

**DÉBORA PINTO ANTUNES**

**“AVALIAÇÃO DA LIBERAÇÃO DE ÍON FLUORETO DE CIMENTOS  
IONOMÉRICOS ANTES E APÓS A RECARGA E COM PROTEÇÃO DA  
SUPERFÍCIE”**

Trabalho apresentado ao PPG- Mestrado em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, para obtenção do título de Mestre. Área de concentração: Clínica Odontológica.

**Orientadora: Prof<sup>a</sup> Titular Dr<sup>a</sup>. Ivone de Oliveira Salgado**

**Co-Orientador: Prof. Dr. Renato Camargo Matos**

Juiz de Fora

2012

**DÉBORA PINTO ANTUNES**

**“AVALIAÇÃO DA LIBERAÇÃO DE ÍON FLUORETO DE CIMENTOS  
IONOMÉRICOS ANTES E APÓS A RECARGA E COM PROTEÇÃO DA  
SUPERFÍCIE”**

Trabalho apresentado ao PPG- Mestrado em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, para obtenção do título de Mestre. Área de concentração: Clínica Odontológica. Aprovada em 23 de Janeiro de 2012, pela banca examinadora composta por:

---

Prof<sup>a</sup>. Ivone de Oliveira Salgado (Orientadora)

Doutora - Departamento de Odontologia Restauradora -UFJF

---

Prof<sup>a</sup>. Leonardo César Costa

Doutora – Departamento de Odontologia Restauradora- UFJF

---

Prof. Rafael Barroso Pazinatto

Doutor – Faculdade de Odontologia- SUPREMA

## DEDICATÓRIA

À **Deus**, meu criador, meu sustentador. Toda honra e glórias sejam dadas a Ti. Obrigada por estar ao meu lado em todos os momentos.

Às meus pais, **Sônia** e **Lincoln**, que sempre me mostraram o valor do conhecimento e me ensinaram a lutar pelos meus objetivos, sendo exemplo de trabalho e honestidade para mim. Com certeza, não teria chegado até aqui se vocês não tivessem confiado em mim.

À minha irmã, **Drusila**, pelo apoio, incentivo e companheirismo. Você foi fundamental para concretização deste ideal.

## AGRADECIMENTOS

À Prof<sup>a</sup>. **Dra. Ivone de Oliveira Salgado**, o meu sincero agradecimento pelos ensinamentos valiosos, que foram fundamentais para o meu crescimento profissional.

Ao Prof<sup>o</sup>. **Dr. Renato Camargo Matos**, pela disponibilidade e conhecimentos transmitidos.

À Prof<sup>a</sup> . **Dra. Maria Auxiliadora Costa Matos e Prof. Dr. Leonardo César Costa** pela amizade e cooperação neste trabalho.

À mestre **Roberta Barreto de Mattos** pela enorme ajuda e disponibilidade. Você foi essencial para a realização deste trabalho.

Ao **Prof. Alfredo Chaoubat** pela participação na análise estatística dos resultados.

A coordenadora do PPG-Mestrado em Clínica Odontológica **Prof<sup>a</sup> Maria das Graças Afonso de Miranda Chaves** pelo apoio e incentivo à vida acadêmica desde a minha graduação.

Ao diretor da Faculdade de Odontologia **Antônio Márcio Resende do Carmo** pela amizade e apoio.

Aos Professores, pelos valiosos ensinamentos transmitidos, muitíssimo obrigada!

Aos amigos pela amizade, força e ajuda nessa caminhada.

Aos funcionários, em especial a **Wanessa**, obrigada pela contribuição na minha formação profissional.

À **Capex**, pelo apoio financeiro para a realização desta pesquisa.

À **todos** aqueles que deram um tempo de suas vidas, colaborando direta ou indiretamente não só para construção deste trabalho como também para a finalização de mais uma fase em minha vida profissional.

## RESUMO

Avaliou-se a liberação de íon fluoreto de 2 cimentos de ionômero de vidro (CIV) anidro e 2 CIVs modificados por resina composta antes e após recarga com fluoreto de sódio neutro a 2% por 4min. e a proteção da superfície do CIV Maxxion R com um adesivo odontológico, um verniz cavitário e um esmalte incolor para unhas. Com uma matriz de aço inox com 2mm x 6mm, confeccionou-se 5 corpos de prova de cada material, os quais foram imersos em 5mL de água deionizada, trocada a cada 24h. Foram realizadas leituras em um potenciômetro calibrado acoplado a um eletrodo sensível a íons fluoreto nos dias 1, 2, 9 e 17 na 1ª e 2ª etapas, e as amostras foram tamponadas com solução TISAB III. Na 2ª etapa, as amostras foram submetidas à recarga e em seguida lavadas, secas e novamente imersas em 5mL de água deionizada. Na 3ª etapa foi realizada a proteção da superfície dos CIVs e feitas leituras nos 5min., 24h, 48h e 72h. Os dados foram submetidos aos testes estatísticos Post Hoc de Tukey e t Student ( $p < 0,05$ ). Concluiu-se que os CIVs anidros tiveram maior efetividade na liberação de íon fluoreto em comparação com os CIVs modificados por resina composta e o Maxxion R apresentou um comportamento homogêneo e estatisticamente significativo nas duas etapas. Os CIVs possuem a capacidade de recarregar, especialmente os anidros. Todos os materiais protetores testados foram eficazes, e o esmalte incolor para unhas apresentou o melhor comportamento.

Palavras-chave: Cimentos dentários. Cimentos de ionômero de vidro. Materiais dentários

## **ABSTRACT**

*Was evaluated the fluoride ion release of 2 glass ionomer cements (GIC) and anhydrous 2 resin-modified GICs made before and after charge neutral sodium fluoride to 2% for 4 minutes. and protecting the surface of the IVC Maxxion R with a dental adhesive, a cavity varnish and a colorless nail polish. With an array of stainless steel with 6mm x 2mm, it was made five specimens of each material, which were immersed in 5 mL of deionized water, changed every 24 hours. Readings were taken in a calibrated potentiometer coupled to an electrode sensitive to fluoride ions on days 1, 2, 9 and 17 in the 1st and 2nd stages, and the samples were buffered with TISAB III solution. In Step 2, the samples were submitted to recharge and then washed, dried and again immersed in 5 mL of deionized water. In Step 3 was done to protect the surface of GICs and readings made in 5min., 24h, 48h and 72h. The data were subjected to statistical tests post hoc Tukey et Student ( $p < 0.05$ ). It was concluded that the GICs were more effective in anhydrous fluoride ion release compared to composite resin modified GICs and Maxxion R had a homogeneous behavior and statistically significant in two steps. The GICs have the ability to recharge, especially anhydrous. All protective materials tested were effective, and nail incolor enamel showed the best behavior.*

*Keywords: Dental cements. Glass ionomer cements. Dental materials*

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Matriz em aço inox utilizada no estudo. (A) Partes constituintes da matriz: anel, base e garfo; (B) Ao montar o garfo com espessura de 2mm forma-se a cavidade central da matriz, onde são produzidos os corpos de prova.....	37
Figura 2 – Fotografia da aplicação da pressão digital sobre a lâmina de vidro.....	38
Figura 3 – Fotografia dos corpos de prova colados na tampa do recipiente.....	38
Figura 4- Leitura no Potenciômetro acoplado aos eletrodos de referência (cor.preta) e eletrodo de íons seletivo (cor transparente).....	40
Figura 5 – Gráfico da liberação da concentração de íon fluoreto na 1ª etapa.....	43
Figura 6- Gráfico da liberação da concentração de íon flúor na 2ª etapa.....	45
Figura 7- Gráfico da liberação da concentração de íon flúor na 3ª etapa.....	48

## LISTA DE TABELAS

Tabela1- Descrição e classificação dos cimentos usados.....	35
Tabela 2- Composição dos cimentos usados.....	35
Tabela..3- Número do lote e composição do material usado para recarga.....	36
Tabela 4- Número do lote e composição dos materiais usados para proteção de superfície.....	36
Tabela 5- Valores da liberação da concentração de íon fluoreto na 1ª etapa com media e desvio padrão.....	42
Tabela 6- Valores da liberação da concentração de íon fluoreto na 2ª etapa com média e desvio padrão.....	44
Tabela 7- Valores da liberação da concentração de íon fluoreto na 3ª etapa com média e desvio padrão.....	47

**LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS**

Al <sup>3+</sup>	-	Alumínio
Ca <sup>2+</sup>	-	Cálcio
CIV	-	Cimento de ionômero de vidro
DNA	-	Deoxyribonucleic acid - (Ácido desoxirribonucléico)
F <sup>-</sup>	-	Íon flúor
°C	-	Graus Celsius
HEMA	-	Hydroxy-methyl methacrylate – ( Hidroxi-metilmetacrilato)
HF	-	Ácido fluorídrico
h	-	Horas
>	-	Maior que
®	-	Marca registrada
<	-	Menor que
µmol/L	-	Micromol por litro
min.	-	Minutos
mm	-	Milímetro
mL	-	Mililitro
mg	-	Milígrama
mg/L	-	Milígrama por litro
nº	-	Número
NaF	-	Fluoreto de sódio

KF	-	Fluoreto de potássio
kg	-	Kilograma
K	-	Potássio
mg/cm <sup>2</sup>	-	Miligrama por centímetro quadrado
pH	-	Potencial hidrogeniônico
p	-	Nível de significância estatística
ppm	-	Partes por milhão
%	-	Percentual
s	-	Segundos
g	-	Gramma
L	-	Litro
Des	-	Desmineralização
Re	-	Remineralização
S	-	Estreptococcus
FFA	-	Flúor fosfato acidulado
ISE	-	Selective indicator electrode - (Eletrodo íon seletivo)
BisGMA-		Bisphenol glycidyl methacrylate - (Bisfenol glicidil metacrilato)
UDMA-		Urethane dimethacrylate – (Uretano dimetacrilato)
TEGDMA-		Triethyleneglycol dimethacrylate – (Trietilenoglicol dimetacrilato)
ZnSO <sub>4</sub>	-	Sulfato de zinco

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	12
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	14
3 PROPOSIÇÃO.....	34
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	35
4.1 Materiais.....	35
4.2 Métodos.....	36
4.3 Metodologia estatística.....	41
5 RESULTADOS .....	42
6 DISCUSSÃO.....	49
7 CONCLUSÃO.....	55
8 REFERÊNCIAS.....	56
9 APÊNDICES.....	59

## 1 INTRODUÇÃO

No século passado, houve um grande avanço em todas as áreas da Odontologia, especialmente na área preventiva, no que diz respeito à doença cárie dentária, que é uma doença reversível, controlável e tratável, especialmente quando abordada em seus estágios iniciais, podendo ser erradicada apenas com tratamentos preventivos (WILSON e MCLEAN, 1988).

Na 2ª década do século XX, estabeleceu-se uma relação entre a utilização do íon fluoreto e a redução da cárie dentária, que se deu pelas observações em pessoas que tinham contato com o íon fluoreto na água de abastecimento e possuíam alterações no esmalte dentário, levando à manchas, mas também uma menor incidência de cáries dentárias (BUSALAF, 2008).

Além de facilitar a remineralização dos tecidos dentários durante os processos cíclicos de desmineralização e remineralização, o íon fluoreto atua nos microorganismos cariogênicos, alterando seu estado fisiológico (LOYOLA-RODRIGUES, GARCIA –GODOY e LINDQUIST, 1994).

Os CIVs são cimentos odontológicos indicados para proteção do complexo dentinopulpar, restauração e selamento (FRANCISCONI et al., 2009). A propriedade antimicrobiana do CIV está relacionada à liberação de íon fluoreto, ao baixo pH inicial e a componentes existentes no pó dos CIVs, como por exemplo, a adição de  $ZnSO_4$ , que aumenta a inibição do crescimento de *Streptococcus mutans* e a liberação do íon fluoreto, sem interferir nas propriedades mecânicas desses materiais (LOYOLA- RODRIGUES, GARCIA – GODOY e LINDQUIST, 1994).

Os CIVs têm a capacidade de recarregar e novamente liberar íons fluoreto (SILVA et al., 2010). Para que esta recarga ocorra, alguns fatores devem ser levados em conta, como: a diferença na sua composição, a difusão do fluoreto, a energia de superfície, a solubilidade e a porosidade do material restaurador, sendo a capacidade de recarga de um CIV um importante fator de

seleção desse material, devido à sua liberação por um período prolongado de íon fluoreto (MOUSAVINASSAB, 2009).

Para a obtenção de bons resultados clínicos de restaurações com os CIVs, deve-se fazer a proteção da superfície da restauração recém executada, utilizando vernizes odontológicos, resinas fluidas, esmalte incolor para unhas, adesivos odontológicos e agentes glazeadores objetivando evitar seu contato precoce com a umidade e evitar a solubilização do material na cavidade bucal (RIBEIRO et al., 2006).

Buscando um maior conhecimento e indicações precisas, desde a década de 70 são realizadas pesquisas a respeito das propriedades dos CIVs, tais como: ação antimicrobiana, opacidade e translucidez, solubilidade e desintegração (RIBEIRO et al., 2006), liberação de íon fluoreto por um período prolongado, adesão à dentina e ao esmalte (RIBEIRO et al., 2006; FRANCISCONI et al., 2009) e a estética (FRANCISCONI et al., 2009).

É de suma importância o emprego de materiais, como os CIVs, devido a sua capacidade de liberação e recarga de íon fluoreto, levando à preservação da estrutura dentária e fortalecimento dos prismas de esmalte, inibindo o surgimento de novas lesões cariosas pela sua ação anticariogênica.

A liberação de íon fluoreto, bem como a sua recarga nos CIVs e a proteção dos mesmos contra a solubilização é o objeto deste estudo.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

A descoberta do CIV ocorreu na década de 70, com os estudos sobre o cimento de silicato, no qual o ácido fosfórico foi substituído por ácidos orgânicos para diminuir a irritação da polpa dentária. De acordo com Wilson e Mclean (1988), o CIV é um material odontológico resultante de uma reação do tipo ácido - base entre íons liberados do pó do vidro e uma solução de ácido orgânico, geralmente o ácido poliacrílico. Durante a reação inicial, a superfície das partículas de vidro é degradada pelo ácido poliacrílico liberando  $Al^{3+}$  e  $Ca^{2+}$ . Esses cátions liberados fazem ligações cruzadas com as cadeias de poliácidos. Assim, o cimento é constituído de uma matriz polimérica embebida com partículas de vidro. A introdução de copolímeros à solução aquosa de ácido poliacrílico, como por exemplo, ácido tartárico e itacônico, tornaram possível a obtenção de tempos de presa e de trabalho clinicamente mais compatíveis. A reação de obtenção dos cimentos, pode ser dividida nos seguintes estágios: 1) ataque à rede vítrea e liberação dos íons metálicos, principalmente,  $Al^{3+}$  e  $Ca^{2+}$ ; 2) migração dos íons liberados das partículas vítreas na fase aquosa do cimento; 3) gelatinização do poliácido pelos outros íons metálicos; 4) endurecimento do cimento após a gelatinização. Quando ocorre o ataque ácido, os íons  $Al^{3+}$ ,  $Ca^{2+}$  e  $F^{-}$  vão sendo liberados da rede vítrea, a qual vai sendo rompida e forma-se uma camada rica em ácido silícico, o qual se geleifica, resultando em uma camada de sílica gel.

Ripa (1991), revisou a literatura questionando se há necessidade de adição de íon fluoreto aos materiais dentários e suas implicações. O íon fluoreto foi adicionado para reduzir a susceptibilidade à cárie dentária. Essa redução resulta da diminuição da solubilização ácida do esmalte pela inibição de enzimas bacterianas. Foram feitos questionamentos pertinentes a respeito da adição do íon flúor aos materiais dentais: (1) a incorporação do íon fluoreto afeta as propriedades físicas dos materiais?; (2) a presença do íon fluoreto altera o desempenho clínico do material?; (3) o íon fluoreto é liberado do material por quanto tempo e em que concentração do meio?; (4) O efeito de inibição de cárie dentária é limitado ao local de liberação?; (5) a adição de íon

fluoreto impõe algum risco ao paciente? São necessárias mais pesquisas sobre a cárie dentária secundária, a fim de desenvolver tanto uma compreensão clara da extensão do problema quanto a uma justificativa para o uso do íon fluoreto nos materiais odontológicos, que tem sido adicionado não somente nos CIVs, mas também em vernizes odontológicos, agentes de união, selantes, resinas compostas, cimentos ortodônticos e amálgama dental.

Whitford (1992), revisou a literatura sobre toxicidade aguda e crônica do íon fluoreto. Nos Estados Unidos, em 1978, houve três mortes causadas pela ingestão de flúor de produtos odontológicos. Ao avaliar quais foram as fontes de íon fluoreto que levaram a essas mortes, observou-se que advinham de fontes contendo vitaminas e produtos odontológicos, como as pastas dentais e soluções para bochecho. A toxicidade aguda ocorre quando há uma grande ingestão de íon fluoreto de uma única vez. Muitos acidentes ocorreram no final do século 19 e início do século 20, quando o íon fluoreto foi muito utilizado nas residências como inseticida. Os principais órgãos acometidos são o rim (hipercalcemia ou hipocalcemia) e o fígado (acidose metabólica). A dose letal estimada é de 32 a 64mg de íon fluoreto por kg de peso corporal. O autor sugere aos fabricantes de pastas para crianças que reduzam o diâmetro do orifício do tubo de creme e incentivem o uso de “tamanho de ervilhas” e tampas que dificultem a abertura das mesmas. Na toxicidade crônica, há a fluorose dental, que ocorre não somente pela alta quantidade íon fluoreto na água potável, mas também na dieta e em produtos odontológicos. Em abril de 1990, as preocupações sobre a possível ligação entre íon fluoreto e câncer foram levantadas mais uma vez.

Cury et al. (1993), estudou a liberação de íon fluoreto do Fluorshield em água deionizada, saliva artificial e ciclagens de pH com soluções desmineralizante (Des) e remineralizante (Re) . As amostras com água deionizada e saliva foram trocadas diariamente e quando em soluções Des e Re, os corpos de prova permaneceram 6h na Des e 18h na Re. Observou-se maior liberação de íon fluoreto em soluções Des e Re do que em água deionizada e esta por sua vez maior que na saliva. A maior liberação em Des e Re pode ser explicada em função das condições subsaturantes em Des em relação aos produtos formados no selante quando em contato com a solução

Re. Independentemente do meio, houve liberação de uma quantidade maior de íon fluoreto nas primeiras 24h, com liberação lenta após esse período. Esta liberação maior no início pode ser atribuída ao íon fluoreto fracamente aprisionado na rede da resina composta superficial ao corpo de prova, tendo em vista seu menor grau de polimerização. A água deionizada é normalmente utilizada para a avaliação da liberação de íon fluoreto, pois não promove interferência iônica.

Schultz (1994), analisou os requisitos para a confecção de um sensor para o íon fluoreto. Os sensores de íon fluoreto são nomeados de eletrodos íon-seletivo. Esses sensores não fornecem a capacidade de medir o conteúdo de íon fluoreto de forma direta nas amostras. Para confeccionar um sensor para o íon fluoreto deve-se analisar a forma em que este é encontrado, se solúvel ou insolúvel e a sua concentração. Existem diferentes concentrações do íon fluoreto no plasma e em outros tecidos, devido a essa diferença, concentrações de 0,1 a 1mg/L são taxas de sensibilidade suficientes para aplicações clínicas. Além disso, a taxa de resposta do íon fluoreto deve ser considerada, para que seja possível demonstrá-la em minutos. Sistemas biológicos para o desenvolvimento de sensores, chamados biossensores, tem o potencial de obter alta seletividade e sensibilidade através do uso do poder de amplificação das enzimas. No entanto, existem poucos estudos sobre sistemas enzimáticos que são influenciados pelo íon fluoreto. Portanto, expandiu-se a necessidade de pesquisas para encontrar as enzimas adequadas para esse fim. A enzima adenilato ciclase, poderia ser uma enzima utilizada para o desenvolvimento de um biossensor de íon fluoreto.

Loyola - Rodrigues, Garcia-Godoy e Lindquist (1994), identificaram os fatores envolvidos na atividade antibacteriana dos CIVs Fuji II LC, Fuji II tipo II, Vitremer, Vitrebond, e Ketac-Cem em estreptococos do grupo mutans. Para este fim foi usado placas de ágar infectadas com cepas de *S. mutans* e *S. sobrinus*. O efeito do pH e da liberação de íon fluoreto do CIV sobre *Streptococcus* do grupo mutans foi observada em meio ácido e neutro. Os resultados deste estudo indicaram que três dos cinco CIVs avaliados apresentaram atividade antibacteriana para as bactérias cariogênicas selecionadas. Cepas de *S. sobrinus* apresentaram diferença estatisticamente

significante com relação à propriedade antibacteriana. Essa propriedade antimicrobiana tem sido relacionada ao baixo pH inicial, liberação de íon fluoreto ou componentes químicos encontrados no pó dos CIVs, tal como por exemplo a adição de  $ZnSO_4$  aos produtos ionoméricos, que aumenta significativamente a inibição do crescimento de *Streptococcus mutans* e a liberação de flúor sem interferir nas propriedades mecânicas desses materiais.

Forsten (1998), fez uma metanálise a respeito da absorção e liberação de íons fluoreto dos CIVs e seu efeito clínico. Discutiu o efeito anticariogênico dos CIVs relacionando à sua efetiva capacidade de liberar íon fluoreto. Todos os materiais apresentam uma alta liberação de íon fluoreto diminuindo rapidamente até atingir níveis constantes. Esta atividade é mais intensa no início, principalmente nas primeiras 24h. Para escolher um tipo de material restaurador a ser utilizado, deve ser considerado o tamanho da cavidade e a atividade de cárie dentária no paciente. Se a atividade de cárie dentária for alta, os CIVs constituem a primeira escolha. Resinas compostas e amálgama são utilizados quando a liberação de íon fluoreto não é uma prioridade. No momento da aglutinação do pó do CIV com o líquido, o íon fluoreto reage com os óxidos vitrosos presentes no pó do CIV. O íon fluoreto que não reagiu com esses óxidos, constitui o íon fluoreto livre, que reage então com a hidroxiapatita do esmalte dentário, formando a fluorapatita, que é uma estrutura hipermineralizada, mais resistente à ação de bactérias cariogênicas.

Ribeiro et al. (1999), avaliaram a efetividade da proteção da superfície em CIVs modificados por resina composta determinando a absorção de corantes por espectrofotometria. Utilizou-se 224 espécimes com 4,1mm de diâmetro e 2,0 mm de altura, no Vitremer, Fuji II LC e Photac-Fii Aplicap. As amostras de controle positivo e negativo permaneceram desprotegidas, enquanto as amostras experimentais foram protegidas com resina Heilobond Light, esmalte de unha Colorama, ou revestimentos de superfície indicados pelos fabricantes dos materiais de CIV: acabamento com Gloss para o Vitremer, verniz para Fuji LC-Io, e Ketac Glaze para Photac-Fil. Os discos foram imersos em 0,05% de solução de azul de metileno por 24h exceto para o grupo controle negativo, que foi imersa em água deionizada. Após 24h, os discos foram removidos, lavados, e individualmente mergulhados em ácido nítrico a

65% por 24h. As soluções foram centrifugadas e a absorbância espectrofotométrica foi determinada em 606nm. A absorção do corante foi expressa em microgramas de corante por milímetro, e os resultados foram analisados com o teste de Kruskal-Wallis. Não houve diferenças na absorção do corante entre os 3 CIVS. A melhor proteção de superfície para os 3 materiais foi obtida com a resina Heliobond.

Randall e Wilson (1999), realizaram uma revisão sistemática da literatura sobre as evidências da capacidade dos CIVs inibirem lesões de cáries secundárias e observaram que os CIVs liberaram flúor em altas taxas inicialmente, e depois de alguns dias essa liberação foi reduzida a um nível baixo e constante por muitos anos. Foram pesquisados: o uso de gel acidificado, as bactérias envolvidas, os métodos de solubilidade do esmalte e a de liberação de íon fluoreto. Todos os trabalhos sugerem que os CIVs apresentam uma baixa incidência de cárie secundária. Existem poucos estudos clínicos que preenchem os requisitos de um julgamento correto para determinar a atividade anticariogênica dos CIVs.

Dhondt et al. (2001), estudou o mecanismo de liberação de íon fluoreto através da análise da liberação dos íons fluoreto e álcalis de uma formulação de CIV com fluoreto de vidro e de metal alcalino-livre ativado com uma solução de Fluoreto de sódio (NaF) ou Fluoreto de potássio (KF). O vidro utilizado no estudo é o aluminossilicato de cálcio. O pó de vidro foi misturado com o ácido poliacrílico liofilizado e ácido tartárico em uma razão de peso de 50:40:10. O CIV foi misturado com uma solução aquosa (pó / líquido= 2,9 g/mL), contendo NaF ou KF com concentrações de 0,476 ou 0,119 mol/L, o que corresponde a 2 ou 0,5%(m/v) de solução de NaF e 2,8 ou 0,7%(m/v) de solução de KF, respectivamente. A pasta de cimento foi inserida em um anel de aço inoxidável por 1h na sala climatizada a 37°C. Após a presa inicial 6 discos foram imersos em 10mL de água pura a 37°C por 168 dias, enquanto os outros 6 foram submetidos a temperatura de 37°C por 1 dia e em seguida a uma umidade relativa do ar de 85% por 1 semana, quando então foram imersos em água. Durante este período a água foi renovada e as concentrações de íon fluoreto das misturas foram determinadas com um eletrodo íon-seletivo calibrado com soluções padrão de íon fluoreto. Os padrões de liberação de íon fluoreto a

curto e a longo prazo não dependem do tipo de metal alcalino empregado, mas foi influenciado pelo tempo e pela concentração de íon fluoreto. A curto prazo houve menor liberação de  $K^+$  do que  $Na^+$ , observando-se que quanto maior o tempo, maior a liberação de  $K^+$  comparado com  $Na^+$ . Os íons de metal alcalino foram liberados rapidamente em comparação com o íon fluoreto. Além disso, o sódio e o potássio incorporados durante a mistura foram quase completamente liberados do cimento após 56 dias, ao contrário do íon fluoreto.

Vermeersch et al. (2001), mensuraram a liberação de íon fluoreto a curto e a longo prazo de 16 marcas comerciais: CIV anidro (Ketac-Fil aplicap, Ketac Molar, Fuji II, Fuji IX, Hi Fi, Vivaglass base); CIV modificado por resina composta (Photac-Fil, Fuji II LC, Fuji II LC, Hi Dense, Vitrebond, Vitremer); compômero (Compoglass, Dyract) e resina composta (Tetric T e Heliomolar), buscando uma correlação entre liberação de íon fluoreto em cada tipo de material em diferentes intervalos de tempo. Foram testados oito corpos de prova de cada material, com exceção do Fuji II, que foi usado como controle, com  $n= 18$ . A liberação de íon fluoreto inicial foi alta para todos os materiais durante as primeiras 24h e diminuiu drasticamente após uma semana.

Xu e Burgess (2003), avaliaram a força de compressão, liberação e capacidade de recarga do íon fluoreto de 15 materiais restauradores. Estes materiais incluem cimento de ionômero de vidro (Fuji IX, Ketac Molar, Ketac Silver, e Miracle Mix), CIV modificado por resina composta (Fuji II LC Improved, Photac-Fil, e Vitremer), compômeros (Compoglass, Dyract AP, F2000, e Hytac) e resina composta (Ariston pHc, Solitaire, Surefil e Tetric Ceram). A relação entre força de compressão e a liberação de íon fluoreto foi expressa por uma fórmula matemática, no qual observou-se que materiais restauradores com alta liberação de íon fluoreto apresentam-se com propriedades mecânicas baixas. Os CIVs modificados por resina composta apresentam alta força de compressão devido à presença da matriz resinosa, contendo sílica, copolímeros de Bis-GMA, UEDMA e TEGDMA, que geralmente têm maior força e resistência do que a rede gel formada pela reação ácido-base do CIV. No entanto, uma exceção é o CIV Ketac Molar, que apresenta maior força de compressão do que os CIVs modificados por resina composta. Em geral, materiais com alta liberação de íon fluoreto têm capacidade de recarga alta.

Marquis, Clock e Mota-Meira (2003), revisaram a literatura sobre a ação dos íon fluoreto e dos ácidos orgânicos fracos como moduladores da fisiologia microbiana. Muitas das ações do íon fluoreto estão relacionadas ao seu caráter ácido-fraco. Devido a isso, é importante comparar a ação do íon fluoreto às dos ácidos orgânicos fracos, incluindo ácidos metabólicos, ácidos graxos, que agem para remover a energia da membrana celular e também deve-se considerar as interações do íon fluoreto e ácidos orgânicos fracos com as comunidades do biofilme dental. Além de facilitar a remineralização dos tecidos dentários durante os processos cíclicos de desmineralização e remineralização, o íon fluoreto atua sobre microrganismos cariogênicos, alterando seu estado fisiológico. Os três principais mecanismos de inibição do crescimento bacteriano pelo íon fluoreto são: a adesão direta de  $F^-/HF$  a proteínas bacterianas e também a enzimas, como por exemplo, as metaloenzimas, modulando seu metabolismo; a formação de complexos íons fluoreto - metal com alumínio ou berílio e a sua ação como um condutor de prótons transmembrana. A capacidade dos ácidos fracos atuarem como condutores de prótons transmembrana ou como inibidores de enzimas é menor do que o íon fluoreto. Ao analisar os efeitos da ingestão do íon fluoreto, observa-se que o mesmo também causa efeitos na microbiota do corpo humano, não se limitando à boca humana. Alguns municípios têm reduzido a quantidade de íon fluoreto na água tratada, a fim de evitar a doença fluorose dentária. Porém, há uma necessidade do conhecimento dos efeitos do íon fluoreto adicionado na água em atuar na dentição decídua e permanente. Sugere-se uma utilização mais eficaz do íon fluoreto, possivelmente combinando-o com outros agentes ativos. A presença do íon fluoreto na cavidade bucal inibe microrganismos diretamente envolvidos no processo cariioso e também inibe algumas enzimas e proteínas reguladoras. A glicólise, que é a degradação da glicose e que tem como produto final o ácido lático, por exemplo, é inibida pela ação do íon fluoreto (mesmo em pequenas quantidades) na enzima enolase, que participa da glicólise. A enzima catalase tem a função de decompor o peróxido de hidrogênio (que é tóxico para as células) em água e oxigênio. A inibição da catalase pelo íon fluoreto tem se mostrado importante em ajudar as bactérias que não são afetadas pelo íon fluoreto a desenvolverem uma capacidade para lidar com o dano oxidativo do peróxido de hidrogênio. Pequenas quantidades

de íon fluoreto têm grandes efeitos se o ambiente estiver acidificado. A ligação do íon fluoreto a complexos de proteínas tem sido muito útil para a cristalização de diferentes formas de proteínas ou para determinar os seus mecanismos de ação. No entanto, há uma dúvida se muitas dessas ações são ou não puramente fenômenos de laboratório, útil para os biólogos, mas não muito pertinentes para a vida diária dos microorganismos.

Hicks et al. (2003), realizaram uma metanálise analisando a liberação de íon fluoreto de materiais restauradores e cáries secundárias através do estudo dos motivos que levam a substituição de restaurações, características clínicas e histopatológicas de cáries secundárias, liberação de íons fluoreto de materiais odontológicos, observação *in vitro* da liberação de íons fluoreto de materiais restauradores e cáries secundárias, liberação de íon fluoreto a longo prazo de materiais odontológicos, correlação de placa bacteriana e liberação de íon fluoreto de materiais odontológicos, recarga na liberação de íon fluoreto de materiais odontológicos, mecanismos para a prevenção da cárie em materiais odontológicos que liberam íon fluoreto.

Carey et al. (2003), determinaram a cinética da liberação de íon fluoreto de CIVs em função do pH, através do método da célula de fluxo. A hipótese testada é que o pH afeta significativamente a taxa de liberação do íon fluoreto dos CIVs. Foi utilizado um sistema de fluxo contínuo para medição dos íons fluoreto, determinando a sua liberação a partir de uma resina modificada por CIV (KetacFil®) e um eletrodo de íon seletivo para pH colocado na câmara da amostra para monitorar o pH da lixiviação do fluido. Realizou-se também uma combinação de pH de referência de íon-seletivo de fluoreto (F-ISE) com eletrodos colocados no contentor de resíduos. Esses eletrodos adicionais fornecem uma verificação do sistema da concentração de íon fluoreto acumulada e são usados para verificar a execução experimental. Após a solução de lixiviação atravessar a amostra e também por fora da amostra, foi introduzido um igual volume de TISSAB II no fluxo da amostra imediatamente antes de medir a célula que foi equipada com um F-ISE e um eletrodo de referência. A concentração de íon fluoreto foi medida continuamente pela célula. As medições foram validadas calculando a área sob a curva do fluxo de dados comparando com a concentração de íon flúor acumulada no contentor

de resíduos. As amostras de CIV (Ketac-Fil, Espe America, Inc., Norristown, PA, EUA) foram inseridas em uma matriz de teflon e removidas após 7min. Foi realizado uma perfuração formando cilindros com orifícios de 2mm em uma folha de teflon de 1,75mm de espessura. Esses cilindros foram moldados, removidos do molde e armazenados por 24h em 100% de umidade antes do início da lixiviação. A área de superfície da amostra foi equivalente à superfície de 4 restaurações de CIV. As amostras de CIV foram expostas a solução de lixiviação por pelo menos 5 dias e os experimentos foram repetidos 5 vezes em cada pH. Observou-se em todos os experimentos, uma alta liberação de íons fluoreto nas primeiras 10h, seguido por um longo período de liberação lento e constante. Essa liberação foi maior em pH 4 do que em condições de pH neutro ( $p < 0,05$  em todos os momentos). Os resultados mostram que a taxa de liberação começou com uma explosão rápida de íon fluoreto, que rapidamente diminuiu em 3 dias. Sob condições de pH neutro, a taxa de liberação de íon fluoreto em 72 horas foi significativamente mais lenta do que em pH 4. Estes achados reforçam da avaliação do pH da cavidade bucal para avaliar a liberação de íons fluoreto dos materiais dentais restauradores.

Pedrini et al. (2003), analisaram a liberação de íons fluoreto em materiais restauradores (Vitremer, Ketac-Fil II LC e Freedom), durante dois períodos de 15 dias, antes e após aplicação tópica de fluorofosfato acidulado (FFA). Foram confeccionados 6 espécimes de cada material e estocados em 2mL de água deionizada, as leituras foram realizadas a cada 24h durante 15 dias. Após este período os espécimes foram tratados com FFA 1,23% com pH 3,6 a 3,9 durante 4 min.. A média total de íon fluoreto liberado durante os 15 dias iniciais foi maior para o Vitremer e o Ketac-Fil e menores para o Fuji II LC e Freedom; e nos 15 dias finais apresentaram diferença de liberação, com maior valor para o Vitremer, seguido pelo Fuji II LC, Ketac-Fil e Freedom. A comparação dos resultados entre o 1º dia e o 16º dia (após aplicação do gel de FFA) mostrou uma maior liberação de íon fluoreto no 16º dia para o Vitremer, seguido do Fuji II LC . Alguns fatores devem ser levados em conta, como: diferença na composição, difusão do  $F^-$  em cada material, energia de superfície, solubilidade do material e a porosidade. Altas porosidades levam a uma maior facilidade de recarga e, conseqüentemente, maior liberação de íons

fluoreto após sua recarga. A maior liberação de íons fluoreto nas primeiras 24h, ocorreu provavelmente devido a reação de presa do cimento ser lenta, facilitando a liberação iônica dos elementos ativos. Embora todos os materiais avaliados reincorporaram íon fluoreto pela aplicação de FFA, os dados sugerem que, os CIV modificados por resina composta são mais eficientes para liberar íons fluoreto.

Frencken et al. (2004), realizaram uma metanálise da utilização de CIVs na técnica de tratamento restaurador traumático (ART). Essa técnica consiste na remoção do tecido dental infectado com instrumentos manuais e preenchimento da cavidade e também de fissuras com material restaurador que tenha adesão. Durante 3 anos, restaurações de amálgama com 1 face na dentição decídua obtiveram maior durabilidade do que restaurações de ART com 3 faces. Este achado não surpreende ao se considerar o tipo de cimento e o não-condicionamento da cavidade em ART. Em dois dos três estudos observou-se uma falta de experiência dos clínicos. As porcentagens de durabilidade de restaurações com ART no grupo da dentição permanente foram significativamente superiores aos de restaurações de amálgama nesse mesmo grupo durante 3 anos. O estudo recomenda cautela na elaboração de conclusões no que diz respeito à durabilidade das restaurações neste grupo. Algumas das conclusões que foram retiradas destes estudos incluem: a influência da idade sobre a durabilidade das restaurações é muito relativa; restaurações com 1 face duram um maior tempo do que restaurações com múltiplas faces; a relação custo-benefício de técnicas com ART é semelhante ao amálgama.

Rodrigues et al. (2005), avaliaram visualmente *in vitro* o efeito cariostático de materiais restauradores associados com dentifrícios. O efeito da liberação de íons fluoreto de materiais restauradores é extremamente importante para prevenir a formação de cáries secundárias. Estes dentifrícios têm sido investigados desde a década de 1950 e materiais restauradores que contenham íon fluoreto desde a década de 1970. Avaliaram, *in vitro*, o efeito cariostático de 6 materiais restauradores contendo ou não íon fluoreto (Ketac Fil, Fuji II LC, F-2000, Degufil Mineral, Sure Fil and Z-250) associados à aplicação de dentifrícios (fluoretado e não-fluoretado; Sensodyne Fórmula

Original and Sensodyne Sodium Bicarbonate) em esmalte dental humano. Cavidades de classe V foram preparadas no esmalte de 240 fragmentos dentais, divididos em 12 grupos (6 materiais e 2 dentifrícios) aleatoriamente. Após serem restauradas as cavidades, os fragmentos foram submetidos a ciclos térmicos e de desmineralização e remineralização, simulando um alto desafio cariogênico. Sobre os fragmentos restaurados, ainda, foram aplicados dentifrícios contendo ou não íon fluoreto, 5min. por dia durante 14 dias. As diferenças no desenvolvimento de lesões experimentais de cárie dentária adjacente às restaurações foram avaliadas por 5 examinadores calibrados, através de inspeção visual, atribuindo-se escores de 0 a 3. Os resultados foram submetidos ao teste de Kruskal-Wallis seguido pelo teste de comparações múltiplas ( $\alpha=0,05$ ). Quando associados ao dentifrício fluoretado, os materiais restauradores não diferiram entre si em relação ao potencial cariostático ( $p>0,05$ ). Quando os materiais foram utilizados em associação com o dentifrício não-fluoretado, o Ketac-Fil apresentou o maior potencial cariostático, seguido pelo Fuji II LC. O F-2000, Degufil Mineral, Sure Fil e Z-250 apresentaram liberação menor e semelhante entre si. O Ketac-Fil foi o único material que não diferiu significativamente quando associado com o dentifrício com ou sem íon fluoreto. Sob as condições experimentais do estudo, a associação dos materiais restauradores ao dentifrício fluoretado resultou em uma maior ação cariostática, exceto para o CIV convencional, que não diferiu com a aplicação dos dentifrícios. Por isso este estudo mostra que o íon fluoreto ministrado em concentrações baixas, mas constantes no meio bucal tem se mostrado mais eficiente que o uso de produtos com íons fluoreto em altas concentrações.

Vieira et al. (2006), os CIVs surgiram no início da década de 70 do século passado, a partir do desenvolvimento do cimento de silicato. Desde então, passou a exercer um papel significativo na Odontologia Restauradora. Primeiramente, era utilizado apenas como material restaurador em cavidades pequenas, posteriormente, passou a ser utilizado como material restauradora de cimentação de peças protéticas, núcleo de preenchimento, material para base e forramento de cavidades dentárias e selamentos de fósulas e fissuras. Mais recentemente passou a ser o material de escolha na técnica atraumática (ART), e também tem sido utilizado na Medicina e Fonoaudiologia

em tratamentos de regiões ósseas. Sua popularidade evidenciou-se devido às suas propriedades biologicamente favoráveis, por liberar íon fluoreto para o meio bucal e possuir uma adesão química à estrutura dental apesar de ainda apresentar uma solubilidade inicial crítica e um comportamento estético insatisfatório.

Busalaf et al. (2006), pesquisaram a ausência de danos no DNA em múltiplos órgãos após exposição oral ao íon fluoreto em 20 ratos Wistar com aproximadamente 150g, que foram divididos em 4 grupos: I- grupo controle; grupos 2, 3 e 4- receberam 5, 15 e 100mg/L de fluoreto de sódio (NaF), respectivamente através da ingestão de água. Após 75 dias os ratos foram mortos e analisou-se a genotoxicidade no sangue periférico do rim e fígado. O grupo tratado com 5 e 15 mg/L de íon fluoreto não mostrou alterações no esmalte dentário dos ratos. Por outro lado, o grupo exposto com 100 mg/L de íon fluoreto apresentou fluorose dentária. Em ambos os grupos (controle e experimental) não se observou alteração no metabolismo basal e nem no DNA. Este estudo demonstrou que a genotoxicidade nem sempre leva a carcinogenicidade, ou seja, para ocorrer alteração no DNA, deve ocorrer uma produção de metabólitos reativos, sua distribuição e seu efeito no núcleo da célula que está em proliferação.

Ribeiro et al. (2006), avaliaram comparativamente a solubilidade e a desintegração de CIVs modificados por resina composta e de compômeros, bem como, a necessidade ou não de aplicação de agentes de proteção sobre suas superfícies. Os materiais utilizados foram: M1-Vitremer (3M Co.); M2-Fuji II LC (GC America Inc.); M3-Dyract (Dentsply); e M4-Compoglass (Vivadent). Os agentes de proteção superficial utilizados foram: P1-Fluroshield (Dentsply) e P2-Finishing Gloss (3M Co.). Estes materiais foram submetidos a testes de solubilidade e desintegração de acordo com a norma da ISO 7489 de 1986. Aos resultados foram aplicadas transformações angulares e submetidos à análise de variância ( $p < 0,05$ ) a dois critérios fixos e teste de homogeneidade. Os CIVs modificados por resina composta e os compômeros apresentaram diferentes valores de solubilidade e, conseqüentemente, desintegração. O menor valor foi obtido pelo Dyract, seguido pelo Fuji II LC e Compoglass com valores intermediários e Vitremer com o maior valor. Concluiu-se que os

materiais submetidos à proteção superficial apresentaram menores valores de solubilidade e desintegração que os não protegidos; os agentes protetores, Finishing Gloss e Fluroshield mostraram-se eficazes para proteção superficial dos CIVs modificados por resina composta e compômeros.

Araújo et al. (2006), compararam o efeito de diferentes materiais estéticos restauradores em 60 molares decíduos quanto ao desenvolvimento de cáries dentárias secundárias. Foram lavados com água deionizada e divididos em 5 grupos de forma aleatória. Realizou-se 60 preparos cavitários classe V em suas faces vestibulares, medindo 2mm de diâmetro por 1,5mm de profundidade. Foram realizadas restaurações com Glacier (grupo 1), Vitro Fil LC (grupo 2), Ketac Molar (grupo 3), Vitremer (grupo 4) e Freedom (grupo 5). Os corpos de prova foram armazenados por 24h em um ambiente úmido. Em seguida, foram isolados com 2 camadas de verniz ácido-resistente, ficando exposta somente a restauração e 1mm de estrutura dentária ao redor da mesma; foi aplicado flúor gel neutro tópico sobre as mesmas, de acordo com as recomendações do fabricante. Depois de 30min. todos os corpos de prova foram lavados e induziu-se a formação de cárie dentária artificial nos mesmos. Após 14 dias os corpos de prova foram seccionados e submetidos a análise em microscopia ótica e medidos o comprimento, a profundidade e a extensão das lesões. Observou-se uma diferença significativa na profundidade da lesão de cárie dentária na superfície dos corpos de prova, no comprimento e na profundidade das lesões ao redor das restaurações. O Ketac Molar apresentou menor profundidade de lesão na superfície, seguido do Freedom; Vitremer; Glacier e Vitro Fil LC. Não houve diferença significativa entre a resina composta e os CIV modificados por resina composta quanto à profundidade da lesão superficial. O menor efeito inibitório no desenvolvimento das lesões ao redor das restaurações foi observado nos materiais com íon fluoreto, que apresentaram diferenças significantes quanto ao efeito inibitório de cárie secundária.

Busalaf (2008), o íon fluoreto faz parte da constituição do solo e da água e está relacionado a erupções vulcânicas. Em temperatura ambiente, encontra-se em estado gasoso, possui uma cor amarelo-pálido, é do grupo dos halogênios, tem número atômico 9 e peso atômico 19. Trata-se de um

elemento que não é encontrado na sua forma livre, ou seja, sempre está associado a outro elemento. Isso ocorre devido às suas características químicas, que lhe conferem uma grande eletronegatividade gerando uma considerável força de repulsão entre os átomos, fazendo com que cada um deles se ligue mais facilmente a outro elemento químico qualquer. Por esta razão, este trabalho na verdade refere-se não ao elemento flúor, mas ao íon fluoreto. Já nas primeiras décadas do século XX, começou-se a estabelecer uma relação entre a utilização do fluoreto e a redução da cárie dentária. Isto se deu através de observações feitas por McKay e Black, em 1916, de que pessoas que tinham nascido ou viviam desde pequenas em regiões que tinham a presença natural de íon fluoreto na água de abastecimento possuíam alterações no esmalte levando a manchas, mas também tinham uma menor incidência de cáries dentárias, sendo, dessa forma, benéfico para a Saúde Pública. Porém, altos níveis de íon fluoreto podem levar à fluorose esquelética. Isso pode ocorrer em função desse elemento ser absorvido no sistema gastrointestinal, chegando à corrente sanguínea, de onde se distribui para todos os tecidos mineralizados e não mineralizados. O conteúdo mineral do esmalte dentário é constituído por cristais de hidroxiapatita, que se acham distribuídos de modo a formar os prismas de esmalte. Entre estes prismas, encontram-se lacunas chamadas espaços interprismáticos, por onde circula o fluido do esmalte. Desta maneira, existem verdadeiras vias de circulação deste fluido, estabelecendo-se uma pressão de difusão do esmalte para a saliva e vice-versa. Toda vez que houver a produção de ácidos, em especial o ácido láctico, decorrente do metabolismo bacteriano, ocorrerá a saída de íons cálcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) e fosfato ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) dos cristais de hidroxiapatita. Assim, teremos um aumento das concentrações destes íons no fluido do esmalte e, por difusão, haverá a tendência destes íons deixarem o esmalte e difundirem para a saliva. Estamos diante de uma desmineralização. Por outro lado, quando cessa o desafio cariogênico, no momento em que a concentração de  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{PO}_4^{3-}$  na saliva for maior que a do fluido do esmalte, o fluxo de íons dá-se no sentido contrário, ou seja, da saliva para o esmalte. Neste caso, teremos uma remineralização.

Harris (2008), a medida de íon fluoreto pela potenciometria é influenciada pela força iônica, pelo pH e por espécies catiônicas polivalentes

(interferentes). A formação de ácido fluorídrico (HF) em meio ácido reduz a concentração de íons fluoreto em solução, assim a medida de potencial deve ser feita em meio tamponado na faixa de pH entre 5 e 7. Os íons fluoreto formam complexos com os cátions polivalentes, como o cálcio, magnésio, alumínio, ferro e silício, sendo que a taxa de formação destes complexos depende do pH da solução, da concentração dos íons fluoreto e da presença de outros complexantes. Assim, a presença de agentes complexantes mais forte que o íon fluoreto, como por exemplo, o citrato, complexa preferencialmente com os cátions interferentes e libera os íons fluoreto na solução.

Harris (2008), os eletrodos de íons seletivo (ISE) têm seu potencial medido através da migração dos íons em análise, neste caso fluoreto, através de uma membrana seletivamente permeável de uma região de alta concentração para uma região de baixa concentração. A migração do íon gera uma diferença de cargas na interface membrana e solução, ou seja, a magnitude da diferença de potencial elétrico pode ser relacionada a concentração do analito na solução analisada. A diferença de potencial através da membrana depende apenas da atividade do analito na solução em análise.

Markovic et al. (2008), determinaram a concentração de íons fluoreto em CIVs observando os diferentes pH e meios de armazenamento para examinar a capacidade de recarga dos materiais após a imersão em NaF. Foram testados 5 tipos de CIVs fotopolimerizáveis. Cinco discos de cada material testado foram armazenados em quatro diferentes soluções de armazenamento: I- solução salina; II- solução com pH = 2,5; III- solução com pH = 5.5, IV- solução com NaF com concentração de 500mg/L. Após 7 dias, dois discos de cada material foram transferidos da solução I, II e III para a solução NaF por 3 min.. A análise em espectroscopia de energia dispersiva foi realizada em três pontos selecionados aleatoriamente de cada disco experimental. A microscopia eletrônica por scanner foi utilizada para determinar as características morfológicas da superfície do material. Todos os materiais testados apresentaram a propriedade de recarregar as concentrações de íon fluoreto na

superfície desses materiais após imersão em solução de íon fluoreto, especialmente após terem sido submetidas a ambientes com baixo pH.

Skoog (2009), definiu potenciometria como uma medida do potencial de células eletroquímicas na ausência de correntes apreciáveis, sendo necessário um eletrodo de referência, um eletrodo indicador e um dispositivo de medida de potencial. O eletrodo de referência deve ser conhecido, constante e completamente insensível à solução em estudo. Empregado em conjunção com o eletrodo de referência está um eletrodo indicador, cuja resposta depende da concentração do analito.

Mousavinasab e Meyers (2009), pesquisaram a liberação de íon fluoreto e a absorção de 4 tipos de CIVs, 1 compômero e 1 giômero. A liberação  $F^-$  foi analisada por 21 dias. Para realizar a recarga, dividiu-se as amostras em 2 grupos, um grupo recebeu 220mg/L de íon fluoreto através de solução para bochecho e o outro grupo recebeu uma pasta de dente com 1000mg/L de íon fluoreto. O CIV Fuji VII liberou a maior quantidade de  $F^-$ . Os corpos de prova que liberaram maior quantidade de  $F^-$  forma aqueles em que se utilizou a solução fluoretada para bochecho. A capacidade de recarga de um CIV é um importante fator de seleção desse material para uso clínico, devido à liberação de íon fluoreto a longo prazo. Materiais com alta resistência geralmente liberam uma menor quantidade de íon fluoreto. Nesses materiais, é necessário uma frequente aplicação externa de íon fluoreto para manter sua alta liberação e melhorar a proteção contra as cáries dentárias.

Francisconi et al. (2009), revisaram a literatura para discutir características peculiares de CIV a respeito das suas características em restaurações de lesões cervicais não-cariosas. Restaurações com CIV têm sido muito utilizadas e o uso desse material em restaurações de lesões cervicais não-cariosas tem alcançado sucesso clínico. É desafiante o uso do sistema adesivo em lesões cervicais não-cariosas devido às várias etiologias, conformações, localizações e características estruturais e também por exigir vedamento marginal a longo prazo. O uso de restaurações com CIV tem muitas vantagens, já que o CIV apresenta boa estética, é biocompatível, libera íon fluoreto em um período prolongado e tem adesão à dentina e esmalte através de ligações iônicas. Os CIVs convencionais aderem à dentina e ao esmalte

através de ligações iônicas e polares. Esta ação cria um contato íntimo que facilita a troca de íons hidroxila pelos íons fluoreto na apatita do esmalte adjacente. Esta característica do CIV é desejável, principalmente quando o material está sendo usado como um selante em fissuras ou em restaurações preventivas. Os CIVs apresentam contração de polimerização baixa e são termicamente compatíveis com a estrutura dental. Esses materiais podem ter união com superfícies de dentina sem remover a lama dentinária e sua compatibilidade biológica está bem comprovada. Eles mantêm a adesão por longos períodos e constituem o material de escolha para serem utilizados na área cervical dos dentes. Em conclusão, deve-se enfatizar que todos os pacientes com desgaste dental devem retornar periodicamente ao seu Cirurgião-Dentista, mesmo que as lesões sejam restauradas com materiais eficazes, não só para avaliar as lesões, mas também para manter restaurações em boa forma e evitar futuras perdas de tecidos dentais.

Thanjal et al. (2010), compararam o efeito do ultrassom com o aumento na liberação de íon fluoreto a partir de CIVs convencionais GCFix (GC Dental, Japan) e KM (EMEspe, Germany) e experimentais (LG30 (Limerick University)). Comparou-se esses 2 tipos de cimentos através de uma mistura manual do pó com o líquido com uma mistura realizada dentro de uma cápsula com 19,7% de partículas da cerâmica com zircônio para avaliar o que ocorre ao substituir partículas de óxidos vitrosos dos CIVs por zircônio. O objetivo foi avaliar o efeito do ultrassom na liberação de íon fluoreto pelo CIV na água. Dez amostras experimentais de cada cimento ficaram no ultrassom por 55s. Dez amostras constituíam grupos-controle, no qual foram colocadas por 6 min. em 10mL de água deionizada, que foi trocada nos dias 1, 3, 7, 14, 21, 28. O conteúdo de íon fluoreto da solução foi medido com um eletrodo íon seletivo. Todas as amostras com ultrassom liberaram mais íon fluoreto do que os controles. Nas amostras com zircônio houve reduzida liberação de íon fluoreto. Ao comparar a mistura manual com a cápsula, não se observou efeito consistente sobre a liberação de íon fluoreto. A menor liberação de íon fluoreto na água nas amostras com zircônio indicou que o ultrassom aumenta a liberação de flúor a partir dos óxidos vitrosos.

Silva et al. (2010), avaliaram a liberação de íon fluoreto de seis cimentos de ionômero de vidro convencional e dois modificados por resina antes e após recarga com fluoreto de sódio neutro a 2%. Uma resina composta foi utilizada como grupo-controle. Cinco amostras de cada material foram confeccionadas, utilizando-se matriz de teflon de forma circular com 10mm x 2mm, e posteriormente imersas em 5mL de água deionizada que foi trocada a cada 24h. Nos dias 1, 2, 3, 5, 7 e 14 foram realizadas aferições em eletrodo específico de íons fluoreto (Orion, modelo 94-09) acoplado a um aparelho analisador digital de pH/F<sup>-</sup> (Procyon SA-720) para determinação da quantidade de íon fluoreto liberado. No momento da análise as soluções foram tamponadas com TISAB III. No 15º dia, as amostras foram submetidas à aplicação tópica de gel de fluoreto de sódio neutro gel a 2%(m/v)(Flutop Gel, SSWhite, RJ) por 4min. e em seguida foram lavadas, secas e novamente imersas em 5mL de água deionizada. Aferições da liberação de íon fluoreto foram realizadas nos dias 1, 2, 7 e 14 após a recarga. Os dados foram submetidos à análise de variância e aos testes de Tukey e de Student ( $p < 0,05$ ), que mostraram diferenças significantes entre todos os materiais testados antes e após a recarga. A ordem decrescente da liberação inicial de íons flúor dos materiais foi MaxxionR > VidrionR > Vitro Fil > Vitro Molar > Vitro Fil LC > Rifa Self Cure > Vitremer > Ketac Molar > Z-250. Após a aplicação de fluoreto de sódio neutro gel a 2%, observou-se em todos os materiais testados um aumento nos níveis de liberação de íons fluoreto. O processo de liberação de íon fluoreto ainda não foi completamente definido, podendo ser influenciado pela composição do material, pela proporção pó-líquido, pela manipulação, pelo íon flúor disponível, pelo pH e o tipo de material protetor. Os CIVs apresentaram um padrão de liberação de íon flúor elevado no período inicial, nomeado “efeito explosão”, seguido de rápido declínio após 3 dias. Depois, os níveis permaneceram baixos e constantes, tendendo a estabilização. Inicialmente, o fluoreto encontra-se na partícula de vidro, e durante a formação do cimento é liberado na fase aquosa ácida e se aderem à matriz de gel. A presença do íon flúor livre neste cimento após a presa é responsável pela continuada liberação de íon fluoreto. Os CIVs podem recarregar e re-liberar íon fluoreto, contribuindo para a inibição da cárie dentária. Portanto, estudos da

liberação de íons fluoreto antes e após recarga, são de grande importância na avaliação do potencial preventivo destes materiais.

Sachin (2011), realizou uma revisão de literatura acerca dos efeitos preventivos do uso de CIV e resina composta para inibição da cárie dentária e selamento de cicatrículas e fissuras. Foram revisados 112 artigos e concluíram que não há diferença dos efeitos preventivos de cárie dentária quando os dentes foram selados com CIV ou selantes à base de resina composta. O uso do CIV sozinho ou incluído em materiais restauradores é vantajoso, por proporcionar união à dentina e esmalte, além de liberar íon fluoreto por um período prolongado. A aderência à dentina e esmalte ocorre através de ligações iônicas criando um contato íntimo que facilita a troca de íons fluoreto e íons hidroxila na apatita do esmalte adjacente. Quando se reuniu todos os dados da revisão feita por cinco anos, não encontraram nenhuma diferença estatística entre os dois materiais. Por isso a escolha de se usar CIV ou resina composta para selantes depende de fatores tais como: iluminação, controle de umidade, hábitos do paciente e preservação.

Ashwin e Arathi (2011), realizaram um estudo para comparar a microinfiltração marginal entre o CIV Fuji-VII (GC Corporation, Tokyo, Japan) e a resina composta autopolimerizável 3M Concise (3M Dental Products, St. Paul, EUA). A amostra constituiu-se de 16 dentes humanos hígidos, que foram submetidos a preparos classe I e divididos em 2 grupos, sendo oito dentes para cada material, no qual em um grupo foi aplicado o CIV e no outro a resina composta autopolimerizável na região de cicatrículas e fissuras. Os dentes foram armazenados em soro fisiológico, seccionados e examinados com uma lupa. Em seguida foram submetidos à termociclagem por 125 ciclos de 5°C e 50°C. Os ápices dos dentes foram cobertos com Fuji-VII seguido pela imersão em metileno 2% (Qualigens Fine Chemicals, Mumbai, Índia) por 48h. Após a remoção do corante, foram limpos e lavados com água. Os dentes foram seccionados longitudinalmente e analisados em estereomicroscopia para avaliar a profundidade de penetração dos materiais nas margens cavo superficiais. Para análise estatística foi utilizado Mann-Whitney para comparação entre grupos. O resultado foi estatisticamente insignificante ( $p > 0,05$ ), indicando que a capacidade de selamento do CIV é relativamente

semelhante à das resinas compostas autopolimerizáveis. A maior vantagem do uso do CIV como selante de fósulas e fissuras é a liberação de íon fluoreto , que resulta em um aumento da resistência das fissuras à desmineralização. Esta liberação de íon fluoreto continua mesmo quando os selantes parecem ter sido perdidos, pois resta uma fina camada de CIV no fundo das fissuras, ocorrendo um aumento da concentração de íon fluoreto na saliva, durante um ano após a colocação de restaurações de CIV. Os fabricantes informam que o CIV Fuji-VII libera íon fluoreto seis vezes mais em comparação com outros CIVs de alta resistência. Concluíram que o CIV é um material promissor como selante de fissuras, devido à sua adicional liberação de íon fluoreto quando comparado com a resina composta autopolimerizável.

### **3 PROPOSIÇÃO**

Verificar a liberação de íon fluoreto de 4 CIVs antes e após a recarga com flúor tópico neutro gel e avaliar a liberação de íon fluoreto no CIV MaxxionR após a proteção de superfície com verniz cavitário, adesivo odontológico e esmalte incolor para unhas.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. MATERIAIS

Neste trabalho foram estudados 4 diferentes CIVs, que podem ser verificados na tabela 1, com seus respectivos lotes, fabricantes e classificação, enquanto que na tabela 2 são descritas suas composições químicas conforme as informações dos fabricantes.

**Tabela 1.** Descrição e classificação dos materiais usados.

TIPO	VIDRION R	MAXXION R	VITROFILL LC	VITREMER
CLASSIFICAÇÃO	Anidro	Anidro	Modificado por resina composta	Modificado por resina composta
FABRICANTE	SSWhite, Rio de Janeiro, Brasil	FGM, Joinville, Brasil	DFL, Rio de Janeiro, Brasil	3M ESPE, St.Paul, EUA
Nº DO LOTE	1043509	10121696	10121696	30331A3
VALIDADE	07/2012	08/2012	11/2012	06/2012

**Tabela 2.** Composição química dos materiais usados.

MATERIAL	COMPOSIÇÃO DAS PARTÍCULAS DO PÓ	COMPOSIÇÃO DO LÍQUIDO
Maxxion R	fluoreto de cálcio, ácido policarboxílico vidro de aluminofluorsilicato	ácido poliacrílico, água destilada
Vidrion R	pigmentos, sulfato de bário, ácido poliacrílico fluorsilicato de sódio, sulfato de cálcio e alumínio	ácido tartárico, água destilada
Vitremer	pigmentos, ácido ascórbico, persulfato de potássio, cristais de fluoraluminosilicato	canforoquinona, água destilada, HEMA, grupos metacrilatos, ácido polialcenólico
Vitro Fil LC	carga, ativadores, óxido de ferro, silicato de estrôncio-alumínio	canforoquinona, peróxido de benzoíla, solução aquosa de ácidos poliacrílico e tartárico, 2-hidroxietil metacrilato

O material utilizado para recarga está descrito na Tabela 3, com seu número de lote e composição química.

**Tabela 3.** Número do lote e composição química e data de validade do material da recarga

MATERIAL	Flúor neutro gel 2%(m/v)
LOTE	11050662
COMPOSIÇÃO	Fluoreto de sódio, sacarina
VALIDADE	02/2013

Os materiais selecionados para a proteção da superfície encontram-se descritos na Tabela 4, com seus respectivos número de lote e composição química.

**Tabela 4.** Nº do lote, composição e data de validade dos materiais usados para proteção de superfície.

MATERIAL	Adesivo	Verniz cavitário	Esmalte para unhas
LOTE	N112041	48110	C10L1909
COMPOSIÇÃO	Bisfenoldiglicidildimetacrilato (BisGMA), 2hidroxietilmetacrilato (HEMA) e canforoquinona	Resina <i>Staybilité</i> (Ester.10) e Dimetilcetona	Tolueno, butil acetato, nitrocelulose, cânfora, resina toslamideformaldeídoetil acetato, citrato tributil acetil, álcool etil, pantotenato de cálcio
VALIDADE	09/2012	05/2012	02/2013

## 4.2 MÉTODOS

Neste estudo foram confeccionados 20 corpos de prova no Laboratório de Pesquisa da Faculdade de Odontologia da UFJF e as análises químicas foram realizadas no Núcleo de Pesquisas em Instrumentação e Separações Analíticas do Instituto de Ciências Exatas da Universidade Federal de Juiz de Fora/MG.

O trabalho foi dividido em 3 etapas: Para a 1ª e a 2ª etapas foram confeccionados 5 corpos de prova de cada um dos 4 CIVs para restauração MaxxionR (FGM, Joinville/Brasil), Vidrion R SSWhite (Rio de Janeiro, Brasil), Vitremer (3M ESPE, St.Paul, EUA) e Vitro Fil LC (DFL, Rio de Janeiro, Brasil).

Para a 3ª etapa confeccionou-se 9 corpos de prova com o CIV Maxxion R distribuídos em 3 grupos com 3 corpos de prova cada.

Para a confecção dos corpos de prova, utilizou-se uma matriz de aço inox elaborada pelo Laboratório de Usinagem e Manufatura do Colégio Técnico Universitário da UFJF. Tal matriz foi idealizada pela Profª Dra. Ivone de Oliveira Salgado, Prof. Dr. Jalon de Moraes Vieira e pela Mestre Roberta Mattos Barreto.

Essa matriz de aço inoxidável é constituída de 3 partes distintas: uma base contendo um pino central medindo 6mm de diâmetro, um anel com um orifício central também medindo 6mm de diâmetro, que adapta-se ao pino central da base e um garfo com 2mm de espessura, que encaixa abaixo no pino central da base sob o anel, que quando montadas formavam na matriz uma cavidade na sua região central com 2mm de profundidade por 6mm de diâmetro onde foram confeccionados todos os corpos de prova utilizados nas 3 etapas deste estudo. A ilustração deste dispositivo encontra-se na Figura 1.



**Figura 1.** Matriz em aço inox utilizada no estudo. (A) Partes constituintes da matriz: anel, base e garfo; (B) Ao montar o garfo com espessura de 2mm forma-se uma cavidade central da matriz, onde são produzidos os corpos de prova.

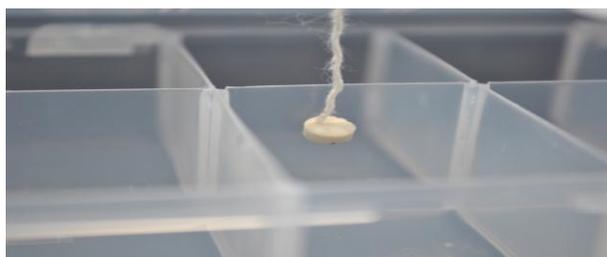
Esta matriz permitiu que todos os corpos de prova possuíssem iguais quantidades dos materiais testados. Os CIVs foram manipulados por um único operador previamente calibrado, seguindo as recomendações dos fabricantes e foram inseridos na matriz através de uma Seringa Centrix (DFL, Rio de Janeiro, Brasil). Para a polimerização dos CIV modificados por resina composta utilizou-se por 40s o aparelho LED D700 (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, Brasil) na superfície do corpo de prova sobre a lâmina com intensidade de luz aferida de 722 mV/cm<sup>2</sup> conforme leitura em um radiômetro Ecel RD-7 (Ecel, São Paulo, Brasil).

Após a lubrificação da matriz com vaselina sólida e preenchimento com o CIV, adaptava-se um fio de algodão com 5cm sobre o corpo de prova e posicionava-se uma lâmina de vidro de 2mm de espessura exercendo sobre ela uma pressão digital firme e constante por 1min., com o dedo indicador direito, para o extravasamento do excesso de material e a obtenção de uma superfície lisa e regular. Os excessos foram removidos com uma espátula Thompson nº 2 (Miltex INC, EUA) (Figura 2).



**Figura 2.** Aplicação de pressão digital sobre a lâmina de vidro.

Após a confecção dos corpos de prova, estes foram mantidos por 48h em um recipiente plástico com tampa contendo uma espuma úmida até que se completasse a reação de geleificação do CIV. Em seguida cada corpo de prova foi fixado com uma cola à base de éster de cianoacrilato na extremidade do fio de algodão à tampa do recipiente plástico, contendo 5mL de água deionizada (Millipore, São Paulo, Brasil) em que ao tampar este recipiente esses corpos de prova ficavam suspensos em contato somente com a água deionizada (Figura 3), e mantidos a 37°C em estufa bacteriológica (Nova Ética, Curitiba, Brasil).



**Figura 3.** Corpo de prova colado na tampa do recipiente plástico

Após 24h de imersão na água deionizada, retirou-se da estufa a amostra desta água, para que fosse feita a análise da liberação da concentração de íon fluoreto. A cada 24h era trocada a água deionizada dos recipientes devidamente identificados onde estavam localizados os corpos de prova, e as amostras foram colhidas nos dias 1, 2, 9 e 17 e imediatamente levadas ao potenciômetro para realização das leituras. As amostras dos demais dias eram descartadas diariamente. Os recipientes em que estavam os corpos de prova eram lavados com água deionizada corrente por 20s e secos com lenço de papel duplo (Kleenex, São Paulo, Brasil) para evitar alterações nos resultados dos testes subsequentes. Vale ressaltar que o dia 1 corresponde ao 3º dia após a confecção dos corpos de prova pois aguardou-se 48h para que completasse a reação de geleificação dos materiais testados, e em seguida os corpos de prova foram inseridos em 5mL de água deionizada e após 24 foi feita a primeira análise.

A quantificação do íon fluoreto foi efetuada em todas as etapas após uma diluição da amostra usando a solução TISAB III (*Total Ionic Strength Adjustment Buffer*) que é tamponadora e estabilizadora da força iônica, a qual foi constituída de 58,44g NaCl - para ajustar a força iônica + 61,50g acetato de sódio como solução tampão + 0,29g de citrato de sódio - para complexar íons interferentes + 15mL de ácido acético concentrado como solução tampão, sendo o volume final desta solução diluída para 1L. Essa solução foi produzida no Laboratório do Núcleo de Pesquisas em Instrumentação e Separações Analíticas do Instituto de Ciências Exatas da Universidade Federal de Juiz de Fora/MG.

Os eletrodos de íons seletivo (ISE) têm seu potencial medido através da migração de uma região de alta concentração para uma região de baixa concentração dos íons em análise, neste caso o fluoreto, através de uma membrana seletivamente permeável. A migração do íon cria uma diferença de potencial elétrico através da membrana. A magnitude da diferença de potencial elétrico indica as concentrações que podem ser relacionadas a concentrações do analito a ser analisado (HARRIS, 2008).

Utilizou-se um Potenciômetro modelo DM-22 (Digimed, Rio de Janeiro, Brasil) acoplado a um eletrodo sensível a íons fluoreto com cristal de  $\text{LaF}_3$  dopado com  $\text{Eu}^{2+}$  (Sentek, Essex, England), como eletrodo indicador e um eletrodo de  $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{sat})}$  como eletrodo de referência. O sistema foi previamente calibrado com uma série de 5 soluções de fluoreto nas concentrações de 0,4; 2; 4; 20 e 40mg/L após o tamponamento com TISAB III na proporção de 1:10 para que fosse obtida uma curva de calibração (Figura 4).



**Figura 4.** Leitura no Potenciômetro acoplado aos eletrodos de referência (cor preta) e eletrodo de íons seletivo (cor transparente).

Para a análise do íon fluoreto liberado pelos CIVs, misturou-se 1mL da amostra contendo o íon liberado, 2,5mL de TISAB III e completou-se com água deionizada um balão volumétrico de 25mL (Uniglass, São Paulo, Brasil). A solução foi homogeneizada, colocada em uma célula eletroquímica de vidro (Vidrolabor, São Paulo, Brasil) e o potencial da solução foi medido usando o ISE.

Na 2ª etapa foi realizada a recarga dos CIVs testados na 1ª etapa utilizando flúor tóxico neutro gel a 2%(m/v) (Flugel, DFL, Rio de Janeiro, Brasil). Os corpos de prova foram secos com lenço de papel duplo e submetidos à aplicação tópica por 4min.. Para remover os excessos do gel, os corpos de prova foram lavados por 30s com água deionizada e secos com lenço de papel duplo e novamente imersos em 5mL de água deionizada e esta foi trocada diariamente sendo realizadas as leituras no potenciômetro nos dias 1, 2, 9 e 17.

Na 3ª etapa realizou-se a proteção da superfície de 9 corpos de prova confeccionados, especialmente para esta etapa, com o CIV MaxxionR por apresentar um comportamento homogêneo de liberação de íons fluoreto, estes foram divididos em 3 grupos, no qual utilizou-se no grupo I o adesivo Adper Scotchbond (3M ESPE, St. Paul, EUA); no grupo II o esmalte incolor para unha (Risqué, Curitiba, Brasil) e no grupo III o verniz cavitário Varnal (Biodinâmica Paraná, Brasil). Nesta etapa foram empregados os mesmos critérios das etapas anteriores, exceto que as leituras foram feitas nos 5min. iniciais e em 24h, 48h e 72h.

Em todas as etapas foram realizadas 5 medidas de potencial para cada amostra nos dias estudados e os valores de potencial referente a liberação da concentração de íons fluoreto foram obtidos e tratados usando o programa computacional Microsoft Excel que calculava a concentração em mg/L do íon fluoreto através da fórmula  $E_{cel} = A + BpF$ , onde os valores de A e B foram obtidos usando uma curva de calibração previamente construída.

### **4.3 METODOLOGIA ESTATÍSTICA**

Foi aplicado o teste Post Hoc de TUKEY com  $p < 0,05$ , para comparação duas a duas das médias da liberação de íons fluoreto nas amostras dos produtos testados. Para comparação das médias entre os grupos em relação aos dias de leitura entre a 1ª e a 2ª etapa deste trabalho foi utilizado o teste t de Student e na 3ª etapa para a comparação entre os materiais protetores testados.

## 5 RESULTADOS

Os resultados da liberação de íon fluoreto foram obtidos através da leitura em um potenciômetro previamente calibrado acoplado a um eletrodo seletivo de íons fluoreto.

Na 1ª etapa, foram realizadas 5 leituras para cada corpo de prova nos dias 1, 2, 9 e 17, e obtidas as médias e a partir destes, o desvio padrão de cada cimento testado, conforme expresso na tabela 5.

**Tabela 5-** Valores da liberação da concentração de íon fluoreto na 1ª etapa com médias e desvios padrão.

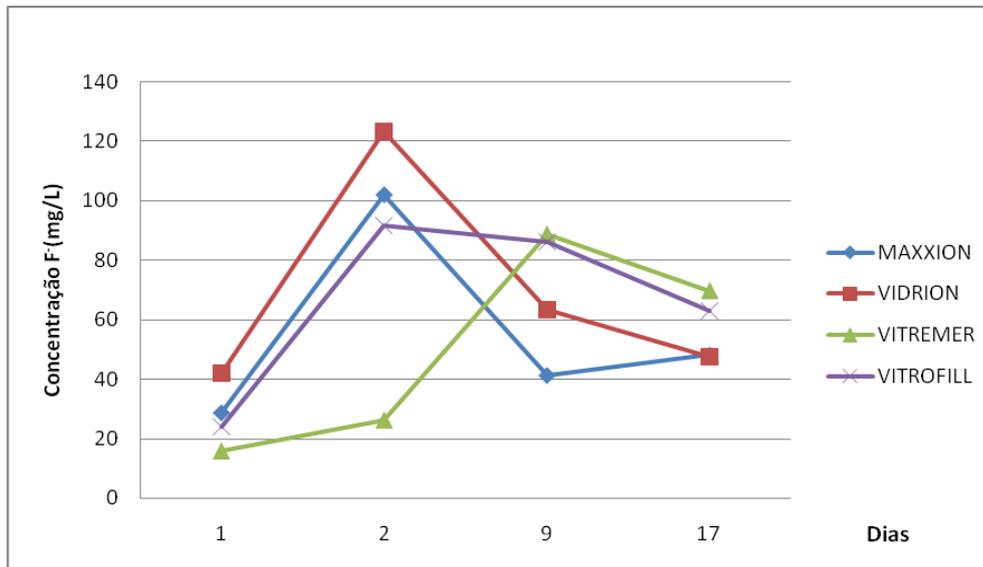
DIAS DE LEITURA	1		2		9		17	
	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão
MAXXION	28,81	3,42	101,87	5,13	41,30	3,24	48,12	2,52
VIDRION	42,06	8,61	123,29	12,92	63,42	8,44	47,54	16,73
VITREMER	15,74	3,72	26,15	7,81	88,67	1,25	69,68	5,95
VITRO FIL LC	23,98	4,58	91,74	2,01	86,09	12,10	62,95	1,46

Para cada material testado, foram confeccionados 5 corpos de prova e realizadas 5 leituras para a obtenção das médias para cada corpo de prova testado.

É importante ressaltar que o dia 1 corresponde a 72h após a confecção dos corpos de prova, pois aguardou-se 48h para que completasse a reação de geleificação dos materiais testados, e em seguida os corpos de prova foram inseridos em 5 mL de água deionizada e após 24h foi feita a primeira análise.

Os valores expressos em mg/L correspondem às médias da liberação das concentrações de íons fluoreto e estão registrados no eixo das coordenadas no gráfico da figura 5, e, no eixo das ordenadas, foram

registradas as médias das leituras dos dias 1, 2, 9 e 17, dias estes aleatoriamente selecionados para a realização das leituras, oriundas das amostras de água deionizada dos 20 corpos de prova.



**Figura 5-** Gráfico da liberação da concentração de íon fluoreto na 1ª etapa

A liberação de íon fluoreto referente à 1ª etapa no dia 1 (72h após a confecção dos corpos de prova) em ordem decrescente dos materiais foram: Vidrion R > Maxxion R > Vitro Fil LC LC > Vitremer.

No dia 2, os CIVs Maxxion R, Vidrion R e Vitro Fil LC sofreram queda da liberação da concentração de íon fluoreto, ao contrário do Vitremer.

No dia 9 o Vidrion R, o Maxxion R e o Vitro Fil LC apresentaram queda na liberação da concentração de íon fluoreto, queda esta que se prolongou até o dia 17.

No dia 9, o Vitremer apresentou sua maior liberação da concentração de íon fluoreto, seguida de queda até o dia 17.

Todos os materiais liberaram íon fluoreto em água deionizada, com máxima liberação no dia 2, seguida de queda até o dia 17, com exceção do Vitremer.

Foi aplicado o teste Post Hoc de TUKEY comparando a média da liberação da concentração de íon fluoreto nos dias de leitura, e observou-se que houve diferença estatisticamente significativa na 1ª etapa para o Maxxion entre as medidas do dia 1 e 2, 1 e 9, 1 e 17, 2 e 9, 2 e 17; para o Vidrion, entre as medidas do dia 1 e 2, 2 e 9, 2 e 17; para o Vitremer, entre os dias 1 e 9, 1 e 17, 2 e 9, 2 e 17 e para o Vitro Fil LC, 1 e 2, 1 e 9, 1 e 17. Portanto, pode-se observar que a partir do dia 9, não houve significância nos valores de liberação de íon fluoreto em nenhum dos materiais testados e apenas o Vitremer, não apresentou diferença significativa entre o dia 1 e o dia 2.

Somente o Vidrion R não apresentou diferença estatisticamente significativa nos dias 1 e 9 e 1 e 17.

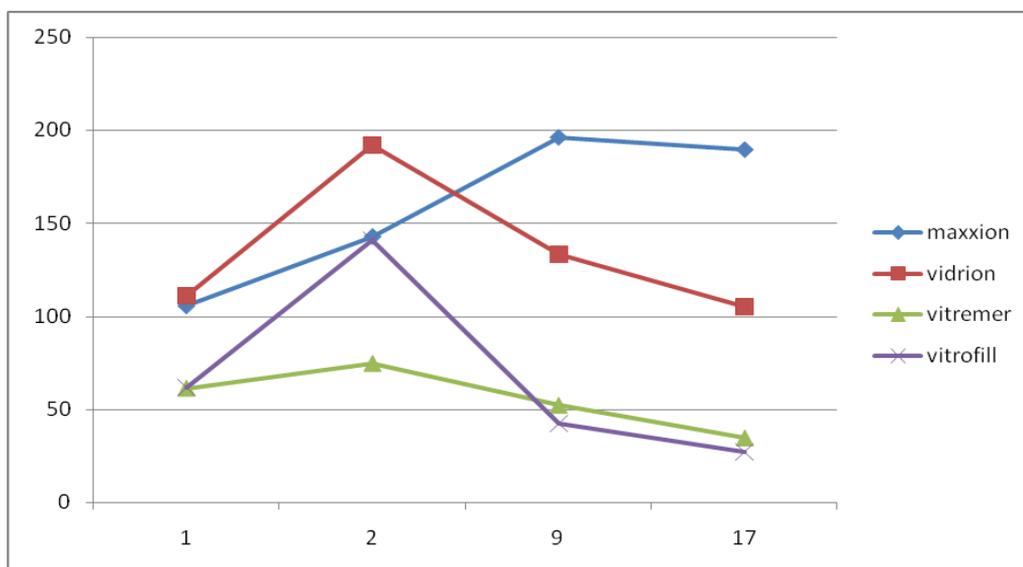
Na 2ª etapa, foi realizada a recarga dos mesmos 20 corpos de prova dos 4 materiais testados na 1ª etapa utilizando flúor neutro gel tópico a 2%(m/v) e foram feitas 5 leituras para cada corpo de prova nos dias 1, 2, 9 e 17 para obtenção das médias e do desvio padrão de cada cimento testado, expressos na tabela 6.

**Tabela 6-** Valores da liberação da concentração de íon fluoreto na 2ª etapa com médias e desvios padrão.

DIAS DE LEITURA	1		2		9		17	
MÉDIAS/DESVIO PADRÃO	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão
MAXXION	105,5	7,56	142,77	9,51	195,9	20,10	189,4	3,44
VIDRION	111,0	10,22	192,10	23,34	133,4	10,86	105,1	5,63
VITREMER	61,58	5,03	74,85	2,99	52,34	1,88	34,78	1,92
VITRO FIL LC	61,56	0,98	140,86	15,14	42,24	1,22	26,87	1,99

No eixo das coordenadas no gráfico da figura 6 estão registrados os valores expressos em mg/L que correspondem às médias da liberação das concentrações de íons fluoreto. No eixo das ordenadas, foram registradas as médias das leituras das amostras de água deionizada dos dias 1, 2, 9 e 17,

dias estes que foram contados a partir do 1º dia após a recarga, ou seja do 20º dia após a confecção dos corpos de prova testados.



**Figura 6-** Gráfico da liberação da concentração de íon fluoreto na 2ª etapa

No dia 1 da 2ª etapa, os CIVs modificados por resina composta, apresentaram uma pequena liberação de íons fluoreto, e quando comparados todos os materiais testados, esta liberação ocorreu na seguinte ordem decrescente: Vidrion R, Maxxion R e concomitantemente Vitro Fil LC e Vitremer.

No dia 2, todos os materiais testados apresentaram um aumento na liberação da concentração de íon fluoreto e a partir deste dia, todos os materiais apresentavam queda nesta liberação, com exceção do Maxxion R.

Os CIVs anidros apresentaram uma maior liberação da concentração de íons fluoreto em comparação com os modificados por resina composta.

No dia 9, o Maxxion R foi o material que apresentou a maior liberação da concentração de íons fluoreto e o Vidrion R apesar de ter apresentado queda em relação ao dia 2, continuou com uma alta liberação da concentração de íon fluoreto e os CIVs modificados por resina composta apresentaram queda nesta

liberação, com valores menores que nos dias 1 e 2 e esta queda continuou até o dia 17.

No dia 17, ocorreu uma liberação da concentração de íons fluoreto maior nos CIVs anidros do que nos CIVs modificados por resina composta e o Maxxion R manteve uma alta liberação da concentração de íon fluoreto.

Ao aplicar o teste Post Hoc de TUKEY comparando a média da liberação da concentração de íon fluoreto após a recarga nos dias de leitura, observou-se que houve uma diferença do Maxxion R estatisticamente significativa nas seguintes comparações: entre as medidas dos dias 1 e 2, 1 e 9, 1 e 17, 2 e 9, 2 e 17, 9 e 17; para o Vidrion R entre as medidas dos dias 1 e 2, 1 e 17, 2 e 9 e 2 e 17; para o Vitremer entre os dias 1 e 9 e 1 e 17 e para o Vitro Fil LC entre os dias 1 e 2, 1 e 17.

Comparando o dia 2 com os dias 9 e 17 observou-se que apenas nos CIVs anidro ocorreu significância entre a liberação da concentração de íon fluoreto.

Comparando o dia 9 com o dia 17 observou-se que apenas o CIV anidro Maxxion R apresentou significância estatística na liberação da concentração de íon fluoreto.

O Maxxion R apresentou uma liberação de íon fluoreto estatisticamente significativa em todos os dias testados.

Quando comparada a 1ª com a 2ª etapa, aplicando o teste t de Student, todos os materiais apresentaram diferença estatisticamente significativa no que diz respeito à capacidade de recarga do íon fluoreto em todos os dias testados, exceto no dia 2 para o Vidrion R e para o Vitro Fil LC.

A liberação da concentração de íon fluoreto na 1ª e na 2ª etapa, o Maxxion R apresentou um comportamento mais homogêneo.

Na 3ª etapa, foi realizada a proteção da superfície de 9 corpos de prova do CIV Maxxion R, sendo 3 corpos de prova para cada material protetor testado: o adesivo odontológico Adper Scotchbond, o verniz cavitário Varnal e

o esmalte incolor para unhas. Foram realizadas 5 leituras para obtenção das médias e a partir destas o desvio padrão de cada material protetor testado.

Após a obtenção das amostras de água deionizada nos 5 min., em 24h, em 48h e em 72h, foram realizadas leituras em um potenciômetro (tabela 7).

**Tabela 7-** Valores da liberação da concentração de íon fluoreto na 3ª etapa com média e desvio padrão.

LEITURAS	5min.		24h		48h		72h	
	Média	Desvio padrão						
ADESIVO	8,36	1,00	75,58	16,69	65,48	3,44	70,46	3,80
VERNIZ	2,70	,39	79,86	5,66	66,12	10,32	71,14	11,32
ESMALTE	3,38	,15	68,28	9,02	44,68	2,94	47,60	3,22

Nos primeiros 5min. todos os materiais testados protegeram a superfície dos corpos de prova, sendo que apenas o adesivo odontológico permitiu uma pequena liberação da concentração de íon fluoreto.

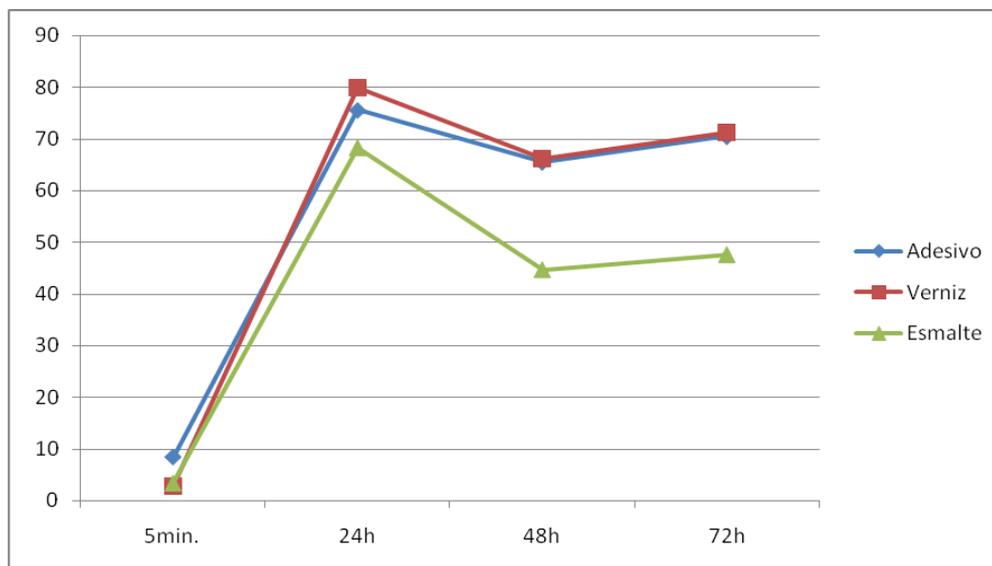
O verniz cavitário obteve o maior valor de liberação da concentração de íon fluoreto nas 24h, seguido do adesivo odontológico e do esmalte incolor para unhas.

Nas 24h a liberação de íon fluoreto foi a mais acentuada, seguida de uma pequena queda nas 48h com um pequeno aumento em todos os materiais de proteção nas 72h.

O adesivo odontológico e o verniz cavitário obtiveram valores semelhantes de liberação de íon fluoreto nas 48h e nas 72h e maior que o do esmalte incolor para unhas.

A menor liberação da concentração de íon fluoreto apresentada foi pelo esmalte incolor para unhas.

Estes resultados anteriormente citados estão descritos no gráfico da Figura 7.



**Figura 7**– Gráfico da liberação da concentração de íon fluoreto na 3ª etapa

Ao submeter os resultados da 3ª etapa ao teste Post Hoc de Tukey, observou-se que em todos os materiais, comparando os primeiros 5 min. com os outros tempos, as diferenças entre as médias da liberação das concentrações de íon fluoreto foram estatisticamente significantes.

Ao comparar os demais tempos, tanto o verniz quanto o esmalte incolor para unhas apresentou diferença estatisticamente significativa nos tempos de 24h e 48h e 24h e 72h.

Ao comparar os materiais testados nos primeiros 5min., ocorreu uma liberação da concentração de íon fluoreto estatisticamente significativa.

Nas 24h todos os materiais testados apresentaram suas maiores liberações da concentração de íon fluoreto, e houve diferença estatisticamente significativa entre o esmalte odontológico e o verniz cavitário.

Nas 48h e 72h, tanto o adesivo odontológico quanto o verniz cavitário em relação ao esmalte incolor para unhas apresentaram diferenças estatisticamente significantes no que diz respeito à liberação da concentração de íon fluoreto.

## 6 DISCUSSÃO

O íon fluoreto é um dos principais elementos utilizados para a prevenção de cárie dentária (BUSALAF, 2008) e a sua presença na cavidade bucal favorece a transformação da hidroxiapatita em fluorapatita, reduzindo a sua dissolução, que pode ser causada pela produção de ácidos da placa bacteriana (LOYOLA - RODRIGUES, GARCIA – GODOY e LINDQUIST, 1994; FORSTEN, 1998). Além disso, o íon fluoreto atua nos microorganismos cariogênicos, alterando seu estado fisiológico através: da sua adesão direta à enzimas e à outras proteínas bacterianas; da formação de complexos de íons fluoreto com alumínio ou berílio e da sua ação como um condutor de prótons transmembrana (MARQUIS et al., 2003).

Salienta-se a importância da constante presença do íon fluoreto na cavidade bucal e em materiais odontológicos que tenham capacidade de liberar e recarregar íon fluoreto deixando as estruturas mineralizadas dos dentes mais resistentes (MOUSAVINASAB e MEYERS, 2009; SILVA et al., 2010).

Os CIVs são materiais de uso odontológico que podem ser indicados para: o tratamento de ART (FRENCKEN et al., 2004), a inibição de cárie dentária (ARAÚJO et al., 2006); o tratamento de lesões não cariosas (FRANCISCONI et al., 2009), o selamento de cicatrículas e fissuras (SACHIN, 2011) e ainda para evitar a microinfiltração marginal (ASHWIN e ARATHI, 2011) devido as ligações iônicas com o esmalte e a dentina (FRANCISCONI et al. 2009; SACHIN, 2011).

Dada a importância, supracitada, da presença dos íons fluoreto nas estruturas mineralizadas dos dentes, neste trabalho avaliou-se os níveis da concentração de liberação de íon fluoreto dos 4 CIVs sendo 2 anidros e 2 modificados por resina composta.

A potenciometria é um método eficaz para verificar a diferença de potencial de uma solução (SKOOG, 2009). Esta diferença é convertida no valor

de concentração do íon em análise, presente na solução, através de uma curva de calibração (HARRIS, 2008).

No presente estudo foi empregada a potenciometria, para realizar a análise da liberação da concentração de íon fluoreto de CIVs antes e após a recarga dos mesmos, bem como após o emprego dos protetores testados.

As soluções utilizadas em Odontologia para verificar a liberação de um íon, são, na sequência de sua eficácia, uma solução desmineralizante, uma solução remineralizante, água deionizada e por fim a saliva artificial; a água deionizada é um bom meio para a avaliação da liberação de fluoreto pois não promove interferência iônica na solução (CURY et al., 1993). Para verificar a concentração da liberação de íon fluoreto utilizou-se no presente estudo a água deionizada.

Tanto os CIVs anidros quanto a parte ionomérica dos CIVs modificados por resina composta possuem reação de presa de 48h, podendo ocorrer grande movimentação iônica, facilitando a liberação de íons ativos, entre eles o fluoreto (PEDRINI et al., 2003). Fundamentado no acima exposto, neste estudo, a 1ª análise só foi realizada em 72h uma vez que aguardou-se 48h para que ocorresse a reação de geleificação dos CIVs anidros e da parte ionomérica dos CIVs modificados por resina composta e mais 24h para a coleta da amostra.

Os CIVs podem recarregar e liberar íons fluoreto (PEDRINI et al., 2003; XU e BURGUES, 2003; RODRIGUES et al., 2005; MARKOVIC et al., 2008; MOUSSAVINASAB e MEYERS, 2009; SILVA et al., 2010), através do fenômeno de sinérese e embebição (FORSTEN, 1998). A presença dos íons fluoretos livres nos CIVs após a sua completa reação de presa, juntamente com a recarga são responsáveis pela sua contínua liberação em meio líquido (SILVA et al., 2010). Os CIVs podem ser recarregados através da absorção de íon flúor do uso tópico em forma de gel (PEDRINI et al., 2003; SILVA et al., 2010); a partir de dentifrícios fluoretados (RODRIGUES et al., 2005; MOUSSAVINASAB e MEYERS, 2009); de soluções para bochecho (WHITFORD, 1992; MOUSSAVINASAB e MEYERS, 2009) e oriundos de alimentos (BUSALAF, 2008).

Para análise da concentração da liberação de íon fluoreto, diferentes intervalos de tempo foram empregados nos trabalhos revisados, 2 etapas de 15 dias, antes e após a recarga com flúor tópico gel a 2% a cada 24h (PEDRINI et al., 2003); nos dias 1, 7 e 14 antes e após a recarga (XU e BURGUES, 2003); em 2 etapas sucessivas, nos dias 1, 2, 7 e 14 antes e após a recarga com flúor tópico gel a 2% (SILVA et al., 2010); Os estudos de Vermeersch et al. (2001), avaliaram a liberação da concentração de íon fluoreto em cada tipo de material em uma única etapa com diferentes intervalos de tempo, durante 91 dias.

Dada a importância da contínua liberação da concentração de íon fluoreto para as estruturas mineralizadas dos dentes, optou-se neste estudo por realizar as leituras em duas etapas, na 1ª etapa, para avaliar a liberação da concentração de íon fluoreto existente nos CIVs testados e na 2ª etapa, para avaliar a liberação da concentração de íon fluoreto após a sua recarga com flúor tópico gel a 2%, e as leituras foram efetuadas nos dias 1, 2, 9 e 17 escolhidos de forma aleatória, uma vez que não há uma padronização na literatura.

Materiais restauradores com alta liberação de íon fluoreto apresentam-se com propriedades mecânicas baixas; e os CIVs modificados por resina composta apresentam uma maior força de compressão devido à presença da matriz resinosa, contendo sílica, copolímeros de Bis-GMA, UEDMA e TEGDMA, que têm maior força e resistência do que a rede gel formada pela reação ácido-base dos CIVs anidros (XU e BURGUES, 2003).

A maior liberação da concentração de íon fluoreto foi observada na 1ª etapa no dia 2 deste trabalho, quando ocorreu uma maior liberação de íon fluoreto e estatisticamente significativa para o Vidrion R, seguido do Maxxion R e do Vitro Fil LC; e na 2ª etapa no dia 2 pelo CIV anidro Vidrion R e Maxxion R e no dia 9, o Maxxion R apresentou sua maior liberação da concentração de íon fluoreto, bem como um comportamento mais homogêneo e uma liberação de íon fluoreto estatisticamente significativa em todos os dias testados.

A liberação de íon fluoreto apresenta efeito inibitório sobre a cárie dentária (FORSTEN, 1998; RANDALL e WILSON, 1999; ARAÚJO et al., 2006;

DHONDT et al., 2001; VERMEESCH et al., 2001). Além de facilitar a remineralização dos tecidos dentários durante os processos cíclicos de desmineralização e remineralização, o fluoreto atua sobre os microrganismos cariogênicos, alterando sua fisiologia (FORSTEN, 1998). A atividade antimicrobiana dos CIVs tem sido relacionada ao baixo pH inicial, à liberação da concentração de fluoreto ou a componentes químicos tais como o Al e o Fe encontrados no seu pó, e a adição de  $ZnSO_4$  aumenta significativamente a liberação da concentração de íon fluoreto e a inibição do crescimento de *S. mutans*, sem interferir nas propriedades mecânicas desses materiais (LOYOLA - RODRIGUES, GARCIA – GODOY e LINDQUIST, 1994). Tal liberação a curto e à longo prazo, ligados à diferentes metais alcalinos independe a que metal alcalino esteja ligado, mas sim da sua concentração e do tempo que fica em contato com um meio líquido (DHONDT et al., 2001). Outro ponto que deve ser ressaltado é que mais porosidades levam a uma maior facilidade de recarga e, conseqüentemente, ocorre uma maior liberação de íons fluoreto após sua recarga (PEDRINI et al., 2003). Quando os íons fluoreto são liberados em baixas concentrações e constantes no meio bucal, tem se mostrado mais eficiente do que em altas concentrações e em apenas uma aplicação (RODRIGUES et al., 2005).

Quando comparada a 1ª com a 2ª etapas deste trabalho, todos os materiais apresentaram diferença estatisticamente significativa no que diz respeito à capacidade de recarga do íon fluoreto em todos os dias de leitura, exceto no dia 2 para o Vidrion R e para o VitroFil LC. Os CIVs anidros testados apresentaram uma maior liberação da concentração de íon fluoreto na 1ª etapa especialmente no dia 2 e, na 2ª etapa tal liberação foi claramente superior pelos CIVs anidros em todos os dias testados, corroborando com o trabalho de Xu e Burgues, (2003) que relataram que quando os CIVs anidros apresentam uma maior liberação de íon fluoreto antes da recarga, apresentam também uma maior capacidade de recarga; e com os estudos de Mousavinasab e Meyers (2009); Ashwin e Arathi (2010), obtiveram como resultado uma maior liberação de íon fluoreto nos CIVs convencionais do que nos modificados por resina composta.

A liberação de íon fluoreto se dá por um processo complexo, no qual algumas características devem ser consideradas: como a diferença na composição, a difusão do íon fluoreto em cada material, a energia de superfície a solubilidade do material e a sua porosidade (PEDRINI et al., 2003; SILVA et al., 2010); a razão pó/liquido utilizada ao manipular o CIV pode alterar a capacidade de recarga (VERMEERSCH et al., 2001; SILVA et al., 2010); e Cury et al. (1993), acrescentaram que as interações superficiais, a força iônica, o pH do meio e o grau de saturação também podem interferir na capacidade de recarga e subsequente liberação da concentração de íon fluoreto.

Na 2ª etapa desta pesquisa, todos os CIVs testados foram capazes de recarregar e novamente liberar íon fluoreto; e neste quesito os CIVs anidros foram superiores aos CIVs modificados por resina composta.

Portanto a liberação da concentração de íons fluoreto antes e após recarga, é de grande importância na avaliação do potencial preventivo dos CIVs (SILVA et al., 2010).

É importante a proteção da superfície dos CIVs, pois contribui para que a umidade não interfira na sua reação de geleificação, apesar de ser conhecido que os produtos utilizados para este fim são desgastados nas primeiras horas após a realização da restauração (RIBEIRO et al., 1999). Os CIVs submetidos à proteção, apresentam menores valores de solubilidade e desintegração que os não protegidos (RIBEIRO et al., 2006).

Neste estudo todos os valores de liberação da concentração de íon fluoreto dos materiais protetores testados foram estatisticamente significantes nos primeiros 5min., sendo que apenas o adesivo odontológico permitiu uma pequena liberação deste íon. Quando comparados os demais tempos de leitura, os protetores testados foram eficazes, dificultando a liberação da concentração deste íon. Os materiais que liberaram maior quantidade de íon fluoreto após a proteção da superfície em ordem decrescente são os seguintes: verniz cavitário, adesivo odontológico e esmalte incolor para unhas, portanto o esmalte apresentou maior efetividade para a proteção da superfície dos CIVs e houve diferença estatisticamente significativa entre o esmalte odontológico e o

verniz cavitário nas 24h e tanto o adesivo quanto o verniz cavitário em relação ao esmalte nas 48h e 72h.

Embora não seja objeto deste estudo, é de fundamental importância ressaltar a toxicidade do íon fluoreto. Cujas a necessidade e as implicações da adição de íons fluoreto aos CIVs é questionada por Ripa (1991). A ocorrência de 3 mortes, em 1978, causadas pela ingestão de íons fluoreto presentes em produtos odontológicos e acidentes que ocorreram quando o íon fluoreto foi utilizado nas residências como inseticidas, comprovam a sua toxicidade (WHITFORD, 1992). Para Busalaf (2008) altos níveis de íon fluoreto na água de abastecimento, podem desencadear alterações no esmalte dentário, levando a manchas, conhecidas como fluorose dentária, mas também comprometer sistemicamente o organismo.

Na escolha de um material restaurador deve-se considerar não somente a liberação da concentração de íons fluoreto, mas também todas as suas propriedades, associadas às necessidades clínicas.

## 7 CONCLUSÃO

.Os CIVs anidros tiveram maior efetividade na liberação de íon fluoreto em comparação com os CIVs modificados por resina composta na 1ª e 2ª etapas e o Maxxion R apresentou um comportamento homogêneo e estatisticamente significativo.

.Os CIVs possuem a capacidade de recarregar e de novamente liberar íon fluoreto, especialmente os anidros, contribuindo para a prevenção e a inibição da cárie dentária.

.A proteção é importante para dificultar a solubilização dos CIVs, especialmente antes de completar sua reação química. Todos os materiais protetores testados foram eficazes, sendo que o esmalte incolor para unhas foi o que apresentou melhor comportamento neste quesito.

## REFERÊNCIAS\*

- ARAÚJO, J. M. et al. Estudo comparativo do efeito de diferentes materiais restauradores estéticos fluoretados no desenvolvimento de cárie em dentes decíduos. **Pesq. Bras. Odontoped. Den. Clin. Integr.**, v.6, n.2, p.131-136, mai/ago. 2006.
- ASHWIN, R.; ARATHI, R. Comparative evaluation for microleakage between Fuji-VII glass ionomer cement and light-cured unfilled resin: A combined *in vivo* *in vitro* study. **J. Indian Soc. Pedod. Prev. Dent.**, v.25, n.2, p.86-87, 2011.
- BUSALAF, M. A. R. Absence of DNA damage in multiple organs after oral exposure to fluoride in wistar rats. **Bull. Environ. Contam. Toxicol.**, v.77, p. 700-706, 2006.
- BUSALAF, M. A. R. **Fluoretos e Saúde bucal**. São Paulo: Livraria Santos Editora, 2008.
- CAREY, C. M. et al. Fluoride release from a resin modified glass ionomer cement in a continuous flow system: effect of pH. **J Dent Res.**, v.82, n.10, p. 829-832, 2003.
- CURY, J. A.; SAAD, J. R. C.; RODRIGUES, J. R. Liberação de flúor do selante. **RGO**, v.41, p.273-5, 1993.
- DHONDT, C. L.; MAEYER, E. A. P; VERBEECK R. M. H. Fluoride release from glass ionomer activated with fluoride solutions. **J Dent Res.**, v. 80, n.5, p. 1402-1406, 2001.
- FRANCISCONI , L. F. et al. Glass ionomer cements and their role in the restoration of non-cariou cervical lesions. **J Appl Oral Sci.**, v.17, n.5, p.364-369, 2009.
- FRENCKEN, J. E., et al. Effectiveness of single-surface art restorations in the permanent dentition: a meta-analysis. **J Dent Res.**, v.83, p.120-3, 2004.
- FORSTEN, L. Fluoride release and uptake by glass-ionomers and related materials and its clinical effect. **Biomaterials**, v.19, p.503-8, 1998.
- HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. 7ª edição. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 868 p.
- HICKS, J. et al. Fluoride - releasing restorative materials and secondary caries. **J Calif Dent Assoc.**, mar. 2003.
- LOYOLA-RODRIGUES, J. P.; GARCIA-GODOY, F. LINDQUISNT, R. Growth inhibition of glass ionomer cements on mutans streptococci. **Pediatr Dent.**, v.16, p.346-9, 1994.

MARQUIS, R. E.; CLOCK, A. S.; MOTA-MEIRA, M. Fluoride and organic weak acids as modulators of microbial physiology. **FEMS Microbiology Reviews**, v.26, p.493-510, 2003.

MARKOVIC, D.J. PETROVIC, B.B. PERIC, T.O. Fluoride content and recharge ability of five glassionomer dental materials. **BMC Oral Health**, v.8, n.21, p.1-8, 2008.

MOUSAVINASAB, M.; MEYERS, I. Fluoride release and uptake by glass ionomer cements, compomers and giomers. **Research Journal of Biological Sciences**, v.4, n.5, p.609-16, 2009.

PEDRINI, D. et al. Fluoride release by restorative materials before and after a topical application of fluoride gel. **Pesqui Odontol Bras.**, v.17, p.137-41, 2003.

RANDALL, R. C.; WILSON, N. H. F. Glass-ionomer restoratives: a systematic review of a secondary caries treatment effect. **J Dent Res.**, v.78, p. 628-37, 1999.

RIBEIRO, A. P. G. et al. Effectiveness of surface protection for resin-modified glass-ionomer materials. **Quintessence Int.**, n. 30, p. 427-431, 1999.

RIBEIRO, J. C. R. et al. Avaliação da solubilidade e desintegração de cimentos de ionômero de vidro modificados por resina e compômeros em função de proteção superficial. **Revista de Odontologia da UNESP**, v. 35, n.4, p. 247-252, 2006.

RIPA, L .W. Dental materials related to prevention-fluoride incorporation into dental materials: reaction paper. **Adv Dent Res.**, v.5, p.56-59, 1991.

RODRIGUES, L. A. et al. Visual evaluation of in vitro cariostatic effect of restorative materials associated with dentrifices. **Braz Dent J.**, v.16, n.2, p.112-8, 2005.

SACHIN, S. Glass ionomer cement and resin-base fissure sealants are equally effective in caries prevention. **J Am. Dent. Assoc.**, v.142, p. 551-552, 2011.

SCHULTZ, J.S. Chemical sensors and biosensors for fluoride: current status and developing Technologies. **Adv Dent Res.**, v.8, n.1, p.100-104, 1994.

SILVA, F. D. S. C. M.; DUARTE R. M.; SAMPAIO F.C. Liberação e recarga de flúor por cimentos de ionômero de vidro. **Rev Gaúcha Odontol.**, v.58, n.4, p.437-443, out/dez, 2010.

SKOOG, D. A. **Princípios de Análise Instrumental**. 6ª edição. Porto Alegre: Bookman, 2009. 1055p.

THANJAL , N. K . et al. Kinetics of fluoride ion release from dental restorative glass ionomer cements: the influence of ultrasound, radiant heat and glass composition. **J Mater Sci: Mater Med.**, v. 21, p.589-595, 2010.

VERMEERSCH, G.; LELOUP, G.; VREVEN, J. Fluoride release from glass-ionomer cements, compomers and resin composites. **J Oral Rehabil.**, v.28, p. 26-32, 2001.

VIEIRA, I. M. et al. O cimento de ionômero de vidro na Odontologia. **Rev. Saúde.com**, v. 2, n.1, p. 75-84, 2006.

XU, X.; BURGESS, J. O. Compressive strength, fluoride release and recharge of fluoride-releasing materials. **Biomaterials**, v.24, p.2451-61, 2003.

WHITFORD, G. M. Acute and chronic fluoride toxicity. **J Dent Res.**, v.71, n.5, p. 1249-1254, 1992.

WILSON A.D ; MCLEAN, J. W. **Glass-ionomer cement**. London: Quintessence Publishing; 1988.

## APÊNDICES

Apêndice 1: resultado dos testes estatísticos na 1ª etapa

### Test t de Student

Dias	Material	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
1ª Etapa Dia 1	MAXXION	76,72250	7,76115	,000	-95,71334	-57,73166
	VIDRION	-68,99150	6,26629	,000	-83,80892	-54,17408
	VITREMER	-45,84500	3,47800	,000	-54,78549	-36,90451
	VITROFILL	-37,57450	2,36630	,030	-43,16992	-31,97908
1ª Etapa Dia 2	MAXXION	-40,90333	5,04710	,179	-53,25315	-28,55352
	VIDRION	-68,80833	20,97613	,041	-122,72919	-14,88747
	VITREMER	-48,70150	8,95961	,000	-69,88760	27,51540
	VITROFILL	-49,11250	12,72628	,041	-81,82644	-16,39856
1ª Etapa Dia 9	MAXXION	-154,69000	20,15528	,042	-201,16816	-108,21184
	VIDRION	-70,00500	11,66001	,083	-98,53602	-41,47398
	VITREMER	36,33467	1,24390	,290	33,29096	39,37838
	VITROFILL	43,85550	13,73574	,066	11,37564	76,33536
1ª Etapa Dia 17	MAXXION	-141,28083	2,23646	,686	-147,02985	-135,53182
	VIDRION	-57,62750	17,65568	,109	-100,82940	-14,42560
	VITREMER	34,90250	2,79167	,115	28,30125	41,50375
	VITROFILL	36,07800	2,35666	,238	30,50538	41,65062

### Post Hoc de Tukey

MAXXION	Dias	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
1	2	-73,06000	2,54727	,000	-80,4638	-65,6562
	9	-12,49000	2,54727	,001	-19,8938	-5,0862
	17	-19,33250	2,68506	,000	-27,1368	-11,5282
2	1	73,06000	2,54727	,000	65,6562	80,4638
	9	60,57000	2,40159	,000	53,5896	67,5504
	17	53,72750	2,54727	,000	46,3237	61,1313
9	1	12,49000	2,54727	,001	5,0862	19,8938
	2	-60,57000	2,40159	,000	-67,5504	-53,5896
	17	-6,84250	2,54727	,075	-14,2463	,5613
17	1	19,33250	2,68506	,000	11,5282	27,1368
	2	-53,72750	2,54727	,000	-61,1313	-46,3237
	9	6,84250	2,54727	,075	-,5613	14,2463

VIDRION	Dias	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
1	2	-81,22900	12,30127	,000	-117,3345	-45,1235
	9	-21,35900	12,30127	,345	-57,4645	14,7465
	17	-5,48150	12,30127	,969	-41,5870	30,6240
2	1	81,22900	12,30127	,000	45,1235	117,3345
	9	59,87000	12,96668	,002	21,8114	97,9286
	17	75,74750	12,96668	,000	37,6889	113,8061
9	1	21,35900	12,30127	,345	-14,7465	57,4645
	2	-59,87000	12,96668	,002	-97,9286	-21,8114
	17	15,87750	12,96668	,623	-22,1811	53,9361
17	1	5,48150	12,30127	,969	-30,6240	41,5870
	2	-75,74750	12,96668	,000	-113,8061	-37,6889
	9	-15,87750	12,96668	,623	-53,9361	22,1811

VITREMER	Dias	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
1	2	-10,41000	8,11799	,592	-34,8415	14,0215
	9	-72,93667	9,07618	,000	-100,2519	-45,6215
	17	-53,94250	8,48999	,000	-79,4935	-28,3915
2	1	10,41000	8,11799	,592	-14,0215	34,8415
	9	-62,52667	8,11799	,000	-86,9581	-38,0952
	17	-43,53250	7,45685	,001	-65,9742	-21,0908
9	1	72,93667	9,07618	,000	45,6215	100,2519
	2	62,52667	8,11799	,000	38,0952	86,9581
	17	18,99417	8,48999	,173	-6,5569	44,5452
17	1	53,94250	8,48999	,000	28,3915	79,4935
	2	43,53250	7,45685	,001	21,0908	65,9742
	9	-18,99417	8,48999	,173	-44,5452	6,5569

VITROFIL	Dias	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
1	2	-67,75950	9,87408	,000	-96,4592	-39,0598
	9	-62,11000	9,30938	,000	-89,1683	-35,0517
	17	-38,96200	9,87408	,007	-67,6617	-10,2623
2	1	67,75950	9,87408	,000	39,0598	96,4592
	9	5,64950	9,87408	,939	-23,0502	34,3492
	17	28,79750	10,40820	,064	-1,4546	59,0496
9	1	62,11000	9,30938	,000	35,0517	89,1683
	2	-5,64950	9,87408	,939	-34,3492	23,0502
	17	23,14800	9,87408	,135	-5,5517	51,8477
17	1	38,96200	9,87408	,007	10,2623	67,6617
	2	-28,79750	10,40820	,064	-59,0496	1,4546
	9	-23,14800	9,87408	,135	-51,8477	5,5517

## Apêndice 2: resultado dos testes estatísticos na 2ª etapa

## Test t de Student

Dias	Material	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
2ª Etapa Dia 1	MAXXION	-76,72250	7,76115	,141	-95,71334	-57,73166
	VIDRION	-68,99150	6,26629	,764	-83,80892	-54,17408
	VITREMER	-45,84500	3,47800	,637	-54,78549	-36,90451
	VITROFILL	-37,57450	2,36630	,030	-43,16992	-31,97908
2ª Etapa Dia 2	MAXXION	-40,90333	5,04710	,179	-53,25315	-28,55352
	VIDRION	-68,80833	20,97613	,041	-122,72919	-14,88747
	VITREMER	-48,70150	8,95961	,000	-69,88760	-27,51540
	VITROFILL	-49,11250	12,72628	,041	-81,82644	-16,39856
2ª Etapa Dia 9	MAXXION	-154,6900	20,15528	,042	-201,16816	-108,21184
	VIDRION	-70,00500	11,66001	,083	-98,53602	-41,47398
	VITREMER	36,33467	1,24390	,290	33,29096	39,37838
	VITROFILL	43,85550	13,73574	,066	11,37564	76,33536
2ª Etapa Dia 17	MAXXION	-141,2808	2,23646	,686	-147,02985	-135,53182
	VIDRION	-57,62750	17,65568	,109	-100,82940	-14,42560
	VITREMER	34,90250	2,79167	,115	28,30125	41,50375
	VITROFILL	36,07800	2,35666	,238	30,50538	41,65062

## Post Hoc de Tukey

MAXXION	Dias	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
1	2	-37,24083	21,81634	,365	-102,8982	28,4165
	9	-90,45750	19,16151	,003	-148,1250	-32,7900
	17	-83,89083	21,81634	,012	-149,5482	-18,2335
2	1	37,24083	21,81634	,365	-28,4165	102,8982
	9	-53,21667	20,86041	,106	-115,9971	9,5637
	17	-46,65000	23,32265	,245	-116,8406	23,5406
9	1	90,45750	19,16151	,003	32,7900	148,1250
	2	53,21667	20,86041	,106	-9,5637	115,9971
	17	6,56667	20,86041	,989	-56,2137	69,3471
17	1	83,89083	21,81634	,012	18,2335	149,5482
	2	46,65000	23,32265	,245	-23,5406	116,8406
	9	-6,56667	20,86041	,989	-69,3471	56,2137

VIDRION	Dias	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
1	2	-81,04583	16,89542	,003	-131,8934	-30,1983
	9	-22,37250	15,64212	,508	-69,4482	24,7032
	17	5,88250	15,64212	,981	-41,1932	52,9582
2	1	81,04583	16,89542	,003	30,1983	131,8934
	9	58,67333	16,89542	,023	7,8258	109,5209
	17	86,92833	16,89542	,002	36,0808	137,7759
9	1	22,37250	15,64212	,508	-24,7032	69,4482
	2	-58,67333	16,89542	,023	-109,5209	-7,8258
	17	28,25500	15,64212	,321	-18,8207	75,3307
17	1	-5,88250	15,64212	,981	-52,9582	41,1932
	2	-86,92833	16,89542	,002	-137,7759	-36,0808
	9	-28,25500	15,64212	,321	-75,3307	18,8207

VITREMER	Dias	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
1	2	-13,26650	2,16972	,000	-19,5729	-6,9601
	9	9,24300	2,05838	,003	3,2602	15,2258
	17	26,80500	2,05838	,000	20,8222	32,7878
2	1	13,26650	2,16972	,000	6,9601	19,5729
	9	22,50950	2,05838	,000	16,5267	28,4923
	17	40,07150	2,05838	,000	34,0887	46,0543
9	1	-9,24300	2,05838	,003	-15,2258	-3,2602
	2	-22,50950	2,05838	,000	-28,4923	-16,5267
	17	17,56200	1,94066	,000	11,9214	23,2026
17	1	-26,80500	2,05838	,000	-32,7878	-20,8222
	2	-40,07150	2,05838	,000	-46,0543	-34,0887
	9	-17,56200	1,94066	,000	-23,2026	-11,9214

VITROFIL	Dias	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
1	2	-79,29750	8,43409	,000	-104,3375	-54,2575
	9	19,32000	7,80845	,115	-3,8625	42,5025
	17	34,69050	7,40774	,003	12,6976	56,6834
2	1	79,29750	8,43409	,000	54,2575	104,3375
	9	98,61750	8,43409	,000	73,5775	123,6575
	17	113,98800	8,06453	,000	90,0452	137,9308
9	1	-19,32000	7,80845	,115	-42,5025	3,8625
	2	-98,61750	8,43409	,000	-123,6575	-73,5775
	17	15,37050	7,40774	,216	-6,6224	37,3634
17	1	-34,69050	7,40774	,003	-56,6834	-12,6976
	2	-113,98800	8,06453	,000	-137,9308	-90,0452
	9	-15,37050	7,40774	,216	-37,3634	6,6224

## Apêndice 3: resultado dos testes estatísticos na 3ª etapa

## Test t de Student

Dias	Material		Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
						Limite inferior	Limite superior
5min.	ADESIVO	VERNIZ	-25,0200	1,3229	,118	-28,0706	-21,9694
		ESMALTE	-20,1600	1,6577	,629	-23,9827	-16,3373
	VERNIZ	ESMALTE	-4,8600	1,2477	,455	-7,7372	-1,9828
24h	ADESIVO	VERNIZ	1,5200	2,3751	,315	-3,9570	6,9970
		ESMALTE	-1,9400	2,2302	,129	-7,0828	3,2028
	VERNIZ	ESMALTE	3,4600	1,4211	,123	,1829	6,7371
48h	ADESIVO	VERNIZ	,2200	,6771	,414	-1,3413	1,7813
		ESMALTE	-8,9600	2,1149	,104	-13,8369	-4,0831
	VERNIZ	ESMALTE	9,1800	2,0974	,076	4,3434	14,0166
72h	ADESIVO	VERNIZ	,2200	,6771	,414	-1,3413	1,7813
		ESMALTE	-8,9600	2,1149	,104	-13,8369	-4,0831
	VERNIZ	ESMALTE	9,1800	2,0974	,076	4,3434	14,0166

## Post Hoc de Tukey

ADESIVO	Tempo	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
5min.	24h	49,1000	1,7749	,000	44,022	-54,178
	48h	46,2600	1,7749	,000	41,182	51,338
	72h	46,2600	1,7749	,000	41,182	51,338
24h	5min.	-49,1000	1,7749	,000	-54,178	-44,022
	48h	-2,8400	1,7749	,406	-7,918	2,238
	72h	-2,8400	1,7749	,406	-7,918	2,238
48h	5min.	-46,2600	1,7749	,000	-51,338	-41,182
	24h	-2,8400	1,7749	,406	-2,238	7,918
	72h	,0000	1,7749	1,000	-5,078	5,078
72h	5min.	-46,2600	1,7749	,000	-51,338	-41,182
	24h	2,8400	1,7749	,406	-2,238	7,918
	48h	,0000	1,7749	1,000	-5,078	5,078

VERNIZ	Tempo	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
5min.	24h	75,6400	1,0019	,000	72,773	78,507
	48h	71,5000	1,0019	000	68,633	74,367
	72h	71,5000	1,0019	000	68,633	74,367
24h	5min.	-75,6400	1,0019	,000	-78,507	-72,773
	48h	-4,1400	1,0019	,004	-7,007	-1,273
	72h	-4,1400	1,0019	,004	-7,007	-1,273
48h	5min.	--71,500	1,0019	,000	-74,367	-68,633
	24h	4,1400	1,0019	,004	1,273	7,007
	72h	,0000	1,0019	1,000	-2,867	2,867
72h	5min.	-71,5000	1,0019	,000	-74,367	-68,633
	24h	4,1400	1,0019	,004	1,273	7,007
	48h	,0000	1,0019	1,000	-2,867	2,867

ESMALTE	Tempo	Diferença das médias	Erro padrão	P valor	95% Intervalo de confiança	
					Limite inferior	Limite superior
5min.	24h	67,3200	2,2767	,000	60,806	73,834
	48h	57,4600	2,2767	000	50,946	63,974
	72h	57,4600	2,2767	000	50,946	63,974
24h	5min.	-67,3200	2,2767	,000	-73,834	-60,806
	48h	-9,8600	2,2767	,003	-16,374	-3,346
	72h	-9,8600	2,2767	,003	-16,374	-3,346
48h	5min.	-57,4600	2,2767	,000	-63,974	-50,946
	24h	-9,8600	2,2767	,003	3,346	16,374
	72h	,0000	2,2767	1,000	-6,514	6,514
72h	5min.	-57,4600	2,2767	,000	-63,974	-50,946
	24h	-9,8600	2,2767	,003	3,346	16,374
	48h	,0000	2,2767	1,000	-6,514	6,514