



Universidade Estadual de Maringá
Departamento de Odontologia
Programa de Pós-graduação em Odontologia Integrada

ISABELA HRECEK FREITAG

**Ação do flúor na composição de biovidros de borato como agente
remineralizador na resistência adesiva entre um adesivo de 3 passos e a
dentina**

MARINGÁ

2019



Universidade Estadual de Maringá
Departamento de Odontologia
Programa de Pós-graduação em Odontologia Integrada

ISABELA HRECEK FREITAG

**Ação do flúor na composição de biovidros de borato como agente
remineralizador na resistência adesiva entre um adesivo de 3 passos e a
dentina**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Integrada da Universidade Estadual de Maringá, como requisito à obtenção do título de Mestre em Odontologia Integrada.

Área de concentração: Clínica Integrada.

Orientadora: Prof^a Dr^a Francielle Sato

**Co-Orientadora: Prof^a. Dr^a Renata Corrêa
Pascotto**

MARINGÁ

2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
(Biblioteca Central - UEM, Maringá, PR, Brasil)

F866a Freitag, Isabela Hrecek
Ação do flúor na composição de biovidros de borato como agente remineralizador na resistência adesiva entre um adesivo de 3 passos e a dentina / Isabela Hrecek Freitag. -- Maringá, 2019.
33 f. : il. color., figs., tabs.

Orientadora: Profa. Dra. Francielle Sato.
Coorientadora: Profa. Dra. Renata Corrêa Pascotto.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Odontologia, Programa de Pós-Graduação em odontologia Integrada, 2019.

1. Dentina. 2. Remineralização dentinária. 3. Flúor. 4. Biovidro de borato. 5. Dentina - Resistência adesiva. I. Sato, Franciele, orient. II. Pascotto, Renata Corrêa, coorient. III. Universidade Estadual de Maringá. Departamento de Odontologia. Programa de Pós-Graduação em odontologia Integrada. IV. Título.

CDD 21.ed. 617.6

Nome: Isabela Hrecek Freitag

Título: Ação do flúor na composição de biovidros de borato como agente remineralizador na resistência adesiva entre um adesivo de 3 passos e a dentina

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Estadual de Maringá para obtenção do título de Mestre.

Aprovado em: 28/02/2019

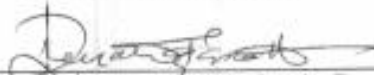
Isabela Hrecek Freitag

*Ação do flúor na composição de biovidros de borato como agente
remineralizador na resistência adesiva entre um adesivo
de 3 passos e a dentina*

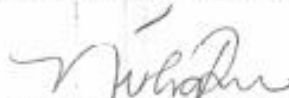
Este trabalho de conclusão de
Mestrado foi julgado e aprovado
para obtenção do título de Mestre
em Odontologia Integrada através da
Universidade Estadual de Maringá

Dissertação aprovada em: 28/02/2019.

DANCA EXAMINADORA



Presidente - Profa. Dra. Renata Corrêa Pascotto
Universidade Estadual de Maringá (UEM)



Membro Avaliador - Profa. Dra. Núbia Inocencya Pavesi Pini
Centro Universitário Ingá (Uningá)



Membro Avaliador - Prof. Dr. Marcos Sérgio Endo
Universidade Estadual de Maringá (UEM)

AGRADECIMENTOS

Gratidão!!! Gratidão denomina-se pelo entendimento de ser grato a algo que a vida nos dá. Hoje sou completamente grata pela conquista do meu título de Mestre e quero agradecer a todos vocês que fizeram parte da minha caminhada vitoriosa.

Agradeço inicialmente e principalmente a **Deus!!** Por realizar meu sonho de concluir minha Pós-Graduação na Universidade estadual de Maringá. Por todas as suas bênçãos sobre mim e minha família. Obrigada Senhor por me transmitir força, capacidade, foco e em especial aumentar a minha fé em acreditar nos seus propósitos.

Sou eternamente grata a minha **família e familiares**, por todo incentivo e orações diárias que me dedicaram. Em especial aos meus pais e irmão. Obrigada **mams Salete**, por ser minha maior incentivadora, por sempre acreditar em minha capacidade e me achar a melhor de todas, isso só me fortaleceu e me fez tentar a fazer sempre o melhor de mim. Obrigada por toda parceria e esforço para que eu chegasse até esta etapa de minha vida. Obrigada **paps Alvaro**, por toda batalha em me oferecer a melhor educação possível, você é a minha segurança e a certeza de que nunca vou estar sozinha nessa caminhada. Agradeço ao meu amado **irmão Alvrinho**, você é meu presente de Deus, minha dupla de vida. Obrigada por super acreditar no meu potencial e sempre ter as melhores palavras de incentivo. A vocês que, muitas vezes, renunciaram aos seus sonhos para que eu pudesse realizar o meu, compartilho a alegria deste momento. Amo muito vocês!!

Gratidão ao meu incrível **namorado Caio**, por ser meu maior parceiro de vida. Obrigada por todo apoio, amor e força dedicado a mim. Você é um dos maiores responsáveis pela vitória desta etapa. Te amo muito!! Agradeço também á minha **sogra Marcia** e meu **sogro Rui**, por sempre me apoiarem e acreditarem no meu sucesso, desde o início e até hoje.

Agradeço imensamente a **todos os professores** que compartilharam seus conhecimentos comigo. Destacando meus mestres, agradeço minha **orientadora Prof^a Dr^a Francielle Sato**, por sempre estar presente e aberta a me ensinar, por me receber em todas as reuniões com um sorriso no rosto e tentar dar o seu melhor á mim. Obrigada por cada incentivo, conversa, apoio e dedicação ao meu trabalho. Sou muito grata a minha **co-orientadora Prof^a. Dr^a Renata Pascotto**, que nos 45 segundos do segundo tempo, me acolheu com o maior carinho do

mundo e se dedicou integralmente a conclusão do meu projeto. Muito obrigada Renata e saiba que tenho orgulho enorme de saber que meu percurso como mestranda teve a influência de umas das minhas maiores inspirações na Odontologia. E também devo destacar meu exemplo de pessoa e profissional **Prof^a. Dr^a Adriana Ubaldini**, obrigada por sempre estar presente na minha vida, de em qualquer lugar do mundo nunca me desamparar. Obrigada por cada conselho, incentivo, ajuda e palavras de amor. Você com certeza, faz parte dessa vitória. Um dia a Fran falou que eu era sua filha acadêmica, concordei com ela instantaneamente, primeiro porque ganhei uma irmãzinha linda e amada como a Catarina, segundo que da mesma forma que me inspiro na minha mãe todos os dias, me inspiro em você cada dia mais na área acadêmica, profissional e pessoal. Obrigada por tudo!! Agradeço também ao **Prof^o. Dr^o Mauro Baesso**, por já estar me recebendo com tanto carinho e disposição para meu Doutorado.

Aos professores **Marcos Endo, Nubia Pini, Gustavo Sanguino e Jurandir Rohling**, sou grata pela presença ilustre em minhas bancas de qualificação e defesa, contribuindo com vossos conhecimentos e melhorando cada vez mais minha pesquisa.

Ao professor **Marcelo Giannini**, ao **mestrando Nataliano Neto** e a **FOP**, agradeço por abrirem as portas da casa de vocês e me receberem tão bem para que eu pudesse finalizar meu trabalho.

Sou grata não só aos professores, mas também à **Universidade, ao PGO, a direção, ao pessoal da limpeza, segurança e demais colaboradores da instituição**.

Não posso deixar de agradecer, todos os meus **colegas da física**, do **GEOPT** e **GEFF**, em especial a **Raquel Palácios** e **Eduardo Volnistem** por dedicarem horas, dias, madrugadas e finais de semana em me ajudar a realizar todos os testes para que este dia chegasse.

Agradeço a **CAPES** pelo auxílio e suporte financeiro para a concretização do meu estudo.

E por fim, mas jamais menos importante, faço um ENORME agradecimento aos meus **colegas de Mestrado**. Colegas não, amigos!! Obrigada queridos amigos, **Tereza Giffoni, Rossano Dala Rosa, Leticia Walewski, Monique Cimão, Mariucha Nemer, Yuri Coelho, Marcelo Capitano, Leticia Yuki e Isabela Rocha!!** Vocês foram fundamentais nesses dois anos de pós-graduação. Agradeço todos os dias a Deus por ter me colocado em uma turma tão maravilhosa, que me receberam com tanto amor, me ajudaram em todos os momentos, se

preocuparam com as minhas dificuldades e principalmente sempre torceram por mim!!
Aprendi muito com vocês e quero levar todos para sempre!!! Obrigada de coração pela
parceria de cada um!!

Sendo assim, dedico este trabalho a todos que fizeram parte desta etapa da minha vida. Muito
obrigada!!!

Freitag, I.H. Ação do flúor na composição de biovidros de borato como agente remineralizador na resistência adesiva entre um adesivo de 3 passos e a dentina.[Dissertação de Mestrado]. Maringá: Universidade Estadual de Maringá; 2019.

CONTEXTUALIZAÇÃO

A evolução de materiais bioativos se destaca progressivamente ao longo do tempo, principalmente os quais promovem a remineralização dentinária (WANG et al., 2011). A descoberta do Biovidro é de extrema importância para essa evolução (FERNANDO et al., 2017), é um biomaterial com capacidade de regeneração óssea e remineralização da dentina, devido a sua formação de Hidroxiapatita quando em contato com fluidos (WANG et al., 2011). Essa característica amplificou nas últimas quatro décadas o interesse sobre os biovidros tanto na área de aplicação médica quanto odontológica, aumentando assim, o número de estudos e publicações sobre este assunto (FIUME et al., 2018; HENCH, 2013; KAUR et al., 2013; OUDADESSE et al., 2013; BRINK et al., 1997).

O primeiro biovidro foi descoberto por Larry L. Hench em 1969 e comercialmente chamado de Bioglass® (FIUME et al., 2018). O bioglass 45S5, é predominantemente formado por Sílica(SiO_2), sua unidade básica é o tetraedro de SiO_4 capaz de compartilhar até 4 átomos de oxigênio com outras unidades tetraédricas ou outros elementos (LIZZI et al., 2017) Este material já é amplamente utilizado na prática clínica que lida com regeneração tecidual, no entanto, sua taxa, composição e quantidade do biovidro de sílica são dependentes para torná-lo um agente remineralizador (HENCH, 2013). A partir da descoberta de Hench, a variabilidade de biovidros, também chamados de vidros bioativos, vem aumentando, incluindo-se como importante o biovidro de Borato. Brink em 1990 propôs os primeiros biovidros de Borato, caracterizados por reduzir o coeficiente de expansão térmica (RODRIGUEZ et al., 2016), ser muito reativo e ter menor durabilidade química, portanto convertem mais completamente e rapidamente em HA quando comparado ao de sílica (KAUR et al., 2013; GOETSCHIUS, 2014). Os vidros de borato possuem uma rede B_2O_3 que pode ocorrer tanto na coordenação triangular quanto tetraédrica, mas principalmente na forma triangular. Por apresentar um alto potencial na regeneração óssea, possui sua completa conversão em apatita através de uma série de reações de dissolução-precipitação semelhantes às do biovidro 45S5 (LIZZI et al., 2013).

O flúor é conhecido por ter potencial anticariogênico, bem como, possuir a capacidade de aumentar a resistência da dentina aos ácidos presentes na cavidade bucal e prevenindo assim a desmineralização (COSTA et al., 2014). A presença de flúor no meio durante a troca de íons entre tecidos dentários e fluidos, faz com que o íon hidroxila da hidroxiapatita possa ser substituído pelo íon flúor, formando a fluorapatita. Por ser mais resistente à dissolução de ácido, a fluorapatita torna os tecidos dentais mais resistentes a desmineralização (JARDIM e MALTZ, 2005). A reação química entre NaF com a superfície dentinária ocorre pela união dos íons cálcio, seguindo para formação de cristais de fluoreto de cálcio, caracterizados pela redução da permeabilidade e do diâmetro dos túbulos dentinários (MARTINS, 2014). Esta obliteração é a causadora da rápida precipitação mineral no interior dos túbulos dentinários. Entretanto, a obstrução dos túbulo pode não gerar resultados favoráveis, observando a infiltração dos monômeros resinoso, responsáveis pela resistência da união resina/dentina, na superfície dentinária, a deposição desorganizada de minerais e a obstrução dos túbulos dentinários, pode não ser favorável (PRABHAKAR et al., 2013).

O processo de adesividade entre resina e substrato é umas das grandes dificuldades na odontologia contemporânea (DE MUNCK et al., 2012). Este desafio pode ser atribuído à composição orgânica e úmida da dentina (MARTINS, 2014). A dentina é caracterizada por ser um tecido natural, heterogêneo e úmido, constituído por uma matriz orgânica (20%), cristais de apatita (70%), e água (10%) (PERDIGÃO, et al., 2013). O processo de remineralização pode ser um potencial favorável para os procedimentos adesivo e restauradores, ressaltando que através da remineralização ocorre a reestruturação da fibras colágenas, conseqüentemente melhora da força de união, entre dentina e resina (CILLI et al., 2005, LIU, et al., 2011). Os sistemas adesivos convencionais de 3 passos são considerados os adesivos padrão ouro, devido sua alta resistência adesiva (50 MPa) e de sua ótima estabilidade de união em função do tempo (VAN MEERBEEK et al., 2010; DE MUNK et al., 2012). O uso desses adesivos necessita da etapa de condicionamento ácido que além de higienizar a superfície dentinária, remove a camada de detritos da dentina superficial (DE MUNK et al., 2010) expondo as fibrilas de colágeno (BRESCHI et al., 2010).

Uma nova proposta de remineralização para os adesivos convencionais e autocondicionantes, é apresentada como a remineralização biomimética (KIM, et al., 2010;

PERDIGÃO et al., 2013). Esta tem como intuito substituir com nanocristais de apatita a água, por meio dos agentes remineralizantes, os espaços presente abaixo da camada híbrida e ocupar as extra e intertubular as fibras da matriz de colágeno, promovendo maior resistência de união resina/dentina (TAY E PASHLEY, 2008; PERDIGÃO et al., 2013).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRESCHI, L. et al. Chlorhexidine stabilizes the adhesive interface: a 2-year in vitro study. *Dent Mater*, v. 26, p. 320-325, 2010.

CILLI, R. et al. Evaluating a method of artificially hypermineralizing dentin to simulate natural conditions in bonding studies. *J Adhes Dent*. 7(4):271-9. 2005.

COSTA, A. et al. Dentin Bond Strength of a Fluoride-Releasing Adhesive System Submitted to pH-Cycling. *Braz. Dent. J. Ribeirão Preto* , v. 25, n. 6, p. 472-478, Dec. 2014.

DE MUNCK, J. et al. Meta-analytical review of parameters involved in dentin bonding. *J Dent Res*, v. 9, p.351-357, 2012.

FERNANDO, D. et al. Bioactive glass for dentin remineralization: A systematic review. *Materials Science and Engineering: C*, 76, 1369–1377, 2017.

FIUME, E. et al. Bioactive Glasses: From Parent 45S5 Composition to Scaffold-Assisted Tissue-Healing Therapies. *J. Funct. Biomater.*9, 24., 2018.

GOETSCHIUS, K. L. The effect of composition on the viscosity, crystallization and dissolution of simple borate glasses and compositional design of borate based bioactive glasses. *Doctoral Dissertations*. 2014.

HENCH, L. Chronology of Bioactive Glass Development and Clinical Applications. *New Journal of Glass and Ceramics*, 03(02), 67–73, 2013.

JARDIM, J; MALTZ, M. O papel do flúor no processo de formação e controle da lesão cárie. R. Fac. Odonto., Porto Alegre. v. 46, n. 1. P. 64-69, jul. 2005.

KAUR, G. et al. A review of bioactive glasses: Their structure, properties, fabrication and apatite formation. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 102(1), 254–274, 2013.

KIM Y. et al. Biomimetic remineralization as a progressive dehydration mechanism of collagen matrices—implications in the aging of resin-dentin bonds. *Acta Biomater.* 6(9): 3729-3739.2010.

LIU, Y. et al. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res.* 90(8):953-68. 2011.

LIZZI, F. et al. Mechanical characteristic and biological behaviour of implanted and restorative bioglasses used in medicine and dentistry: A systematic review. *Dental Materials*, 33(6), 702–712.2017.

MARTINS, B.L.F. Avaliação da resistência da união à dentina desmineralizada pós-tratamentos remineralizadores. Dissertação Mestrado. Piracicaba/SP. 2014.

OUADESSE, H. et al. Study of the bioactivity of various mineral compositions of bioactive glasses. *Bioceram. Dev. Appl*, 2011.

PERDIGÃO, J. et al. Dentin adhesion and MMPs: a comprehensive review. *J Esthet Restor Dent.* 25(4):219-41. 2013.

PRABHAKAR, A. et al. In vitro remineralization of enamel subsurface lesions and assessment of dentine tubule occlusion from NaF dentifrices with and without calcium. *J Indian Soc Pedod Prev Dent.* Jan-Mar;31(1):29-35. 2013.

RODRIGUEZ, O. et al. Silica-Based and Bore-Based, Titania-Containing Bioactive Coatings Characterization: Critical Strain Energy Release Rate, Residual Stresses, Hardness, and Thermal Expansion. *Journal of Functional Biomaterials*, 7(4), 32, 2016.

TAY, F.R; PASHLEY, D.H. Guided tissue remineralisation of partially demineralized human dentine. *Biomaterials*, 29(8):1127-37. 2008.

VAN MEERBEEK, B. et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*, v. 26, p. e100-e121. 2010.

WANG, Z. et al. Dentine remineralization induced by two bioactive glasses developed for air abrasion purposes. *Journal of Dentistry*, 39(11), 746–756, 2011.

RESUMO

A remineralização biomimética da dentina tem sido proposta a fim de aumentar a resistência de união da interface adesiva. O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência da adição de flúor ao biovidro de borato como agente remineralizador na resistência adesiva da dentina humana tratada com um adesivo convencional de 3 passos. Para isso, a dentina do terço médio de molares humanos foi tratada de acordo com os grupos experimentais: GC - grupo controle, GB - tratado com biovidro de borato (60B) e GF - tratado com biovidro de borato acrescido de flúor (60B5CaF) e avaliada quanto a resistência adesiva por meio da técnica de microtração (MT), n=10 e quanto a composição da dentina antes e após o tratamento remineralizador por Espectrômetro de raios-X por Dispersão de Energia (EDS), n=5. No GC a dentina foi tratada com o adesivo de 3 passos Optibond FL (Kerr) seguindo as recomendações do fabricante e restaurada com resina composta (Z250, 3M ESPE) na técnica incremental. Os grupos GB e GF logo após o condicionamento da dentina foram submetidos ao processo de remineralização a partir da aplicação de 10µl da solução remineralizadora de forma ativa por 1 minuto, seguida por lavagem e secagem. Após a restauração os espécimes foram armazenados em saliva artificial por 24 horas a 37°C, seccionados em forma de palitos com formato retangular (0,8mm²) e submetidos a máquina universal de ensaios (EZ-S Test; Shimadzu) em tração de 0,5 mm/min até a falha. Na análise estatística apenas os palitos da área central (4 palitos por dente) que apresentavam falha exclusivamente adesiva foram incluídos. As análises morfológicas das amostras antes e após tratamentos foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) Quanta 250 (FEI, Oregon, USA), com EDS acoplado. Cada bloco de dentina foi cortado em 4 fragmentos (2mmX2mm) a fim de receber os 3 tipos de tratamento no mesmo elemento. Os espécimes foram analisado antes e após o tratamento. Os dados de microtração foram submetidos ao teste estatístico de normalidade Shapiro Wilk e Kruskal-Wallis com nível de significância de 5%. A análise estatística mostrou não haver diferença estatisticamente significante entre os grupos (p = 0,065), uma vez que as diferenças nos valores medianos entre os grupos de tratamento não foram grandes o suficiente para excluir a possibilidade de que a diferença seja devida à variabilidade da amostragem aleatória. A análise química por EDS mostrou que as amostras de dentina anteriores ao tratamentos, eram compostas majoritariamente por Carbono (C) e Oxigênio (O). Após os tratamentos, o GC apresentou uma diminuição do C e O, porém, ocorreu o surgimento de novos elementos como Ródio (Rn), Paládio (Pd) e Potássio (K), este último em grande quantidade. Já os grupos GB e GF posteriormente aos tratamentos

demonstram os mesmos elementos do GC tratado, no entanto, para GB destaca-se o elemento Boro (B) e para o GF, resalta-se a presença do B e do Flúor (F) em sua composição. Nas condições experimentais realizadas, o uso dos agentes remineralizadores a base de biovidro de borato com ou sem flúor testados não interferiu na resistência adesiva inicial de um adesivo de 3 passos à dentina. Futuros trabalhos testando o efeito da remineralização biomimética desses biovidros a longo prazo ajudarão a validar a sua indicação.

Palavras-chave: Dentina, resistência de união, remineralização dentinária

ABSTRACT

The biomimetic remineralization of dentin has been proposed in order to increase the bond strength of the adhesive interface. The aim of this work was to evaluate the influence of fluoride addition on borate bioglass as a remineralizing agent on the adhesive bond strength of human dentin treated with a conventional 3 step adhesive. To this end, dentin from the middle third of human molars was treated according to the experimental groups: GC - control group, GB - treated with borate bioglass (60B) and GF - treated with fluoride borate bioglass (60B5CaF) and evaluated for adhesive strength by means of the microtensile bond strength (MT), n=10 and for dentin composition before and after the remineralization treatment by Energy Dispersion (ESD) X-ray Spectrometer, n=5. In GC the dentin was treated with the 3-step adhesive Optibond FL (Kerr) following the manufacturer's recommendations and restored with composite resin (Z250, 3M ESPE) in the incremental technique. The groups GB and GF soon after the conditioning of the dentin were submitted to the remineralization process from the application of 10µl of the remineralizing solution actively for 1 minute, followed by washing and drying. After the restoration, the specimens were stored in artificial saliva for 24 hours at 37°C, sectioned into rectangular shaped sticks (0.8 mm²) and submitted to a universal test machine (EZ-S Test; Shimadzu) in a tensile of 0.5 mm/min until failure. In the statistical analysis only the sticks of the central area (4 sticks per tooth) that presented exclusively adhesive failure were included. The morphological analysis of the samples before and after treatments were performed in a Quanta 250 (SEM) scanning electron microscope (FEI, Oregon, USA) with coupled EDS. Each dentin block was cut into 4 fragments (2mmX2mm) in order to receive the 3 types of treatment in the same element. Specimens were analyzed before and after treatment. The microtensile data were submitted to the statistical Shapiro Wilk normality test and Kruskal-Wallis with significance level of 5%. Statistical analysis showed no statistically significant difference among groups (p = 0.065), since the differences in median values among the treatment groups were not large enough to rule out the possibility that the difference was due to the variability of the sample random. The chemical analysis by ESD showed that the pre-treatment dentin samples were composed mainly of Carbon (C) and Oxygen (O). After the treatments, the GC presented a decrease of C and O, however, the occurrence of new elements such as Rhodium (Rn), Palladium (Pd) and Potassium (K), the latter in great quantity. The GB and GF groups after the treatments showed the same elements of the treated GC, however, for GB the Boron element (B) and for the GF are highlighted, the presence of B and Fluor (F) in composition. Under experimental

conditions, the use of the borate bioglass with or without fluoride remineralizing agents tested did not interfere with the initial adhesive bond strength of a 3-step adhesive to the dentin. Future studies testing the long-term biomimetic remineralization effect of these bio-glasses will help validate their indication.

Key-words: Dentin, Bond strength, Dentin remineralization

SUMÁRIO

1. CONTEXTUALIZAÇÃO	1
1.1 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	3
2. RESUMO	6
3. ABSTRACT	8
4. INTRODUÇÃO	11
5. OBJETIVOS	12
6. MATERIAIS E MÉTODOS	12
7. RESULTADOS	20
8. DISCUSSÃO	24
9. CONCLUSÃO	26
10. REFERÊNCIAS	27
11. APÊNDICE	32
11.1 COMITÊ DE ÉTICA	31

INTRODUÇÃO

A adesão na interface entre a resina composta e o tecido dentinário consiste em um dos maiores desafios da odontologia adesiva atual (DE MUNCK et al., 2012). Desta forma, Vários trabalhos têm sido publicados descrevendo o uso de materiais bioativos em Odontologia (CROVACE et al., 2016; NIU et al., 2012). Esses estudos avaliam a incorporação de partículas de biovidros em materiais dentários, como agente remineralizador em resinas, sistemas adesivos, cimentos de ionômero de vidro e em pastas para tratamento de sensibilidade (HYUN e FERRACANE, 2016; HYUN et al., 2015, DE CALUWÉ et al., 2017, BAUER et al., 2018; CARNEIRO et al., 2018;), uma vez que o agente bioativo tem demonstrado a capacidade de formar uma camada de hidroxiapatita dentinária, promovendo a reparação e regeneração óssea (HENCH, 2013).

Já é amplamente utilizado na Odontologia o primeiro biovidro (Bioglass®) introduzido, que possui na maior parte da sua composição a sílica (KAUR et al., 2013). Nos últimos 50 anos, numerosos estudos foram realizados para aperfeiçoar a resposta do corpo aos diferentes tipos de biovidros no processo de remineralização (FIUME et al., 2018), destacando o uso do Biovidro de Borato. Embora a incorporação de vidros bioativos em materiais dentários possa ser um desafio, a aplicação direta de bioativos em uma suspensão aquosa à superfície da dentina antes da aplicação do adesivo pode apresentar resultados satisfatórios (BAUER, 2018). Por outro lado, vale a pena ressaltar que com concentrações suficientes, o flúor também pode ser eficaz no combate a desmineralização e na melhoria da remineralização dentária (EL-WASSEFY, 2017). Entretanto, não há evidências científicas sobre a incorporação de biovidro de Borato com adição de flúor para o remineralização da dentina.

O contato íntimo do biovidro, disperso em água, com a dentina, é capaz de induzir mineralização de forma mais eficiente (VOLLENWEIDER et al., 2007). Bauer et al., 2018 apontam resultados satisfatórios na remineralização da dentina anteriormente a procedimentos adesivos e Vollenweider et al. (2007) também apresentam resultados positivos com o biovidro disperso em água no processo de mineralização. No entanto, a presença do bioativo na interface resina-dentina após a abrasão de partículas na superfície dentinária (CARVALHO et al., 2015) ou incluídos em sistemas adesivos (BAUER et al., 2016; CARNEIRO et al., 2018; PROFETA et al., 2013) não foram satisfatórios para o processo de remineralização.

Desta forma, é importante o incentivo à continuação de pesquisas a fim de estender o uso de biovidro para aplicações clínicas específicas, aprimorando suas propriedades mecânicas e mantendo a alta bioatividade para uma gama mais ampla de aplicações (LIZZI et al., 2017) . Sendo assim, conhecendo os benefícios do biovidro e do flúor na Odontologia, bem como a importância da preservação da integridade da interface adesiva, surgiu a proposta deste trabalho.

OBJETIVOS

Avaliar a influência da adição de flúor ao biovidro de borato como agente remineralizador na resistência adesiva da dentina humana tratada com um adesivo convencional de 3 passos.

MATERIAIS E MÉTODOS

Aspectos éticos

Inicialmente o estudo foi aprovado pelo Comitê Permanente De Ética Em Pesquisa Com Seres Humanos - COPEP da Universidade Estadual de Maringá sob o nº de protocolo CAAE: 90628818.8.0000.0104 (APÊNDICE 1), com o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido - Doação de dentes humanos.




Design experimental

O efeito da adição de flúor ao biovidro de borato foi analisado utilizando-se duas metodologias: avaliação da resistência adesiva da interface entre um adesivo convencional de 3 passos/resina composta por meio da técnica de microtração (MT) e avaliação da composição da dentina antes e após o tratamento remineralizador por meio de um Espectrômetro de raios-X por Dispersão de Energia (EDS). Foram propostos três grupos experimentais (n=10) para técnica de MT (GC - grupo controle, GB - tratado com biovidro de borato e GF - tratado com biovidro de borato acrescido de flúor). Para a avaliação pelo EDS (n=5) foram propostos os mesmos grupos experimentais.

Materiais utilizados

Os materiais utilizados para a avaliação do efeito remineralizador do flúor acrescido ao biovidro de borato na dentina tratada pela técnica adesiva são apresentados na tabela 1.

Tabela 1. Materiais utilizados, apresentação comercial, composição e técnica de aplicação.

Material	Apresentação comercial	Composição	Técnica de aplicação
<p>Ácido fosfórico 35%</p> <p>(Potenza Attacco, Dental One, Joinville, Brasil)</p>		<p>H₃PO₄35%, Corante, Espessante e água deionizada</p>	<p>Aplicação do ácido na superfície dentinária por 15 s + Lavagem por 15 s + Secagem com papel absorvente por 5 segundos</p>
<p>OptiBond™ FL</p> <p>(Kerr Corporation, Orange, CA, EUA)</p>		<p>Primer: HEMA, GPDM, PAMM, CQ, 29 vol% etanol, 23 vol% água</p> <p>Adesivo: Bis-GMA, GDMA, HEMA, TEGDMA, UDMA, CQ</p>	<p>Primer: Aplicação ativa com <i>microbrush</i> por 15 segundos + Jatos de ar por 5 segundos</p> <p>Adesivo: Aplicação com <i>microbrush</i> por 10 segundos + Jatos de ar por 5 segundos + fotopolimerização por 20 segundos</p>
<p>Resina composta Filtek Z250</p> <p>(3M ESPE, Seefeld, Alemanha)</p>		<p>Bis-GMA, UDMA, bis-EMA, zircônia/sílica</p>	<p>Aplicar na superfície da dentina tratada em incrementos de 2 mm + polimerização por 20 segundos</p>

<p>Biovidro 60B (Sigma-Aldrich, St. Louis, EUA)</p>	<p>—</p>	<p>60% B₂O₃, 18% CaO, 4% P₂O₅, 18% Na₂O</p>	<p>Aplicação de forma ativa com <i>microbrush</i> por 1 min + Lavagem por 1 min + Secagem com jatos de ar por 5 segundos</p>
<p>Biovidro 60B5CaF (Sigma-Aldrich, St. Louis, EUA)</p>	<p>—</p>	<p>60% B₂O₃, 13% CaO, 4% P₂O₅, 18% Na₂O, 5% CaF₂</p>	<p>Aplicação de forma ativa com <i>microbrush</i> por 1 min + Lavagem por 1 min + Secagem com jatos de ar por 5 segundos</p>

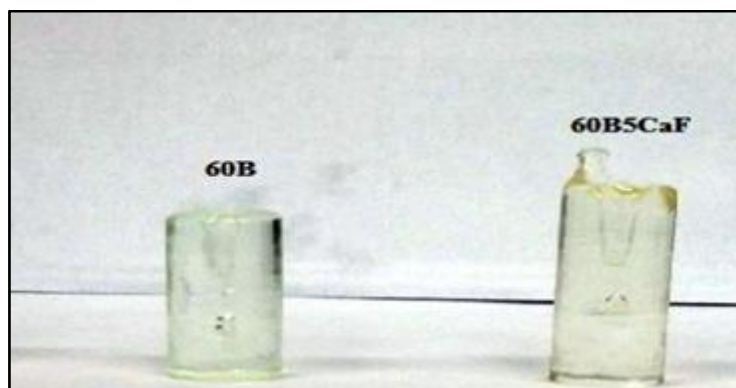
Abreviaturas: Bis-EMA - bisfenol A glicidil dimetacrilato etoxilado; Bis-GMA – bisfenol A glicidildimetacrilato; CQ - canforoquinona; GDMA - glicerol dimetacrilato; GPDM – glicerol fosfato dimetacrilato; HEMA - 2-hidroxietil metacrilato; PAMM - ftálico ácido mono etilmetacrilato; TEGDMA – tri(etileno glicol) dimetacrilato; UDMA – uretano dimetacrilato.

Biovidro de Borato

As amostras foram produzidas no Laboratório de Espectroscopia Óptica e Fototérmica (LEOF) localizado na Unidade de Preparação e Caracterização de Materiais (UPCM) da Universidade Federal do Maranhão – Campus Avançado em Imperatriz. Para a sintetização das amostras utilizou-se os seguintes reagentes: Pentóxido de Fósforo (P₂O₅); Carbonato de Cálcio (CaCO₃); Trióxido de Boro (B₂O₃); Óxido de Silício (SiO₂); Carbonato de Sódio (Na₂CO₃) e Fluoreto de Cálcio (CaF₂) (Sigma-Aldrich, St. Louis, EUA). A composição, em massa (wt), concentração em mol (mol) e os códigos das amostras estão apresentados na Tabela 1. Neste trabalho foram avaliados os biovidros de borato sem adição de flúor e com adição de 5% de flúor em sua composição (Figura 1). Para aplicação no tecido dentinário os biovidros foram transformados em pó e dispersos em água ultrapura para a formação de uma solução controlada.

Tabela 2. Composição (% massa (wt) e % mol (mol)) e códigos das amostras sintetizadas.

Amostra	B ₂ O ₃ (%)		CaO (%)		P ₂ O ₅ (%)		Na ₂ O (%)		CaF ₂ (%)	
	wt	mol	wt	mol	wt	mol	wt	mol	wt	mol
60B	60	57,4	18	21,3	4	1,8	18	19,3	-	-
60B5CaF	60	58,4	13	15,7	4	1,8	18	19,6	5	4,3

**Figura 1.** Biovidros de borato: 60B (sem adição de flúor) e 60B5CaF (com 5% de flúor).

Preparo dos espécimes

Cinquenta molares humanos hígidos foram extraídos, coletados de pacientes jovens com idade entre 18 e 30 anos e armazenados em solução de água destilada a 5°C, por no máximo seis meses. A partir de cada molar foi obtido um bloco de dentina do terço médio coronário de 5 mm de espessura com o uso de um disco diamantado (Diamond Wheel 012"x fine, South Bay Technology Inc, CA, EUA) adaptado a uma máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), em baixa velocidade e sob-refrigeração de água. Para isso, inicialmente foi realizado um corte abaixo da junção amelo-dentinária a fim de separar a coroa da raiz dos dentes. Em seguida, foi realizado um corte no sentido transversal, a fim de

remover a estrutura dentária da superfície oclusal, expondo a dentina no terço médio do dente (Figura 2).

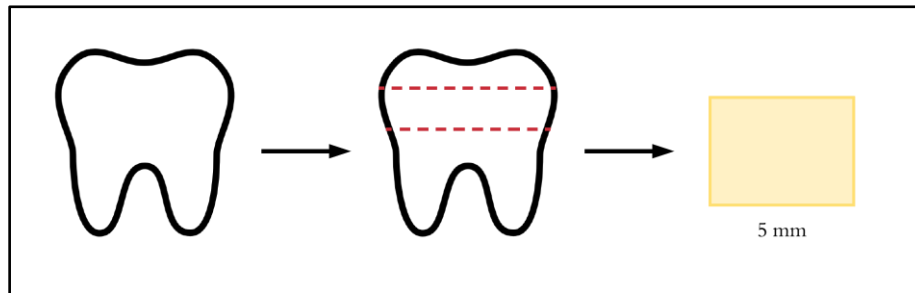


Figura 2. Esquema ilustrativo do corte inicial dos espécimes.

Os espécimes foram fixados em resina acrílica com cera e foi realizado polimento padronizado em uma Politriz (Aropol-2v, Arotec, Cotia, São Paulo, Brasil) na porção oclusal dos elementos através de lixas de carbeto de silício com granulação 600 durante 30 segundos com irrigação constante, a fim de simular a formação da camada smear layer padrão (WANG et al., 2011), seguidos de lavagem durante 5 minutos em lavadora ultrassônica (BioWash, Bio-Art, São Paulo, Brasil) e armazenamento em água destilada até o início das análises e tratamentos.

Teste de Microtração

Para o teste de microtração foram selecionados 30 blocos dentários, divididos de forma aleatória em três grupos (n=10) conforme o tratamento da dentina:

- 1) GC: condicionamento ácido + adesivo + resina composta
- 2) GB: condicionamento ácido + Biovidro 60B + adesivo + resina composta
- 3) GF: condicionamento ácido + Biovidro 60B5CaF + adesivo + resina composta

Inicialmente a dentina foi condicionada com ácido fosfórico a 35% por 15 segundos, seguido de lavagem pelo mesmo tempo com jatos de água e secagem com papel filtro.

Na sequência, o grupo GC foi restaurado pela técnica convencional, seguindo as instruções do fabricante, aplicando-se inicialmente o *primer* do adesivo Optibond FL em um *microbrush extra fino*, encostando sua ponta ligeiramente em um papel absorvente por 2 segundos, apenas para remoção do excesso. Posteriormente, aplicando-o na superfície

dentinária de forma ativa por 15 segundos, seguido da aplicação de jatos de ar por 5 segundos para a remoção do excesso de solvente e logo após a aplicação do adesivo com um micro pincel por 15 segundos, sendo a película afinada por jatos de ar por 5 segundos e polimerizada por 20 segundos usando um aparelho fotopolimerizador LED (Radii – Cal - SDI, Bayswater, Austrália. Potência: 1200mW/cm²).

Os grupos GB e GF logo após o condicionamento da dentina descrito acima foram submetidos ao processo de remineralização a partir da aplicação da solução remineralizadora, formada por 0,015g do pó do agente remineralizador diluídos em 1,35ml de água destilada, sendo a solução para GB composta apenas por biovidro de borato e para GF solução composta por biovidro de borato com adição de flúor. A quantidade de 10µl dessa solução foi aplicada com uma micropipeta (Monocanal VVCS-10 Digipet) sobre a dentina e friccionada de forma ativa com um *microbrush* por 1 minuto, seguida por lavagem em mesmo tempo com jatos de água e secagem cuidadosa com papel filtro.

A seguir todos os grupos foram restaurados com resina composta Filtek Z250 - 3M ESPE na cor A2 e fotopolimerizados com um LED (Radii – Cal - SDI, Bayswater, Austrália. Potência: 1200mW/cm²) individualmente cada incremento de 2 mm durante 20 segundos, seguindo o protocolo de aplicação determinado pelo fabricante. Após a restauração os espécimes foram suspensos em dispositivos plásticos e imersos em saliva artificial (Carboximetil celulose (8g), Cloreto de Potássio (0,96g), Cloreto de sódio (0,67g), Nipagim (0,01g), Sorbitol (24g), Fosfato de potássio (0,27g), Cloreto de magnésio (0,04g), Cloreto de cálcio (0,12g), Nipazol (0,1g)), manipulada na farmácia de manipulação São Paulo, localizada na cidade de Maringá. Foram armazenados em estufa a 37°C pelo tempo de 24hrs.

Após a armazenagem os espécimes foram seccionados em forma de palitos com formato retangular, cortes em direção ao longo eixo do dente, inicialmente no sentido méso-distal e, posteriormente, no vestibulo-lingual, secção transversal quadrangular simétrica de 0,8mm² (ISO 11405) e comprimento de aproximadamente 10 mm (Figura 3) . A área dos espécimes seccionados foi mensurada com um paquímetro eletrônico universal (Zaas Precision, Amatoools, Piracicaba, SP, Brasil), com finalidade de manter a variabilidade menor possível, os palitos que não se enquadraram nos limites de área propostos foram descartados. Após o corte, os palitos foram armazenados em água destilada para evitar a dessecação antes do teste.

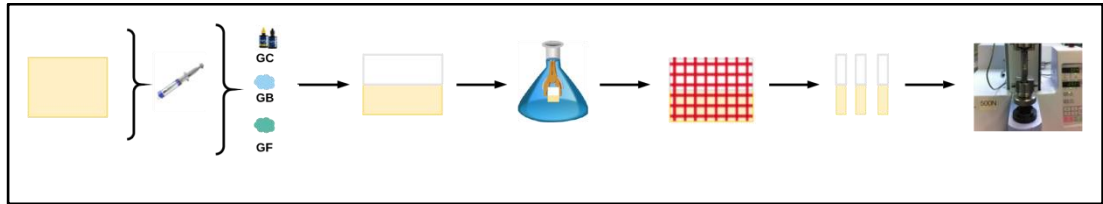


Figura 3. Esquema ilustrativo da metodologia do teste de Microtração.

Primeiramente os palitos contendo dente/restauração foram fixados pelas suas extremidades ao dispositivo de suporte do equipamento através de um adesivo a base de cianoacrilato (Superbonder Gel®Henkel/Loctite, Diadema, SP, Brasil). O posicionamento dos palitos foi realizado com distâncias equivalentes entre as garras dos dispositivos e perpendiculares à força de tração até o momento da fratura do espécime. Durante essa etapa as amostras eram mantidas em umidade relativa do ar à 100% para evitar a dessecação. A adesividade foi testada por uma máquina universal de ensaios (EZ-S Test; Shimadzu) em tração de 0,5 mm/min até a falha. A força de tração (KgF) foi dividida pela área transversal (em mm²) e a resistência de união obtida em Mega Pascal (MPa). As fraturas que se apresentaram coesivas em dentina ou resina foram descartadas.

Após o teste de microtração, os fragmentos foram observados em Microscópio Óptico x20 (Metallographic microscope Coleman-Coleman equipment for Lab and Imp. Ltda., Santo André, SP) com o intuito de classificar as diferentes falhas de fraturas originados pela tração (El Zohairy, 2010):

1. Fratura Adesiva: falha na adesão, fratura na interface;
2. Fratura Mista: Quando falhas nas regiões do substrato dentina, adesivo e resina composta foram visualizadas no mesmo espécime;
3. Fratura coesiva em adesivo: fadiga do material adesivo;
4. Fratura coesiva em resina composta: fadiga do material restaurador;
5. Fratura coesiva em dentina: falha do substrato, exclusivamente em dentina;

Optou-se por incluir na análise estatística apenas os palitos da área central (4 palitos por dente) que apresentavam falha exclusivamente adesiva.

Para análise estatística os valores de resistência de união (obtidos pelo μ TBS) dos grupos GC, GB e GF foram submetidos ao teste estatístico de normalidade Shapiro Wilk e devido apresentarem variância desigual, foram analisados pelo teste não paramétrico Kruskal-Wallis com nível de significância de 5%, por meio do software R i386 3.0.2. Sendo que, cada bloco de dente foi considerado uma unidade experimental, calculando-se a resistência de união média para os palitos de cada espécime dental.

Análise da composição química

As análises morfológicas das amostras antes e após tratamentos foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) Quanta 250 (FEI, Oregon, USA), com espectrômetro de raios- X por dispersão de energia (EDS) acoplado.

Para a avaliação pelo EDS e MEV (n=5) foram propostos três grupos experimentais:

GC - grupo controle

GB - tratado com biovidro de borato

GF - tratado com biovidro de borato acrescido de flúor.

Com o intuito de minimizar o efeito da variabilidade da amostra de dentina, cada bloco de dentina foi cortado em 4 fragmentos com dimensões de 2 mm X 2 mm a fim de receber os 3 tipos de tratamento no mesmo elemento.

Cada espécime foi analisado anteriormente a qualquer tratamento e após os mesmo. Após a aplicação do agente remineralizador nos grupos GB e GF, os blocos de dentina foram imersos em saliva artificial por 24 horas (Figura 5), seguindo a metodologia do teste de microtração descrito acima.

Logo após a leitura pelo EDS, os blocos foram posicionados em discos de alumínio, revestido por borrifamento com liga de ouro-paládio (Ion Revestidor, IC-50, Shimadzu Biotech, Japão) para observação em Microscópio Eletrônico de Varredura.

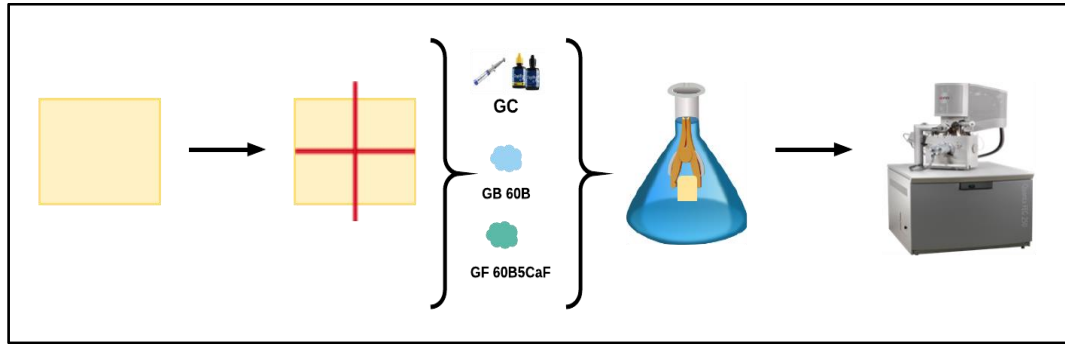


Figura 5. Esquema ilustrativo da metodologia para análise da composição química.

RESULTADOS

Teste de Microtração

Os dados da microtração são apresentados na tabela 3. A análise estatística mostrou não haver diferença estatisticamente significativa entre os grupos ($p = 0,065$), uma vez que as diferenças nos valores medianos entre os grupos de tratamento não foram grandes o suficiente para excluir a possibilidade de que a diferença seja devida à variabilidade da amostragem aleatória.

Tabela 3 - Mediana e intervalo inter-quartilico (25% - 75%) dos valores de microtração (MPa) de acordo com os grupos experimentais (GC = Grupo controle; GB = tratado com biovidro de borato e GF = tratado com biovidro de borato acrescido de flúor).

Grupo	mediana	25%	75%	total de palitos testados
GC	110.177	78.271	250.733	40
GB	85.128	63.597	94.471	40
GF	77.314	68.739	96.907	40

Kruskal-Wallis, $p=0,065$

Análise da composição química (MEV-EDS)

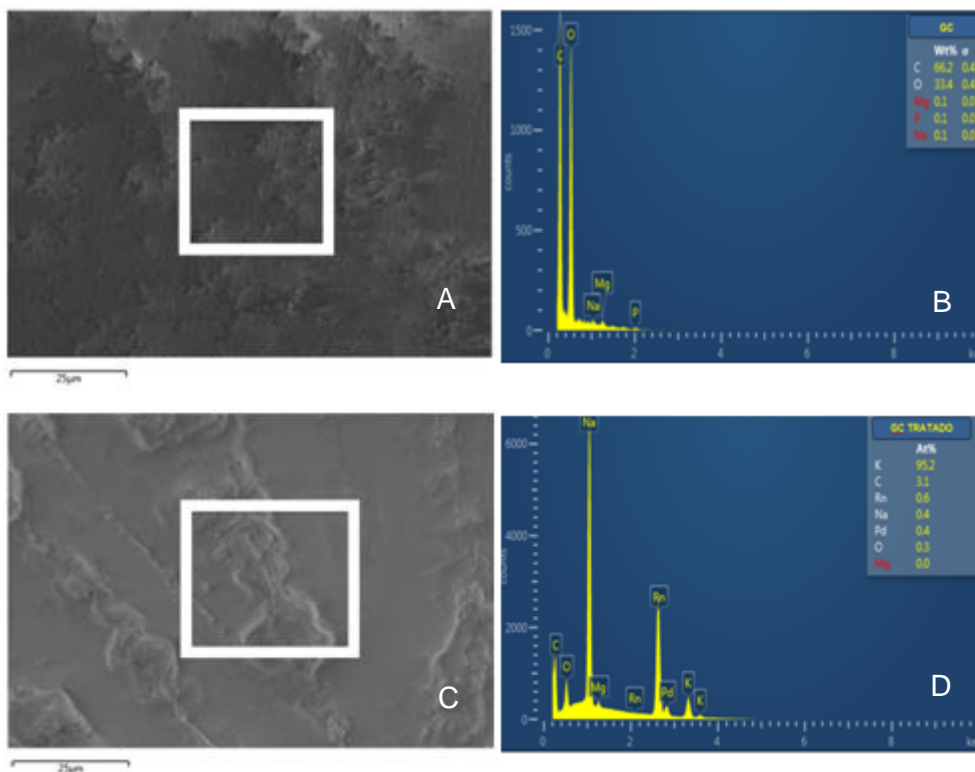


Figura 6. (A) Micrografia obtida no MEV do grupo GC anterior ao tratamento; (B) Espectro de EDS na região indicada da figura (A); (C) Micrografia do grupo GC após o tratamento controle; (D) Espectro de EDS na região indicada da figura (C).

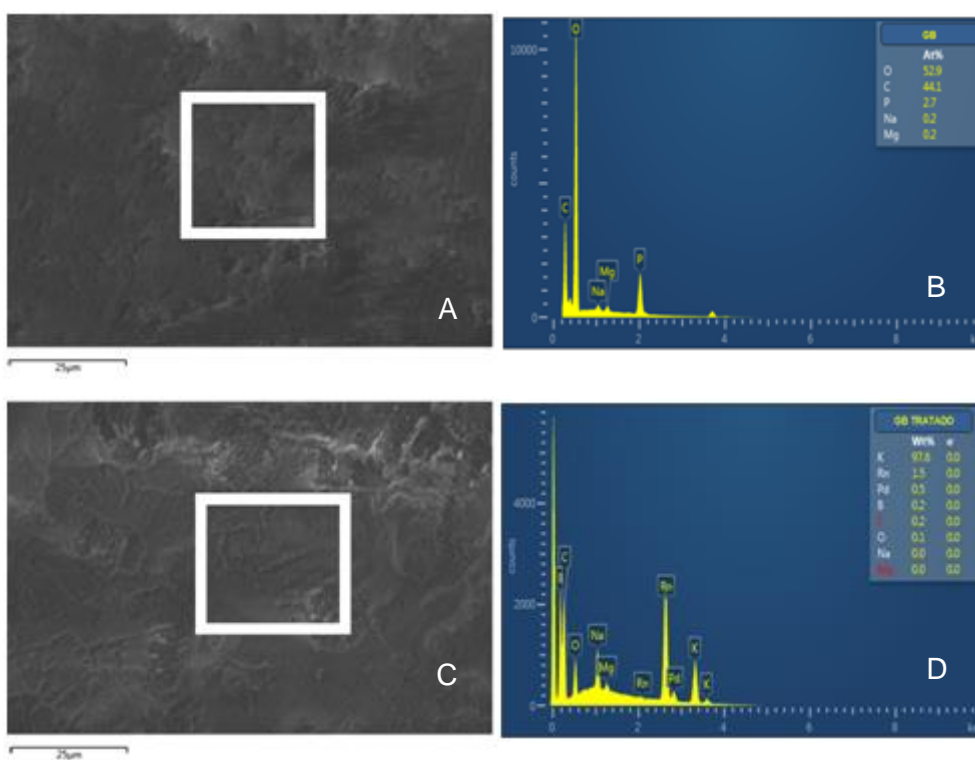


Figura 7. (A) Micrografia obtida no MEV do grupo GB anterior ao tratamento; (B) Espectro de EDS na região indicada da figura (A); (C) Micrografia do grupo GB após o tratamento com Biovidro 60B; (D) Espectro de EDS na região indicada da figura (C).

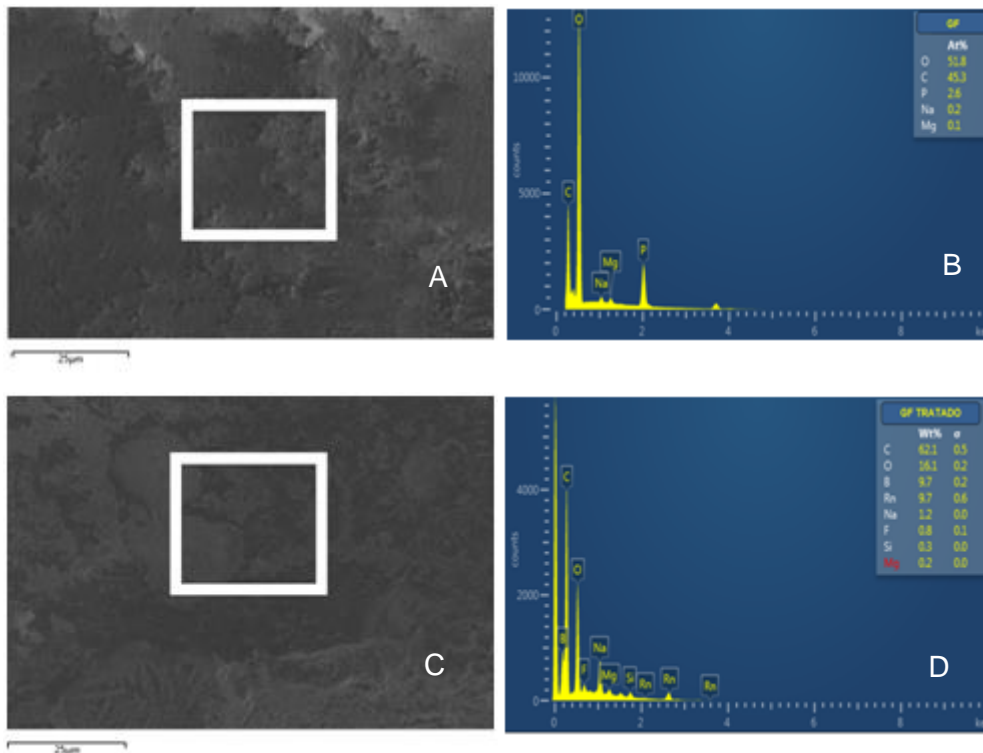


Figura 8. (A) Micrografia obtida no MEV do grupo GF anterior ao tratamento; (B) Espectro de EDS na região indicada da figura (A); (C) Micrografia do grupo GF após o tratamento com Biovidro 60B5CaF; (D) Espectro de EDS na região indicada da figura (C).

No espectro de EDS os picos detectados indicam os elementos químicos presentes na amostra e sua intensidade está associada a concentração do elemento, no canto superior direito há a indicação do percentual atômico de cada elemento químico detectado. A análise indica que as amostras iniciais (Fig. 6, Fig. 7 e Fig. 8), anteriores à aplicação dos tratamentos, são compostas majoritariamente por Carbono (C) e Oxigênio (O), bem como de elementos minoritários, tais como, o Sódio (Na), Fósforo (P) e Magnésio (Mg). É possível observar que após os tratamentos determinado para cada grupo, o GC apresenta uma diminuição do C e O, porém, ocorre o surgimento de novos elementos como, Ródio (Rn), Paládio (Pd) e Potássio (K), este último em grande quantidade. Já os grupos GB e GF posteriormente aos tratamentos com Biovidro 60B e 60B5CaF, respectivamente, demonstram os mesmos elementos do GC tratado, no entanto, para GB destaca-se o elemento Boro (B) e para o GF, ressalta-se a presença do B e do Flúor (F) em sua composição. As

análises da composição química dos grupos estudados, tanto inicial quanto após os tratamentos estabelecidos são possíveis de visualizar nas Tabelas 4 e 5.

Tabela 4. Média inicial , anterior tratamento, das análises de EDS para percentual atômico (At%) de cada elemento químico identificado nas amostras (GC = Grupo controle; GB = tratado com biovidro de borato e GF = tratado com biovidro de borato acrescido de flúor).

At %	GC	GB	GF
O	50,85	60,74	54,22
C	79,05	33,74	41,36
P	0,1	0,1	3,92
Na	0,1	0,1	0,32
Mg	0,1	0,1	0,24

Tabela 5. Média final , após tratamentos, das análises de EDS para percentual atômico (At%) de cada elemento químico identificado nas amostras (GC = Grupo controle; GB = tratado com biovidro de borato e GF = tratado com biovidro de borato acrescido de flúor).

At%	GC	GB	GF
O	9,88	2,32	11,34
C	50,68	0,62	30,12
P	-	-	-
Na	0,1	0,12	1,64
Mg	0	0	0,26
K	38,46	95,2	40,34
Rn	0,62	1,92	6,8
Pd	0,22	0,7	0,86

Si	0,2	-	-
B	-	0,38	8,36
F	-	-	0,22

Através das imagens geradas pela MEV (Figura 6, 7 e 8), é possível observar que houve alteração superficial da dentina, após os tratamentos, afirmando essa condição com as mudanças de percentagem anatômica de cada grupo analisadas por EDS (Figura 9).

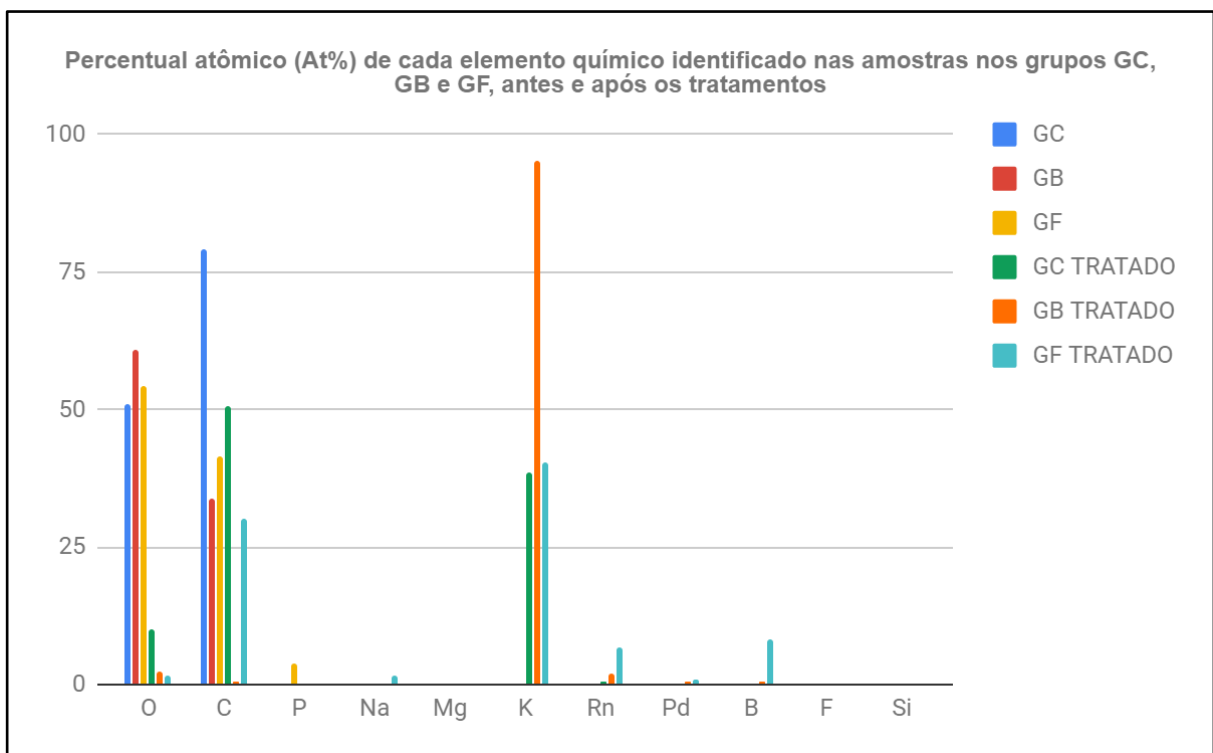


Figura 9. Gráfico do percentual atômico (At%) de cada elemento químico identificado nas amostras nos grupos GC, GB e GF, antes e após os tratamentos.

DISCUSSÃO

Este estudo foi pioneiro em utilizar o Biovidro de borato com adição de flúor, com o intuito de remineralizar o tecido dentinário e conseqüentemente aumentar a força de adesão entre a restauração e a dentina.

De acordo com os resultados do teste de microtração, não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Bertassoni et al., 2009, também observaram que após o tratamento remineralizador, o aumento de mineral na superfície dentinária não foi suficiente para remineralizar este tecido. Isto pode estar associado, em parte, à dificuldade de realizar um tratamento remineralizador no tecido dentinário, não apenas devido à sua composição mineral e orgânica, mas também devido à umidade e heterogeneidade tecidual (PERDIGÃO et al., 2013; KIM et al., 2010). Por outro lado, Tay e Pasley, 2009, verificaram a diminuição da degradação dessa interface, devido às fibras colágenas estarem envolvidas em minerais. Embora a reintegração mineral da dentina possa não representar uma recuperação da sua funcionalidade, esta ainda se destaca como importante (BERTASSONI et al., 2009). No presente trabalho, por meio da técnica do EDS, foi possível observar esta deposição mineral na superfície dentinária, já que os componentes C e O inicialmente eram majoritários e após passarem pelo tratamento com o biovidro, se tornam os componentes com maior quantidade de perda percentual atômica. Isso ocorre uma vez que o Cálcio, Fósforo presentes na dentina, durante o processo de remineralização com o biovidro se cristalizam ainda mais em uma camada de hidroxiapatita, consumindo O e C (MA et al., 2017).

A maioria dos trabalhos da literatura avaliaram o efeito do Bioglass® na remineralização biomimética (BAUER et al., 2018; CARVALHO et al., 2015; GROH et al., 2014; VOLLENWEIDER et al., 2007). Vollenweider et al. (2007), relataram resultados satisfatórios do uso do Bioglass® ultra fino como agente remineralizador no período de tempo de 1 dia nas análises de espectroscopia Raman. Quando foram realizadas análises térmicas, a remineralização dentinária somente ocorreu na avaliação após 30 dias. Da mesma forma, Bauer et al. (2018) usaram o biovidro de sílica e encontraram bons resultados remineralizadores 3 meses após o tratamento, no entanto, com 1 dia não foi possível observar remineralização. Por sua vez, Carvalho et al. (2015), pelo mesmo tempo de tratamento observou que o uso do biovidro não apresentou um efeito significativo na resistência de união da interface e mais recentemente Carneiro et al., 2018, utilizaram biovidro a base de nióbio incorporado ao sistemas adesivo e puderam verificar que o mesmo não comprometeu a força de adesão. No entanto, outros estudos relataram que a incorporação do biovidro de sílica em sistemas adesivos não foi satisfatória (BAUER et al., 2016 e PROFETA et al., 2013).

A resistência da união entre a resina e a dentina depende diretamente do tipo de substrato e dos sistemas adesivos utilizados (WEI et al., 2008). O sistema adesivo de 3 passos tem sido considerado o padrão ouro neste conceito (DE MUNK et al., 2012). Porém, o condicionamento ácido da dentina ativa as metaloproteinases que provocam a degradação da matriz dentinária ao longo do tempo, comprometendo a ligação adesiva (SCHMIDLIN, et al., 2008). Sabendo desta degradação, Cilli et al, 2005 e Liu et al, 2011, afirmaram que a reestruturação do colágeno perdido, através da remineralização é de suma importância para a reposição mineral do tecido, bem como protetora da degradação enzimática. Desta forma, destaca-se a importância dos estudos testando agentes remineralizadores, a fim de prevenir esses danos.

Uma dificuldade a ser considerada é escassez de estudos relacionados ao uso de biovidros de borato, dificultando a comparação dos resultados com a literatura. Fluoretos são conhecidos pelo potencial de reduzir a degradação da matriz dentinária (TEZVERGIL-MUTLUAY et al., 2017). No entanto, não é sabido se o biovidro contendo flúor pode promover a remineralização da dentina (GROH et al. 2014), devido ser considerado um agente remineralizador convencional, que no processo de remineralização, atinge a camada superficial do tecido afetado para o interior da zona de desmineralização, sendo considerado não funcional para biomineralização (MARTINS, 2014).

É importante ressaltar que o estudo apresentou resultados coincidentes com a literatura em alguns aspectos, entretanto, novos estudos testando o efeito remineralizador a longo prazo podem ajudar a validar a indicação do uso do biovidro de borato com adição de flúor no processo de adesão.

CONCLUSÃO

Nas condições experimentais realizadas, o uso dos agentes remineralizadores a base de biovidro de borato com ou sem flúor testados não interferiu na resistência adesiva inicial de um adesivo de 3 passos à dentina. Futuros trabalhos testando o efeito da remineralização biomimética desses biovidros a longo prazo ajudarão a validar a sua indicação.

REFERÊNCIAS

- BAUER, J. et al. Dentin pretreatment with 45S5 and niobophosphate bioactive glass: Effects on pH, antibacterial, mechanical properties of the interface and microtensile bond strength. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2018.
- BERTASSONI, L. et al. Biomechanical perspective on the remineralization of dentin. *Caries Res.*; 43:70-77, 2009.
- BRINK, M. et al. Compositional dependence of bioactivity of glasses in the system Na₂O–K₂O–MgO–CaO–B₂O₃–P₂O₅–SiO₂. *J. Biomed. Mater. Res.* 37, 114–121, 1997.
- CARNEIRO, K. et al. Bioactivity and properties of an adhesive system functionalized with an experimental niobium-based glass. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 78, 188– 195. 2018.
- CARVALHO, E. et al. Effect of airborne-particle abrasion on dentin with experimental niobophosphate bioactive glass on the microtensile bond strength of resin cements. *J. Prosthodont. Res.* 59, 129–135. 2015.
- CILLI, R. et al. Evaluating a method of artificially hypermineralizing dentin to simulate natural conditions in bonding studies. *J Adhes Dent.* 7(4):271-9. 2005.
- CROVACE, M.C. et al. Biosilicate® — A multipurpose, highly bioactive glass-ceramic. In vitro, in vivo and clinical trials. *J Non Cryst Solids*, p. 90-110, 2015.
- DE CALUWÉ, T. et al. Addition of bioactive glass to glass ionomer cements: Effect on the physico-chemical properties and biocompatibility. *Dent. Mater.* 33, e186–e203. 2017.
- DE MUNCK, J. et al. Meta-analytical review of parameters involved in dentin bonding. *J Dent Res*, v. 9, p.351-357, 2012.
- EL-WASSEFY, N.A. Remineralizing effect of cold plasma and/or bioglass on demineralized enamel. *Dental Materials Journal.* ; 36(2): 157–167.2017.

EL ZOHAIRY, A. et al. Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. *Dent Mater*, 26(9):848-854, 2010.

FIUME, E. et al. Bioactive Glasses: From Parent 45S5 Composition to Scaffold-Assisted Tissue-Healing Therapies. *J. Funct. Biomater.* 9, 24., 2018.

GROH, D. et al. Bioactive glasses with improved processing. *Acta Biomater*, 10(10):4465–4473, 2014.

HENCH, L. Chronology of Bioactive Glass Development and Clinical Applications. *New Journal of Glass and Ceramics*, 03(02), 67–73, 2013.

HYUN, H. Biofilm formation affects surface properties of novel bioactive glass-containing composites. *Dent. Mater.* 31, 1599– 1608. 2015.

HYUN, H.; FERRACANE, J. Influence of biofilm formation on the optical properties of novel bioactive glass-containing composites. *Dent. Mater.* 32, 1144– 1151. 2016.

KAUR, G. et al. A review of bioactive glasses: Their structure, properties, fabrication and apatite formation. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 102(1), 254–274, 2013.

KIM Y. et al. Biomimetic remineralization as a progressive dehydration mechanism of collagen matrices—implications in the aging of resin-dentin bonds. *Acta Biomater.* 6(9): 3729-3739.2010.

KRISHNAN, V; LAKSHMI, T. Bioglass: A novel biocompatible innovation. *J Adv PharmTechnol Res.* 2:78-83, 2013.

LIU, Y. et al. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res.* 90(8):953-68. 2011.

LIZZI, F. et al. Mechanical characteristic and biological behaviour of implanted and restorative bioglasses used in medicine and dentistry: A systematic review. *Dental Materials*, 33(6), 702–712.2017.

MA, Q. et al. Comparison of in vitro dentinal tubule occluding efficacy of two different methods using a nano-scaled bioactive glass-containing desensitising agent. *Journal of Dentistry*, 60, 63–69. 2017.

MAI, S. et al. In vitro remineralization of severely compromised bonded dentin. *J Dent Res*. 89(4):405-10. 2010.

MARTINS, B.L.F. Avaliação da resistência da união à dentina desmineralizada pós-tratamentos remineralizadores. *Dissertação Mestrado*. Piracicaba/SP. 2014.

NIU, L. et al. Biomimetic remineralization of dentin. *Dent Mater*, v. 31, n. 1, p. 77-96, 2014.

PERDIGÃO, J. et al. Dentin adhesion and MMPs: a comprehensive review. *J Esthet Restor Dent*. 25(4):219-41. 2013.

PROFETA, A. et al. Experimental etch-and-rinse adhesives doped with bioactive calcium silicate-based micro-fillers to generate therapeutic resin–dentin interfaces. *Dent. Mater*. 29, 729–741. 2013.

SCHMIDLIN, P. et al. Effects of deand remineralization of dentin on bond strengths yielded by one-, three-, and fourstep adhesives. *J Adhes Dent*, 0(2):119-26.2008.

TAY, F.R; PASHLEY, D.H. Guided tissue remineralisation of partially demineralized human dentine. *Biomaterials*, 29(8):1127-37. 2008.

TEZVERGIL-MUTLUAY, A. et al. Effects of Composites Containing Bioactive Glasses on Demineralized Dentin. *Journal of Dental Research*, 96(9), 999–1005, 2017.

VOLLENWEIDER, M. et al. Remineralization of human dentin using ultrafine bioactive glass particles. *Acta Biomaterialia*, 3(6), 936–943. 2007.

WANG, Z. et al. Dentine remineralization induced by two bioactive glasses developed for air abrasion purposes. *Journal of Dentistry*, 39(11), 746–756, 2011.

WEI, S. et al. Effect of caries-affected dentin hardness on the shear bond strength of current adhesives. *J Adhes Dent*. 10(6):431-40. 2008.

APÊNDICE

1. COMITÊ DE ÉTICA



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: AÇÃO DO FLÚOR NA COMPOSIÇÃO EM BIOVIDROS DE BORATO COMO AGENTE REMINERALIZADOR

Pesquisador: Francielle Sato

Área Temática:

Versão: 2

CAAE: 90628818.8.0000.0104

Instituição Proponente: CCE - Centro Ciências Exatas

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 2.852.139

Apresentação do Projeto:

Trata-se de projeto de pesquisa proposto por pesquisador vinculado à Universidade Estadual de Maringá.

Objetivo da Pesquisa:

O objetivo primário da pesquisa consiste em "identificar a ação do Flúor, composto no Biovidro de Borato, no processo de remineralização dentinária".

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Avalia-se que os possíveis riscos a que estarão submetidos os sujeitos da pesquisa serão suportados pelos benefícios apontados.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

O intuito do desenvolvimento da pesquisa consiste em testar materiais e métodos para "verificar se a ação da adição de Flúor na composição do Biovidro de Borato, o torna um agente mais remineralizador quando comparado ao Bioglass". O objetivo final consiste em trazer benefícios para a saúde das pessoas. Conforme o projeto, "com a utilização do dente doado, será possível testar em laboratório a aplicação dos diferentes tipos de Biovidros, para que posteriormente esse protocolo seja indicado na prática clínica odontológica". Serão 15 pessoas que se dispuserem a doar dente(s) extraídos. Há uma previsão de R\$ 139,88, valor que será assumido pelos pesquisadores.

Endereço: Av. Colombo, 5790, UEM-PPG, sala 4
Bairro: Jardim Universitário **CEP:** 87.020-900
UF: PR **Município:** MARINGÁ
Telefone: (44)3011-4597 **Fax:** (44)3011-4444 **E-mail:** cocep@uem.br



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
MARINGÁ



Continuação do Parecer: 2.852.139

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Constam do projeto os seguintes documentos: Folha de rosto datada de 3 de abril de 2018, carimbada e assinada pela professora Dra. Carlos Alberto Herrero de Moraes, chefe do Departamento de Ciências da Saúde; TCLE - Termo de consentimento Livre e Esclarecido - revisado; Autorização assinada pelo coordenador geral da Clínica Odontológica da Universidade Estadual de Maringá, professor Dr. Gustavo Jacobucci Farah.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

O Comitê Permanente de Ética em Pesquisa Envolvendo Seres Humanos da Universidade Estadual de Maringá é de parecer favorável à aprovação do protocolo de pesquisa apresentado.

Considerações Finais a critério do CEP:

Face ao exposto e considerando a normativa ética vigente, este Comitê se manifesta pela aprovação do protocolo de pesquisa em tela.

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BASICAS_DO_PROJETO_1103373.pdf	24/07/2018 18:46:51		Aceito
Outros	RESPOSTAS.docx	24/07/2018 18:45:46	Francielle Sato	Aceito
Outros	Autorizacao_Clinica_Odontologica_UEM.pdf	24/07/2018 18:43:47	Francielle Sato	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	TERMO_DE_CONSENTIMENTO_LIVRE_E_ESCLARECIDO_CORRIGIDO.docx	24/07/2018 18:41:15	Francielle Sato	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	PROJETOCOMITEDEETICAPESQUISAMESTRADO.docx	09/04/2018 18:09:06	Francielle Sato	Aceito
Folha de Rosto	FOLHADEROSTOASSINADA.pdf	09/04/2018 18:06:51	Francielle Sato	Aceito

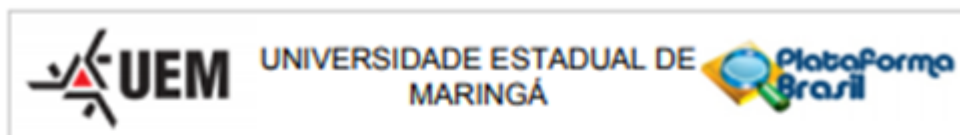
Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

Endereço: Av. Colombo, 5790, UEM-PPG, sala 4
 Bairro: Jardim Universitário CEP: 87.020-900
 UF: PR Município: MARINGÁ
 Telefone: (44)3011-4027 Fax: (44)3011-4444 E-mail: cepep@uem.br



Continuação do Processo: 2.852.138

MARINGÁ, 29 de Agosto de 2018

Assinado por:
Ricardo Cesar Gardiolo
(Coordenador)

Endereço: Av. Colombo, 5790, UEM-PPG, sala 4
Bairro: Jardim Universitário **CEP:** 87.020-900
UF: PR **Município:** MARINGÁ
Telefone: (44)3011-4597 **Fax:** (44)3011-4444 **E-mail:** copep@uem.br