhantes. Os grupos BAG75 (25%) e BAG85 (25%) apresentaram os menores valores, demonstrados na figura 8, de área do gráfico de liberação de íons Ca^{+2} sendo semelhantes entre si, assim como semelhantes aos valores dos grupos BAG75 (35%), BAG85 (50%) e BAG85 (35%).

Em seguida, foi obtida a área do gráfico para cada íon até 15 min, até 30 min, até 1 h, até 3 h e até 6 h para verificar se o comportamento de liberação de íons após 24 h se repetiu nos estágios iniciais do estudo. Para tanto, repetiu-se as mesmas análises realizadas anteriormente para os gráficos com período de 24 h.

Inicialmente foi realizado o teste ANOVA seguido do teste Dunnet de interações múltiplas para comparar a área dos gráficos dos grupos experimentais com o grupo controle. As tabelas 9 a 11 mostram os valores de diferença encontrados na comparação das condições experimentais e o grupo controle, para a liberação de íons Ca^{+2}.

Tabela 9 - Comparação entre o grupo controle e as condições experimentais nos diferentes tempos para os grupos em que foi adicionado BAG85, na liberação de Ca^{+2}.

BAG85	15 min	30 min	1h	3h	6h	24h
25%	-0,524	-2,056*	-2,150	8,75	32,38*	254,70*
35%	0,800*	1,832*	4,800*	21,47*	56,42*	331,22*
50%	-0,339	-1,674*	-0,728	14,57*	42,16*	309,24*

Valores na mesma coluna seguidos de * revelam diferença estatisticamente significante

Quando adicionado BAG85 no CIVMR, a liberação de Ca^{+2} dos grupos experimentais foi estatisticamente diferente que o grupo controle após 15 min quando adicionado 35% de BAG; após 30 min todos os grupos experimentais foram diferentes do grupo controle; após 1 h os grupos em que foram adicionados 25% e 50% se apresentaram semelhantes ao grupo controle; após 3 h de imersão em SBF, os grupos

em que foram adicionados 35% e 50% de BAG85 apresentaram área de liberação de Ca^{+2} estatisticamente maior que o grupo controle; e após 6 h e 24 h, todas as condições experimentais apresentaram-se com valores de área de liberação de Ca^{+2} estatisticamente maiores que o grupo controle.

A partir de 3 h de imersão, os grupos em que foram adicionados 35% e 50% de BAG85 apresentaram maiores valores de área de cálcio, quando comparados ao grupo controle. Após 6 h o grupo em que foi adicionado 25% de BAG85 também passou a ter área de liberação de cálcio estatisticamente maior que o grupo controle.

Tabela 10 - Comparação entre o grupo controle e as condições experimentais nos diferentes tempos para os grupos em que foi adicionado BAG75, na liberação de íons Ca^{+2}

BAG75	15 min	30 min	1 h	3 h	6 h	24 h
25%	0.248	-0,412	-0,574	9,138	32,66*	261,54*
35%	0.574	0,708	1,734	13,326*	36,40*	274,54*
50%	-0,090	-0,458	1,244	15,426*	49,54*	364,66*

Valores na mesma coluna seguidos de * revelam diferença estatisticamente significante

Quando adicionado BAG75 no CIVMR, a liberação de íons Ca^{+2} dos grupos experimentais não foi estatisticamente diferente do grupo controle até o período de imersão de 1 h em SBF, para as 3 proporções estudadas. Após 3 h de imersão em SFC, os grupos em que foram adicionados 35% e 50% de BAG75 apresentaram área de liberação de íons Ca^{+2} estatisticamente maior que o grupo controle; e após 6 h e 24 h, todas as condições experimentais apresentaram-se com valores de área de liberação de íons Ca^{+2} estatisticamente maiores que o grupo controle.

A partir de 3 h de imersão, os grupos em que foram adicionados 35% e 50% de BAG75 apresentaram maiores valores de área de cálcio, quando comparados ao grupo controle. Após 6 h o grupo em que foi

adicionado 25% de BAG75 também passou a ter área de liberação de íons Ca^{+2} estatisticamente maior que o grupo controle.

Tabela 11 - Comparação entre o grupo controle e as condições experimentais nos diferentes tempos para os grupos em que foi adicionado BAG65, na liberação de íons Ca^{+2}

BAG65	15 min	30 min	1 h	3 h	6 h	24 h
25%	0,592	0,620*	3,306*	29,77*	82,86*	505,90*
35%	1,708*	3,494*	8,676*	47,27*	114,24*	568,26*
50%	-0,074	0,188*	5,156*	34,39*	89,18*	521,72*

Valores na mesma coluna seguidos de * revelam diferença estatisticamente significante

Quando adicionado BAG65 no CIV-MR, a liberação de íons Ca^{+2} dos grupos experimentais foi estatisticamente diferente que o grupo controle após 15 min quando adicionado 35% de BAG; após 30 min, 1 h, 3 h e 6 h todos os grupos experimentais foram diferentes do grupo controle.

A partir de 30 min de imersão, os 3 grupos (25%, 35% e 50%) de BAG65 apresentaram maiores valores de área de cálcio, quando comparados ao grupo controle.

Após a comparação dos grupos experimentais com o grupo controle, os grupos experimentais foram comparados entre si, nos diferentes tempos de imersão.

Foi feito o teste ANOVA (two-way) seguido do teste de Tukey para os diferentes tempos de imersão para a liberação de íons Ca^{2+}. As tabelas 12 e 13 apresentam as médias obtidas, em razão do tipo de BAG (tabela 1) e da concentração de BAG adicionada.

Tabela 12 - Análise das áreas de liberação de Ca em função do tempo, para os diferentes tipos de BAG utilizados

	15 min	30 min	1 h	3 h	6 h	24 h
BAG65	$11,516^{a}$	$21,646^{a}$	$40,655^{a}$	$118,51^{a}$	$232,51^{a}$	$872,44^{a}$
BAG75	$11,018^{b}$	$20,158^{b}$	$35,743^{b}$	$96,30^{b}$	$180,73^{b}$	$640,73^{b}$

BAG85	10,753[b]	19,708[b]	35,583[b]	94,00[b]	176,61[b]	638,87[b]

Valores médios na mesma coluna seguidos de letras diferentes revelam diferença estatisticamente significante

• Após 15 min e 30 min de imersão em SBF, o comportamento foi semelhante sendo que os grupos com BAG65 apresentaram os maiores valores de Ca^{+2}, seguidos dos grupos de BAG75 e BAG85, os quais apresentaram valores semelhantes.

• Após 1 h de imersão em SBF, os grupos com BAG65 e BAG75 apresentaram Ca^{+2} semelhantes e maiores que os grupos com BAG85.

• Após 3 h, 6 h e 24 h de imersão em SFC, o comportamento foi semelhante sendo que os grupos com BAG65 apresentaram os maiores valores de concentração de Ca^{+2}, seguidos dos grupos de BAG75 e BAG85, os quais apresentaram valores semelhantes.

Tabela 13 - Análise das áreas de liberação de Ca em função do tempo, para as diferentes % de BAG adicionado

	15 min	30 min	1 h	3 h	6 h	24 h
50%	11,801[a]	22,223[a]	40,012[a]	108,72[a]	206,10[a]	739,02[a]
35%	10,879[b]	19,693[a]	36,833[a]	102,83[ab]	197,37[ab]	731,82[a]
25%	10,606[b]	19,596[b]	35,136[b]	97,25[b]	186,38[b]	681,19[b]

Valores médios na mesma coluna seguidos de letras diferentes revelam diferença estatisticamente significante

• Após 15 min de imersão em SFC os grupos que tiveram 50% de BAG adicionado apresentaram valores de liberação de íons Ca^{+2} significativamente maiores que aqueles que tiveram 35% ou 25% de íons Ca^{+2} adicionado, sendo que os últimos foram semelhantes entre si.

• Nos tempos de leitura 30 min e 1 h os grupos que tiveram 50% e 35% de BAG adicionado apresentaram valores semelhantes, e maiores que os grupos com 25% de BAG.

• Nos tempos de leitura 3 h e 6 h os grupos que tiveram 50% de BAG adicionado apresentaram valores de liberação de íons Ca^{+2} semelhante

aos grupos que tiveram 35% de BAG adicionado e maior que os grupos de 25%. Por sua vez, os grupos que tiveram 35% e 25% de BAG adicionados foram semelhantes entre si.

2- Liberação de íons PO_4^{3-}

Os resultados referente a liberação de PO_4^{3-} nos diferentes grupos experimentais estão expressos na tabela 26 do apêndice, bem como as áreas dos gráficos de liberação de íons PO_4^{3-} estão expressos na tabela 27 do apêndice.

Para cada combinação de CIVMR:BAG foram obtidos 5 gráficos de liberação de íons PO_4^{3-} (tempo x PPM) e por meio do programa de estatística Graph Pad 5, foi obtida a área (A) de cada gráfico, a qual foi utilizada para a análise estatística.

As médias e os desvios-padrão das áreas dos gráficos obtida para a liberação de PO_4^{3-} de cada combinação de CIVMR:BAG estão relacionados na tabela 14.

Tabela 14 – Média das áreas dos gráficos de liberação de PO_4^{3-} para cada formulação de BAG em razão do percentual de BAG adicionado no CIVMR, após 24h de imersão em SFC.

	BAG65		BAG75		BAG85	
	Média	Dev-Pad	Média	Dev-Pad	Média	Dev-Pad
0%	772,5	24,92	772,5	24,92	772,5	24,92
25%	1230,6	46,18	1101,8	58,52	987,3	41,13
35%	1282,4	67,56	1202,0	81,52	1099,2	49,89
50%	1273,4	56,07	1212,2	35,18	1136,2	6,94

Assim como para a análise da liberação dos íons Ca^{+2}, inicialmente foi realizado o teste Dunnet (α=0,05 e valor crítico de D=2,593) para

verificar a relação entre os grupos experimentais e o grupo controle, sem BAG, (Tabela 15) para a análise da liberação de PO_4^{3-}.

Tabela 15 - Comparação múltipla de Dunnet para os dados de liberação de PO_4^{3-}

Grupo	Média	Lower Bound	Diferença	Upper Bound	Erro padrão para comparação	Valor critico para comparação
BAG 65 25%	1230,6	374,2	458,1*	542,0	32,347	83,862
BAG 65 35%	1282,8	426,4	510,3*	594,2		
BAG 65 50%	1273,4	417,0	500,9	584,8		
BAG 75 25%	1101,8	239,8	329,3*	418,8	34,540	89,549
BAG 75 35%	1202,0	340,0	429,5*	519,0		
BAG 75 50%	1212,2	350,2	439,7*	529,2		
BAG 85 25%	987,3	157,7	214,8*	271,9	22,025	57,101
BAG 85 35%	1099,2	269,6	326,7*	383,8		
BAG 85 50%	1136,2	306,6	363,7*	420,8		

(α=0.05, valor crítico de D=2,593, valores de diferença seguidos de * revelam diferença estatisticamente significante)

Como a distribuição dos íons liberados das amostras após imersão em SFC nos diversos grupos foi normal, os dados foram analisados com o teste estatístico ANOVA (two-way) complementado pelos testes de comparações múltiplas de Dunnet e Tukey, com nível de significância de 5%. Os resultados da análise estatística estão expressos na tabela 16.

Tabela 16 - ANOVA para a liberação de PO_4^{3-}

Source	DF	SS	MS	F	P
BAG	2	265315	132657	47,04	0,00001*
Add	2	90304	45152	16,01	0,00001*
BAG*ADD	4	14761	3690	1,31	0,2853
Erro	36	101526	2820		
Total	44	471906			

A partir de ANOVA (two-way) para a liberação de PO_4^{3-}, foi possível observar que os fatores tipo de BAG e concentração do BAG adicionado foram significantes. Porém, a interação entre eles não se revelou estatisticamente significante. Sendo assim, a etapa seguinte foi realizar o teste de Tukey para verificar onde se encontravam as diferenças (Tabela 17 e 18).

Tabela 17 - Comparação de Tukey entre os diferentes tipos de BAG, em relação ao PO_4^{3-}

BAG	Média	Grupos Homogêneos *
65	1262,3	A
75	1172,0	B
85	1074,2	C

α=0.05

* grupos seguidos de letras diferentes revelam diferença estatisticamente significante

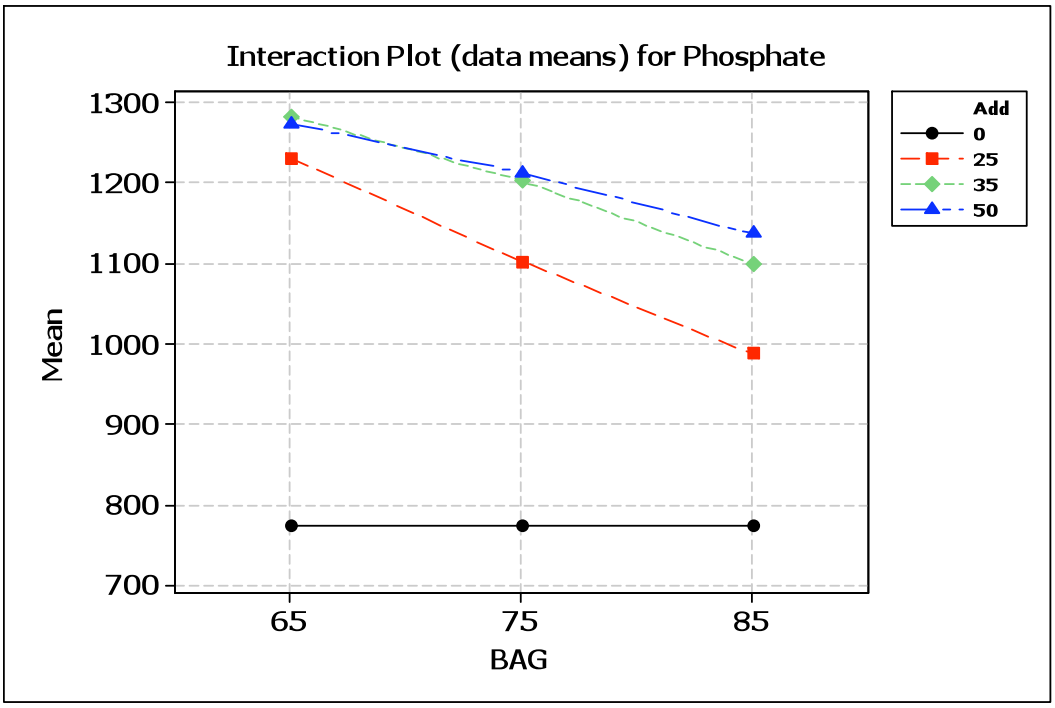

Figura 9 - Representação gráfica das médias da área sob a curva de liberação de PO_4^{3-}, em relação ao tipo de BAG utilizado

Tabela 18 - Comparação de Tukey entre as diferentes concentrações de BAG adicionado, em relação ao PO_4^{3-}

Concentração	Média	Grupos Homogêneos *
50	1207,3	A
35	1194,7	A
25	1106,6	B

* grupos seguidos de letras diferentes revelam diferença estatisticamente significante

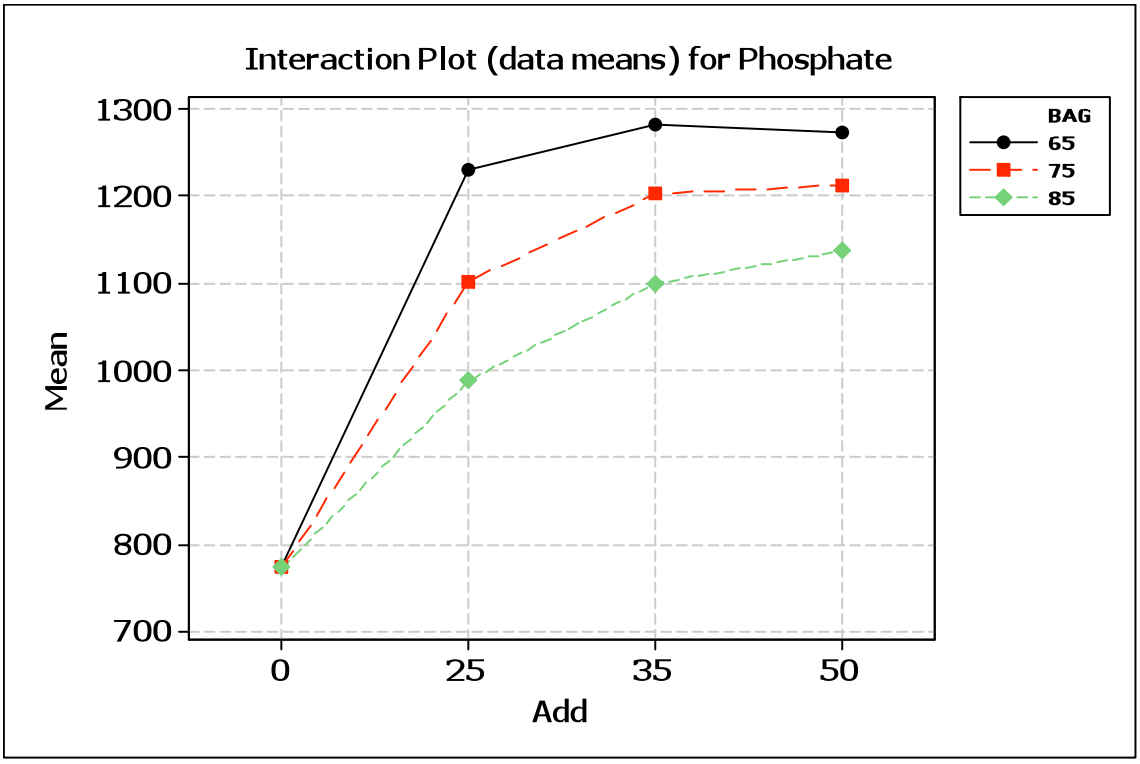

Figura 10 - Representação gráfica das médias da área sob a curva de liberação de PO_4^{3-}, em relação a porcentagem de BAG adicionada

A partir do teste de Tukey, foi possível observar que os grupos nos quais foi adicionado BAG65 houve maior liberação de PO_4^{3-} quando comparado aos grupos BAG75 e BAG85, sendo que o último grupo apresentou os menores valores de liberação de PO_4^{3-}. Foi observado também que os grupos que tiveram uma concentração de BAG adicionado de 25% apresentaram valores estatísticos significativamente

menores que os grupos com concentração de 35% e 50%, os quais não diferiram entre si.

Em seguida, foi obtida a área do gráfico para cada íon de 0-15 min, 0-30 min, 0-1h, 0-3h, 0-6h para verificar se o comportamento de liberação de íons após 24 h se repetiu nos estágios iniciais do estudo. Para tanto, repetiu-se as mesmas análises feitas anteriormente para os gráficos com período de 24 h.

Inicialmente foi realizado o teste ANOVA seguido do teste Dunnet de interações múltiplas para comparar a área dos gráficos dos grupos experimentais com o grupo controle. As tabelas 19 a 21 mostram os valores de diferença encontrados na comparação das condições experimentais e o grupo controle, para a liberação de PO_4^{3-}.

Tabela 19 - Comparação entre o grupo controle e as condições experimentais nos diferentes tempos para os grupos em que foi adicionado BAG85, na liberação de PO_4^{3-}.

BAG85	15 min	30 min	1 h	3 h	6 h	24 h
25%	0,638*	1,886*	3,848*	14,56*	35,28*	214,8*
35%	0,788*	2,052*	5,166*	26,76*	63,76*	326,7*
50%	0,834*	2,186*	5,534*	28,56*	69,92*	363,7*

Valores na mesma coluna seguidos de * revelam diferença estatisticamente significante

Quando adicionado BAG85 no CIVMR, a liberação de PO_4^{3-} foi estatisticamente diferente do grupo controle a partir de **15 min** para qualquer uma das três concentrações analisadas.

Tabela 20 - Comparação entre o grupo controle e as condições experimentais nos diferentes tempos para os grupos em que foi adicionado BAG75, na liberação de PO_4^{3-}

BAG75	15 min	30 min	1 h	3 h	6 h	24 h

25%	1,634*	4,846*	11,714*	45,94*	101,90*	329,3*
35%	2,068*	6,596*	16,834*	63,34*	137,58*	429,5*
50%	2,544*	7,674*	18,544*	64,44*	133,46*	439,7*

Valores na mesma coluna seguidos de * revelam diferença estatisticamente significante

Quando adicionado BAG75 no CIVMR, a liberação de PO_4^{3-} foi estatisticamente diferente do grupo controle a partir de **15 min** para qualquer uma das três concentrações analisadas.

Tabela 21 - Comparação entre o grupo controle e as condições experimentais nos diferentes tempos para os grupos em que foi adicionado BAG65, na liberação de PO_4^{3-}

BAG65	15 min	30 min	1 h	3 h	6 h	24 h
25%	2,242*	6,482*	15,242*	54,54*	116,00*	458,1*
35%	2,516*	7,384*	18,008*	65,34*	135,86*	510,3*
50%	2,406*	7,100*	17,618*	66,60*	137,66*	500,9*

Valores na mesma coluna seguidos de * revelam diferença estatisticamente significante

Quando adicionado BAG65 no CIVMR, a liberação de PO_4^{3-} foi estatisticamente diferente do grupo controle a partir de 15 min para qualquer uma das três concentrações analisadas.

Após a comparação dos grupos experimentais com o grupo controle, os grupos experimentais foram comparados entre si, nos diferentes tempos de imersão em SFC.

Foi realizado o teste ANOVA (two-way) seguido do teste de Tukey. As tabelas 22 e 23 apresentam as médias obtidas, em razão do tipo de BAG e da concentração de BAG adicionada.

Tabela 22 - Análise das áreas de liberação de PO_4^{3-} em função do tempo, para os diferentes tipos de BAG utilizados

	15 min	30 min	1 h	3 h	6 h	24 h
BAG65	13,748[a]	28,165[a]	60,106[a]	181,32[a]	356,84[a]	1262,5[a]
BAG75	12,933[b]	28,548[a]	58,847[a]	177,07[b]	348,31[a]	1172,0[b]
BAG85	11,800[c]	24,217[b]	47,999[b]	142,45[c]	280,32[b]	1074,2[c]

Valores médios seguidos de letras diferentes revelam diferença estatisticamente significante

- Após 15 min de imersão em SFC, os grupos com BAG65 apresentaram os maiores valores de PO_4^{3-}, seguidos dos grupos de BAG75. Os grupos com BAG85 apresentaram os menores valores PO_4^{3-};
- Nos tempos de leitura 30 min e 1 h, o comportamento foi semelhante sendo que os grupos com BAG65 e BAG75 apresentaram PO_4^{3-} semelhantes e maiores que os grupos com BAG85;
- Após 3 h de imersão em SFC, os grupos com BAG65 apresentaram os maiores valores de PO_4^{3-}, seguidos dos grupos de BAG75. Os grupos com BAG85 apresentaram os menores valores PO_4^{3-};
- Após 6 h de imersão os grupos com BAG65 e BAG75 apresentaram PO_4^{3-} semelhantes e maiores que os grupos com BAG85;
- Após 24 h de imersão em SFC, os grupos com BAG65 apresentaram os maiores valores de PO_4^{3-}, seguidos dos grupos de BAG75. Os grupos com BAG85 apresentaram os menores valores PO_4^{3-}.

Tabela 23 - Análise das áreas de liberação de PO_4^{3-} em função do tempo, para as diferentes % de BAG adicionado

	15 min	30 min	1 h	3 h	6 h	24 h
50%	12,922[a]	27,829[a]	60,106[a]	172,36[a]	337,68[a]	1207,3[a]
35%	12,825[a]	27,520[a]	58,847[a]	170,97[a]	336,40[a]	1194,7[a]
25%	12,734[a]	26,581[b]	47,999[b]	157,51[b]	308,39[b]	1106,7[b]

Valores médios seguidos de letras diferentes revelam diferença estatisticamente significante

- Após 15 min de imersão em SFC, não houve diferença na PO_4^{3-} quando comparada a % de BAG adicionada.
- Nos tempos de leitura 30 min, 1 h, 3 h, 6 h e 24 h os grupos que tiveram 50% e 35% de BAG adicionado apresentaram valores semelhantes, e maiores que os grupos com 25%.

6 DISCUSSÃO

A utilização de materiais bio-ativos é um conceito bem estabelecido e bastante investigado na campo da ortopedia (Ramila et al. 2002; Laczka et al. 2000). Porém, no campo odontológico pouco ainda é conhecido nesse aspecto. Os materiais odontológicos atuais devem apresentar excelentes características no que diz respeito a propriedades mecânicas e facilidade de técnica (Xie et al. 2000). Por outro lado, os materiais com capacidades bio-ativas disponíveis atualmente normalmente apresentam baixas propriedades mecânicas além de serem difíceis de manusear (Ana et al. 2003; Alani et al. 2008). Este estudo procurou avaliar a possibilidade de aliar dois materiais, de um lado o CIVMR, com propriedades mecânicas relevantes, e de outro, o BAG, com alta capacidade de liberação de Ca^{+2} e PO_4^{3-}.

Entender a reação de presa do ionômero de vidro é providencial para se discutir os mecanismos químicos para os padrões de liberação de íons observados nesse estudo. A combinação do pó de ionômero de vidro convencional com o líquido faz com que o ácido poliacrílico presente no líquido se ionize e forme íons carboxilato (COO^-) (Kent e Wilson, 1973). Os íons H^+ liberados deslocam os íons Ca^{2+}, Al^{3+} ou Sr^{2+} provenientes do vidro para a fase líquida onde esses se unem aos íons COO^- do ácido poliacrílico. Os íons Ca^{2+}, Al^{3+} e Sr^{2+} podem substituir um ao outro após o término da reação de presa . Nesse experimento foi utilizado Fuji II LC, um CIVMR de reação de presa ácido-base que, porém difere do CIV convencional pela adição de 10% a 20% de monômeros resinosos na fase líquida com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas desse material (Mathis e Ferracane, 1989). A análise por EDS do Fuji II LC monstrou que esse material não contém Ca ou P, porém contem Al e Sr. Uma das razões para a ausência de Ca é possivelmente relacionada ao fato de que a ligação entre o carboxilato e o Al^{3+} é preferida em detrimento da ligação com Ca^{2+}, com o objetivo de melhorar

a resistência do material, uma vez que há uma união mais forte com o Al^{3+} (Rothwell, 1998). Sendo assim, as únicas fontes de Ca^{2+} ou PO_4^{3-} são o SFC e o BAG.

Do ponto de vista químico, existem vários pré-requisitos que devem ser preenchidos para um material ser capaz de induzir a formação de hidroxiapatita (Hench, 2006). É imprescindível que haja uma condição de saturação iônica relativo a hidroxiapatita, significando que as concentrações de Ca^{2+} e PO_4^{3-} devem estar acima do limite de solubilidade da hidroxiapatita (Loof et al. 2008). Por essa razão, nesse estudo optou-se por utilizar a mensuração da quantidade de Ca^{2+} e PO_4^{3-} liberadas em SFC como um mecanismo de análise da capacidade bio-ativa do CIVMR após a adição de diferentes tipos e concentrações de BAG.

Além da formação de hidroxiapatita, a formação de fluorapatita na superfície dental é desejada para que se previna a recorrência de cárie. Os íons flúor promovem a formação de fluorapatita no esmalte quando em presença de Ca^{+2} e PO_4^{3-} liberados durante a desmineralização do esmalte causada pelos ácidos produzidos pela biofilme. Acredita-se que esse seja o principal mecanismo de ação do flúor na prevenção da desmineralização do esmalte. Íons flúor podem também guiar a remineralização de um esmalte previamente desmineralizado se estiver disponível na placa ou saliva íons Ca^{+2} e PO_4^{3-} em quantidade suficiente quando o flúor for aplicado. Entretanto, para cada 2 íons de flúor, são necessários 10 íons Ca^{+2} e 6 PO_4^{3-} para formar uma unidade de fluorapatita ($Ca_{10}(PO_4)_6F_2$). Sendo assim, na aplicação tópica de flúor, a disponibilidade de íons Ca^{+2} e PO_4^{3-} pode ser um fator limitador para a remineralização do esmalte (Reynolds, 2008).

A literatura mostra que a adição de BAG no CIVMR pode comprometer as propriedades mecânicas do material (Yli-Urpo, 2004, Choi, 2008). Nesse sentido, foi analisado a adição de diferente porcentagem de BAG com o objetivo de encontrar um novo material que apresente um equilíbrio entre bioatividade e propriedades mecânicas,

para que esse possa ser utilizado clinicamente respeitando todos os requisitos necessários de um material restaurador.

Nesse estudo, a concentração de íons Ca^{2+} nos grupos contendo BAG foi significativamente maior que o grupo controle, sem BAG após 24 horas de imersão em SFC. Esse fato era esperado, uma vez que o BAG puro libera aproximadamente 75% do conteúdo Ca^{2+} após 30 min de imersão em SFC (Li et al, 1991; Laczka et al. 2000). Foi observado ainda que, após 24 h, os grupos que continham BAG65, ou seja, 31% de CaO na composição do BAG apresentaram maiores valores de liberação de Ca^{2+}. Entretanto, os grupos com BAG75 (21% de CaO) e BAG85 (11% de CaO) foram semelhantes entre si no que se diz respeito a liberação de íons Ca^{2+}. Com relação a porcentagem de BAG adicionado, não foram encontradas diferenças na liberação de Ca^{2+} entre os grupos que tiveram o mesmo tipo e diferentes porcentagens de BAG65 e BAG85 adicionado. Nos grupos em que foi adicionado BAG75, foram encontradas diferenças entre os grupos com 50% e 25% de adição. Uma possível explicação para a inexistência de uma correlação direta entre a quantidade de Ca^{+2} adicionada e a quantidade liberada é o que se pode chamar de fator de superfície. Pela natureza resinosa do material, supõe-se que apenas os íons localizados na superfície da amostra tem a possibilidade de se difundir para o meio externo, enquanto que o restante dos íons permanecem no interior do material resinoso. Assim, existe a possibilidade de que a liberação de íons seja diferente se o BAG for adicionado ao CIV convencional. Outro fator que pode ter influenciado a liberação de íons é a alteração da quantidade de resina adicionada na obtenção das amostras. A maior concentração de cálcio nos grupos experimentais contendo BAG acelera a reação de presa, inviabilizando a confecção de amostras. Para tornar possível a obtenção das amostras, foi necessário aumentar a quantidade de resina, o que pode ter influenciado na liberação iônica.

Para facilitar a compreensão e análise dos dados, optou-se por utilizar a área sobre o gráfico (PPM x tempo) como condição experimental. Dessa forma, foram consideradas dez condições

experimentais para cada íon para a análise estatística. Porém, dessa forma, não seria possível identificar o comportamento iônico nos estágios iniciais de imersão das amostras em SFC. Sendo assim, foi realizado também a análise estatística utilizando a área sob o gráfico para todos os momentos de imersão. A partir de então foi possível observar que, para o íon Ca^{2+}, o padrão de liberação de íons foi semelhante em todos os tempos de mensuração, sendo que os grupos em que se adicionou BAG65 os valores médios de liberação de íons foram significativamente maiores que os grupos em que foi adicionado BAG75 ou BAG85, sendo esses iguais entre si. A única exceção encontrada foi na mensuração após 1 h de imersão em SFC, em que os grupos com BAG75 foram semelhantes aos grupos com BAG65 e significativamente maiores que os grupos com BAG85. Isso mostra que a liberação de íons Ca^{2+} seguiu o mesmo padrão com o decorrer do tempo de imersão das amostras em SFC.

Com relação as variações da liberação de íons entre os grupos experimentais e o grupo controle no decorrer do tempo, pode-se observar uma correlação entre a quantidade de CaO adicionada e a liberação de íons Ca^{2+}. Nos grupos contendo BAG75 e BAG85, a diferença de liberação de íons Ca^{2+} passou a ser permanente após 3 h de imersão, a partir de 35% de BAG adicionado. Já nos grupos contendo BAG65 essa diferença foi observada em períodos anteriores, sendo constante já a partir de 30 min de imersão, para qualquer uma das 3 proporções adicionadas. Esse fato está diretamente relacionado a quantidade de CaO presente no material, uma vez que o BAG65 possui 31%, enquanto que os BAG75 e BAG85 possuem 21% e 11% de CaO, respectivamente.

A concentração de íons PO_4^{3-} nos grupos contendo BAG foi significantemente maior que o grupo controle, sem BAG, comportamento semelhante ao observado para o íon Ca^{2+}. Esse comportamento era esperado, uma vez que o CIVMR não possui fosfato em sua composição. Em relação as condições experimentais, contendo BAG, foi observado que os grupos contendo BAG65 apresentaram maiores valores de

liberação de PO_4^{3-}, seguidos pelos grupos contendo BAG75. Os grupos contendo BAG85 apresentaram os menores valores de liberação desse íon. Esses resultados não eram esperado, uma vez que os três tipos de BAG possuem a mesma concentração de P_2O_5. Com relação a concentração de BAG adicionada, os grupos contendo 50% e 35% apresentaram valores de liberação de PO_4^{3-} semelhantes entre si e maiores que os grupos contendo 25% de adição.

Assim como realizado para o íon Ca^{2+}, foi realizada a comparação a análise estatística utilizando a área sob o gráfico para os diferentes intervalos de liberação de PO_4^{3-}. No geral, a movimentação desse também seguiu um padrão nos diferentes períodos de mensuração. Em todos os tempos de observação, as amostras que continham BAG65 sempre apresentaram resultados superiores àquelas que continham BAG85. A liberação de PO_4^{3-} dos grupos que continham BAG75 variou com o passar do tempo, estando em alguns momentos semelhante ao BAG65 e em outros, numa posição intermediária entre os grupos de BAG65 e BAG85.

Fazendo a mesma comparação entre o grupo controle e as condições experimentais para o PO_4^{3-} no decorrer do tempo, podemos observar que em todas as situações, a concentração dele foi significativamente maior que o grupo controle.

O comportamento dos materiais experimentais observados neste estudo estão em concordância com aqueles apresentados por Yli-Urpo et al. (2004), no qual foi observado que a adição de 30% de BAG no CIVMR aumentou a liberação de íons Ca após 336h de imersão em SFC.

Apesar desse estudo não ter se proposto a estudar o tempo de presa, observou-se que a utilização de grandes proporções de BAG com alta quantidades de CaO na composição acelerou a reação de presa do material. Do ponto de vista clínico, esse fator pode inviabilizar a utilização desse material uma vez que o operador pode não ter tempo adequado para uma correta mistura e aplicação do material. A quantidade excessiva de íons Ca^{2+} pode ser prejudicial do ponto de vista clínico tanto

por acelerar a reação de presa bem como por gerar um material com propriedades mecânicas deficientes devido a formação de *crosslinks* inapropriados.

Dessa forma, pode-se considerar que um material ideal clinicamente seja aquele que possua uma atividade bio-ativa satisfatória, sem que haja comprometimento das propriedades mecânicas e físicas. A partir dos resultados obtidos nesse estudo, podemos considerar que a utilização do BAG75 nas proporções de 50% ou 35% apresentam valores satisfatórios de liberação de Ca^{2+}. Sendo assim, com relação a liberação de íons o BAG75 deve ser o material de escolha para os estudos subseqüentes, com o intuito do desenvolvimento de um material restaurador com propriedades bio-ativas.

Estudos subseqüentes devem considerar, além da liberação iônica, as propriedades mecânicas e biológicas dos materiais restauradores odontológicos contendo BAG, com o objetivo de prevenir recorrência de cárie.

7 CONCLUSÃO

Concluiu-se que :

- a adição de BAG com maior concentração de CaO em sua composição levou a uma maior liberação de íons Ca^{2+} após 24 h de imersão em SFC;
- a adição de maiores proporções de BAG (50% e 35%) resultaram na maior liberação de PO_4^{3-}, após 24 h de imersão em SFC.

8 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS[1]

Alani A, Knowles J, Ng YL, Gulabivala K. Ion release characteristics, precipitate formation and sealing ability of a potential new root canal filling material. Int End J. 2008;41: 814-8.

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 Aug;24(18):3061-7.

Balamurugan A, Balossier G, Laurent-Maquin D, Pina S, Rebelo AH, Faure J, Ferreira JM. An in vitro biological and anti-bacterial study on a sol-gel derived silver-incorporated bioglass system. Dent Mater. 2008 Oct;24(10):1343-51.

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

Coelho MB, Pereira MM. Sol–Gel Synthesis of Bioactive Glass Scaffolds for Tissue Engineering: Effect of Surfactant Type and Concentration. J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater 2005: 451-6.

Crisp S, Wilson AD. Reactions in glass ionomer cements: I. Decomposition of the powder. J Dent Res. 1974 Nov-Dec;53(6):1408-13.

Crowe J, Davis HB, Mitchell. Ion Release from a Novel Bioactive Orthodontic Bonding Agent. [abstract 121]. IADR 2008, Toronto.

Forsten L. Fluoride release and uptake by glass-ionomers and related materials and its clinical effect. Biomaterials. 1998;19:503-8.

Forsback AP, Areva S, Salonen JI. Mineralization of dentin induced by treatment with bioactive glass S53P4 in vitro. Acta Odontol Scand. 2004 Feb;62(1):14-20.

Hench LL. Bioceramics. J Am Ceram Soc. 1998;81(7):1705–28

[1] Baseado em:

International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscript Submitted to Biomedical Journals: Sample References [homepage na Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago.] Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Hench LL, Polak JM. Third generation biomaterials. Science 2002;295(5557):1014

Hench LL, Splinter RJ, Greenlee TK, Allen WC. Bonding mechanisms at the interface of ceramic prosthetic materials. J Biomed Mater Res 1971;2:117-41.

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

Klein M, Goetz H, Pazen S, Al-Nawas B, Wagner W, Duschner H.Pore characteristics of bone substitute materials assessed by microcomputed tomography. Clin Oral Implants Res. 2009 Jan;20(1):67-74.

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

Kokubo T, Takadama H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? Biomaterials. 2006 May;27(15):2907-15.

Koleganova VA, Bernier SM, Dixon SJ, Rizkalla ASJ. Bioactive glass/polymer composite materials with mechanical properties matching those of cortical bone. J Biomed. 2006;77(3): 572-9.

Laczka M, Cholewa-Kowalska K, Laczka-Osyczka A, Tworzydlo M, Turyna B. Gel-derived materials of a CaO-P(2)O(5)-SiO(2) system modified by boron, sodium, magnesium, aluminum, and fluorine compounds. J Biomed Mater Res. 2000 Dec 15;52(4):601-12.

Li R, Clark AE, Hench LL. An investigation of bioactive glass powders by sol-gel processing. J Appl Biomater. 1991 Winter;2(4):231-9.

Lööf J, Svahn F, Jarmar T, Engqvist H, Pameijer CH. A comparative study of the bioactivity of three materials for dental applications. Dent Mater. 2008 May;24(5):653-9.

Mathis RS, Ferracane JL. Properties of a glass-ionomer/resin-composite hybrid material. Dent Mater. 1989 Sep;5(5):355-8.

McLean JW, Wilson AD. The clinical development of the glass-ionomer cement. II. Some clinical applications. Aust Dent J. 1977 Apr; 22(2):120-7.

Mitchell JC. A Bioactive Glass Material for the delivery of Bone Morphogenetic Proteins: synthesis by the solution sol-gel method, physical and chemical analyses, and In vitro testing. [dissertation]. Columbus: The Ohio State University, 2003.

Närhi M, Närhi T. Compound changes and tooth mineralization effects

of glass ionomer cements containing bioactive glass (S53P4), an in vivo study. Biomaterials. 2005 Oct;26(30):5934-41.

Nicholson JW, Brookman PJ, Lacy OM, Wilson AD. Fourier transform infrared spectroscopic study of the role of tartaric acid in glass-ionomer dental cements. J Dent Res. 1988 Dec;67(12):1451-4.

Paolinelis G, Banerjee A, Watson TF An in vitro investigation of the effect and retention of bioactive glass air-abrasive on sound and carious dentine J Dent. 2008 Mar;36(3):214-8.

Pearson GJ, Bowen G, Jacobsen P, Atkinson AS. The flexural strength of repaired glass-ionomer cements. Dent Mater. 1989 Jan;5(1):10-2.

Ramila A, Balas F, Vallet-Regi M. Synthesis Routes for Bioactive Sol-Gel Glasses: Alkoxides versus Nitrates. Chem Mater. 2002; 4:542-8.

Reynolds EC. Calcium phosphate-based remineralization systems: scientific evidence? Aust Dent J. 2008 Sep;53(3):268-73.

Rothwell M, Anstice HM, Pearson GJ. The uptake and release of fluoride by ion-leaching cements after exposure to toothpaste. J Dent. 1998 Sep;26(7):591-7.

Schumacher GE, Antonucci JM,O`Donnell JNR, Skrtic D. The use of amorphous calcium phosphate composites as bioactive basing materials: Their effect on the strength of the composite/adhesive/ dentin bond. *J Am Dent Assoc*. 2007 Nov; 138(11):1476-84.

Sidhu SK, Watson TF. Resin-modified glass-ionomer materials. Part 2: clinical aspects. Dent Update. 1996 Jan-Feb;23(1):12-6.

Van Noort R. Introduction to Dental Materials. Philadelphia: Elsevier; 2007.

Wilson AD, Kent BE. A new translucent cement for dentistry. The glass ionomer cement. Br Dent J. 1972 Feb 15;132(4):133-5.

Wilson J, Low S, Fetner A, Hench LL. Biomaterials and Clinical Applications", In: Pizzoferrato A, Marchetti PG, Ravaglioli A, Lee AJC. Amsterdam: Elsevier; 1987. p.223-56.

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

Yli-Urpo H, Närhi T, Söderling E. Antimicrobial effects of glass ionomer cements containing bioactive glass (S53P4) on oral micro-organisms in vitro. Acta Odontol Scand. 2003 Aug;61(4):241-6.

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

Yli-Urpo H, Lassila LVJ, Narhi T, Vallittu PK. Compressive strength and surface characterization of glass ionomer cements modified by particles of bioactive glass. Dent Mater 2005;21:201-9.

APÊNDICE

Tabela 24 – Valores de concentração de íons Ca^{+2}

			Ca^{+2} (ppm) após:						
BAG	%	Amostra	0h	0,25h	0,5h	1h	3h	6h	24h
65	25	1	48,46	42,00	31,27	37,59	37,45	34,05	33,02
65	25	2	48,46	44,10	35,36	38,26	33,46	37,43	31,25
65	25	3	48,46	41,59	30,97	40,72	38,89	36,73	33,93
65	25	4	48,46	38,87	37,89	33,68	32,78	31,02	38,68
65	25	5	48,46	45,68	30,95	31,67	39,93	40,89	31,03
65	35	1	48,46	47,68	46,99	44,90	45,62	36,38	36,51
65	35	2	48,46	53,08	36,73	41,08	42,32	37,79	32,12
65	35	3	48,46	54,66	32,47	37,92	42,72	40,38	36,18

65	35	4	48,46	46,28	35,48	36,49	40,69	33,78	38,79
65	35	5	48,46	55,29	40,32	45,84	47,64	41,62	31,67
65	50	1	48,46	38,21	41,55	32,58	33,77	34,58	34,25
65	50	2	48,46	37,52	38,88	34,99	37,81	31,57	36,18
65	50	3	48,46	37,36	41,94	44,90	36,76	37,08	36,84
65	50	4	48,46	33,28	37,02	42,44	38,83	39,89	32,29
65	50	5	48,46	39,33	42,84	36,82	39,42	38,64	31,97
75	25	1	48,46	40,74	32,17	28,50	27,21	25,38	23,55
75	25	2	48,46	38,56	29,26	30,06	28,79	22,34	25,56
75	25	3	48,46	40,00	30,10	24,70	29,61	25,61	21,89
75	25	4	48,46	43,22	27,28	23,32	22,37	21,31	21,47
75	25	5	48,46	36,03	33,79	32,19	33,91	27,66	25,37
75	35	1	48,46	40,37	36,73	28,50	29,61	23,59	25,10
75	35	2	48,46	41,49	35,03	26,30	27,73	22,34	24,42
75	35	3	48,46	44,64	31,56	31,43	30,17	23,17	27,75
75	35	4	48,46	45,13	29,05	34,67	33,64	27,18	22,27
75	35	5	48,46	40,02	38,82	23,03	25,01	20,16	29,32
75	50	1	48,46	40,74	31,96	31,16	28,53	29,35	23,98
75	50	2	48,46	37,87	37,43	27,99	29,89	30,44	30,69
75	50	3	48,46	32,42	38,15	31,72	32,84	28,82	31,25
75	50	4	48,46	33,32	31,07	26,08	25,67	25,64	27,36
75	50	5	48,46	40,76	39,04	33,99	35,08	33,29	31,68
85	25	1	48,46	32,72	28,71	28,24	28,79	24,92	22,87
85	25	2	48,46	32,12	28,71	29,27	26,11	23,81	23,75
85	25	3	48,46	34,56	30,74	30,33	30,10	24,47	21,81
85	25	4	48,46	38,27	26,32	22,67	22,09	19,37	27,38

			Ca^{+2} (ppm) após:						
BAG	%	Amostra	0h	0,25h	0,5h	1h	3h	6h	24h
85	25	5	48,46	30,01	33,97	33,84	35,19	29,63	18,49
85	35	1	48,46	43,03	39,23	32,00	33,48	26,80	21,81
85	35	2	48,46	46,72	38,85	31,43	30,10	29,62	27,64
85	35	3	48,46	42,76	41,19	30,06	32,31	29,09	23,75
85	35	4	48,46	40,29	35,64	26,72	27,09	21,13	20,48
85	35	5	48,46	47,83	43,22	35,63	36,62	36,02	29,33
85	50	1	48,46	33,32	28,71	31,72	29,30	24,25	23,98
85	50	2	48,46	35,85	30,44	35,30	27,54	27,79	26,61
85	50	3	48,46	36,51	30,74	32,00	29,83	28,56	26,11
85	50	4	48,46	30,77	25,68	28,67	22,94	23,38	22,32
85	50	5	48,46	38,65	33,39	36,92	34,42	29,72	28,64

Tabela 25 - Valores de área sob a curva da liberação de íons Ca^{2+} após 24h de imersão das amostras em SFC

BAG	Concentração	Área (ppm x tempo)
_____	0%	352.8
_____	0%	331.8
_____	0%	340.8
_____	0%	351.2
_____	0%	325.8
BAG65	25%	823.6
BAG65	25%	836.1
BAG65	25%	867.2
BAG65	25%	827.9
BAG65	25%	877.1
BAG65	35%	916.4
BAG65	35%	876.1
BAG65	35%	935.7
BAG65	35%	882.1
BAG65	35%	933.4
BAG65	50%	827.7
BAG65	50%	825.4
BAG65	50%	900.1
BAG65	50%	887.8
BAG65	50%	870.0
BAG75	25%	610.4
BAG75	25%	600.8
BAG75	25%	598.2
BAG75	25%	529.2
BAG75	25%	671.5
BAG75	35%	613.2
BAG75	35%	586.1
BAG75	35%	636.8
BAG75	35%	641.5
BAG75	35%	597.5
BAG75	50%	662.5
BAG75	50%	735.1
BAG75	50%	734.1
BAG75	50%	638.3
BAG75	50%	795.7
BAG85	25%	599.8
BAG85	25%	590.5
BAG85	25%	592.6
BAG85	25%	558.9
BAG85	25%	634.1

BAG	Concentração	Área (ppm x tempo)
BAG85	35%	632.9
BAG85	35%	706.6

BAG85	35%	669.7
BAG85	35%	536.8
BAG85	35%	812.5
BAG85	50%	608.5
BAG85	50%	670.7
BAG85	50%	676.2
BAG85	50%	562.9
BAG85	50%	730.3

Tabela 26 - Valores de concentração de PO_4^{3-}

			PO_4^{3-} (ppm) após:						
BAG	%	Amostra	0h	0,25h	0,5h	1h	3h	6h	24h
65	25	1	47,5	60,28	60,09	59,11	55,86	54,27	44,55
65	25	2	47,5	60,44	59,53	58,05	56,68	55,17	44,32
65	25	3	47,5	60,05	60,25	58,96	56,90	54,57	44,77
65	25	4	47,5	65,09	57,02	64,29	53,59	50,32	41,77
65	25	5	47,5	56,04	63,27	54,13	58,98	57,99	47,19
65	35	1	47,5	62,42	62,40	62,40	58,76	57,75	45,30
65	35	2	47,5	62,12	63,36	63,69	60,10	56,77	45,45
65	35	3	47,5	62,35	62,80	62,78	60,10	56,61	45,91
65	35	4	47,5	61,03	65,94	68,82	56,43	51,32	41,87
65	35	5	47,5	64,82	60,07	59,74	63,79	62,95	48,93
65	50	1	47,5	61,659	62,400	63,393	60,253	57,779	47,045
65	50	2	47,5	61,954	63,278	63,018	60,997	58,076	47,652
65	50	3	47,5	62,959	63,118	64,305	60,848	59,114	46,894
65	50	4	47,5	58,210	57,590	59,210	65,980	53,020	40,320
65	50	5	47,5	63,590	65,580	67,950	59,030	51,250	45,340
75	25	1	47,5	56,94	55,78	55,89	54,38	52,28	33,94
75	25	2	47,5	57,23	56,58	56,64	55,19	51,69	33,48
75	25	3	47,5	56,72	55,86	55,29	54,38	52,73	33,64
75	25	4	47,5	51,67	59,98	50,33	60,33	56,74	37,44
75	25	5	47,5	59,61	50,83	59,67	49,01	49,33	29,73
75	35	1	47,5	60,70	62,32	61,89	60,85	58,82	34,92
75	35	2	47,5	60,26	61,60	61,74	61,29	58,60	34,47
75	35	3	47,5	60,48	63,12	62,57	60,70	59,49	34,55
75	35	4	47,5	54,23	67,34	58,79	55,63	52,55	30,27
75	35	5	47,5	63,82	60,02	64,78	64,35	64,68	38,49
75	50	1	47,5	63,65	65,02	64,82	60,87	60,68	35,40
75	50	2	47,5	63,80	64,55	64,74	61,22	59,86	34,77
75	50	3	47,5	63,50	65,11	65,42	61,00	60,97	35,91
75	50	4	47,5	60,84	61,89	60,23	57,32	51,62	38,94
75	50	5	47,5	66,87	62,63	62,48	51,49	54,36	42,37

			PO_4^{3-} (ppm) após:						
BAG	%	Amostra	0h	0,25h	0,5h	1h	3h	6h	24h
85	25	1	47,5	48,75	47,59	43,05	42,47	40,17	40,10
85	25	2	47,5	48,83	47,90	44,25	42,70	40,91	40,55

85	25	3	47,5	48,53	48,66	43,65	43,69	40,91	39,42
85	25	4	47,5	44,77	44,22	42,28	41,32	39,26	36,74
85	25	5	47,5	51,62	51,67	45,43	44,67	42,46	43,89
85	35	1	47,5	50,15	46,67	49,80	47,74	46,71	43,73
85	35	2	47,5	50,97	46,52	49,13	48,12	46,19	44,27
85	35	3	47,5	48,53	47,74	50,11	48,35	46,86	42,98
85	35	4	47,5	46,78	44,08	46,59	51,29	42,37	40,18
85	35	5	47,5	51,97	49,78	51,32	45,45	49,79	47,78
85	50	1	47,5	50,15	47,52	51,16	49,42	48,94	45,33
85	50	2	47,5	49,34	47,67	50,71	48,89	48,05	45,78
85	50	3	47,5	50,74	46,83	51,23	49,57	48,86	44,49
85	50	4	47,5	45,59	43,99	46,69	45,78	53,37	40,23
85	50	5	47,5	54,32	50,63	50,03	51,64	42,89	49,95

Tabela 27- Valores de área sob a curva da liberação de íons PO_4^{3-} após 24h de imersão das amostras em SFC

BAG	Concentração	Área (ppm x tempo)
_____	0%	775.4
_____	0%	779.1
_____	0%	770.1
_____	0%	734.3
_____	0%	803.6
BAG65	25%	1228
BAG65	25%	1236
BAG65	25%	1235
BAG65	25%	1162
BAG65	25%	1292
BAG65	35%	1284
BAG65	35%	1280
BAG65	35%	1281
BAG65	35%	1189
BAG65	35%	1380
BAG65	50%	1305
BAG65	50%	1315
BAG65	50%	1321
BAG65	50%	1201
BAG65	50%	1225
BAG75	25%	1101
BAG75	25%	1094
BAG75	25%	1103
BAG75	25%	1188
BAG75	25%	1023
BAG75	35%	1206
BAG75	35%	1200
BAG75	35%	1210
BAG75	35%	1082
BAG75	35%	1312
BAG75	50%	1235
BAG75	50%	1222
BAG75	50%	1244
BAG75	50%	1155
BAG75	50%	1205
BAG85	25%	978.6
BAG85	25%	992.7
BAG85	25%	984.4
BAG85	25%	932.8
BAG85	25%	1048.0

BAG	Concentração	Área (ppm x tempo)
BAG85	35%	1102
BAG85	35%	1101
BAG85	35%	1098

BAG85	35%	1027
BAG85	35%	1168
BAG85	50%	1146
BAG85	50%	1138
BAG85	50%	1138
BAG85	50%	1129
BAG85	50%	1130

Camargo, FP. Íon release of BAG modified- resin modified- glass ionomer cement [doctorate thesis]. São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP – São Paulo State University; 2009.

ABSTRACT

Bioactive restorative materials may stimulate the repair of tooth structure though the release of remineralization-aiding components including calcium and phosphate. The objective of this study was to measure the ion release from resin-modified bioactive glass ionomer cement (RMBGIC) containing various formulations of bioactive glass (BAG). Three types of BAG: BAG65 (65 mol% SiO_2, 31 mol% CaO, 4 mol% P_2O_5), BAG75 (75 mol% SiO_2, 21 mol% CaO, 4 mol% P_2O_5), BAG85 (85 mol% SiO_2, 11 mol% CaO, 4 mol% P_2O_5) were prepared using sol-gel method, grounded, micronized, and mixed with GIC powder (Fuji II LC, GC) in the following proportions: 1:1, 1:2, 1:3. The mixed-ionomer powders were combined with standard RMGIC liquid (Fuji II LC, GC) and light cured (40 s; Ultra Lume LED, 1100 mW/cm^2) in cylindrical disk molds (5 mm x 2 mm). The cured RMBGIC specimens were grounded and sieved to 100 µm and immersed (20 mg; n=5) in 3 ml of simulated body fluid (SBF), at 37°C for 1/4, 1/2, 1, 3, 6 and 24 hours with continuous agitation. Following centrifugation and decanting, the [Ca^{+2}] and [$H_xPO_4^{3-x}$] in the SBF were measured using ion specific electrode and visible spectroscopy, respectively. The amount of ion release were statistically analyzed using ANOVA/Tukey (α= 0.05). The [PO_4^{3-}] in SBF immediately increased for all RMBGICs. The ion release slowly decreased after 1 h, yet remained higher than the original SBF over the 24 h period. The [PO_4^{3-}] in SBF for the control GIC continuously decreased. Overall, BAG65 > BAG75= BAG85 > GIC for [PO_4^{3-}]. The [Ca^{2+}] release increase initially for all RMBGICs, remaining with higher values than thecontrol GIC. Resin modified glass ionomer cement containing bioactive glass releases more Ca^{2+} and P into SBF than the GIC alone. The use of bioactive cements in dentistry may help to enhance dentin remineralization by providing a reservoir of ions for use in hydroxyapatite formation.

Keywords: Glass Ionomer Cement. Ions. Biocompatible Materials. Materials Tests.

Livros Grátis

(http://www.livrosgratis.com.br)

Milhares de Livros para Download:

Baixar livros de Administração
Baixar livros de Agronomia
Baixar livros de Arquitetura
Baixar livros de Artes
Baixar livros de Astronomia
Baixar livros de Biologia Geral
Baixar livros de Ciência da Computação
Baixar livros de Ciência da Informação
Baixar livros de Ciência Política
Baixar livros de Ciências da Saúde
Baixar livros de Comunicação
Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE
Baixar livros de Defesa civil
Baixar livros de Direito
Baixar livros de Direitos humanos
Baixar livros de Economia
Baixar livros de Economia Doméstica
Baixar livros de Educação
Baixar livros de Educação - Trânsito
Baixar livros de Educação Física
Baixar livros de Engenharia Aeroespacial
Baixar livros de Farmácia
Baixar livros de Filosofia
Baixar livros de Física
Baixar livros de Geociências
Baixar livros de Geografia
Baixar livros de História
Baixar livros de Línguas

Baixar livros de Literatura
Baixar livros de Literatura de Cordel
Baixar livros de Literatura Infantil
Baixar livros de Matemática
Baixar livros de Medicina
Baixar livros de Medicina Veterinária
Baixar livros de Meio Ambiente
Baixar livros de Meteorologia
Baixar Monografias e TCC
Baixar livros Multidisciplinar
Baixar livros de Música
Baixar livros de Psicologia
Baixar livros de Química
Baixar livros de Saúde Coletiva
Baixar livros de Serviço Social
Baixar livros de Sociologia
Baixar livros de Teologia
Baixar livros de Trabalho
Baixar livros de Turismo