

Universidade de Brasília – UnB
Faculdade de Ciências da Saúde
Programa de Pós-Graduação em Odontologia



Universidade de Brasília

Dissertação de Mestrado

**Avaliação das propriedades físicas, químicas e adesivas de materiais
restauradores do tipo Alcasite**

José Alejandro Castro González

Brasília - 2024

José Alejandro Castro González

**Avaliação das propriedades físicas, químicas e adesivas de materiais
restauradores do tipo Alcasite**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Orientadora: Profa. Dra. Rayssa Ferreira Zanatta

Brasília, 2024

José Alejandro Castro González

**Avaliação das propriedades físicas, químicas e adesivas de materiais
restauradores do tipo Alcasite**

Dissertação aprovada, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Odontologia, Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília.

Data da defesa: 27/05/2024

Banca examinadora:

Profa. Dra. Rayssa Ferreira Zanatta (Presidente)

Prof. Dr. Leandro Augusto Hilgert (membro interno)

Profa. Dra. Alessandra Bühler Borges (membro externo)

Profa. Dra. Fernanda Cristina Pimentel Garcia (membro suplente)

Não sei caminhar sozinho na vida sem minha família ao meu lado. Dedico este trabalho a eles, por serem minha força e inspiração em cada passo do caminho.

No sé caminar solo en la vida sin mi familia a mi lado. A ellos les dedico este trabajo, por ser mi fuerza e inspiración en cada paso del camino.

AGRADECIMENTOS

Agradeço:

A Deus, por me permitir cursar a pós-graduação e meu mestrado no Brasil, na UnB, guiando-me neste caminho de aprendizado e crescimento acadêmico.

Minha querida orientadora Profa. Rayssa Zanatta, agradeço profundamente por ser minha guia constante e apoio incondicional ao longo do meu processo de mestrado. Sua dedicação e sabedoria têm sido fundamentais no meu desenvolvimento acadêmico e profissional. Agradeço a Deus por ter a senhora como orientadora, meu respeito e admiração, obrigado por estar sempre presente em cada passo do meu aprendizado.

Ao Prof. Leandro Hilgert, pelo apoio e disponibilidade durante os trâmites administrativos para minha chegada à UnB. Agradeço sua assistência constante.

A todos os professores do programa de pós-graduação - PPGODT.

A meus amigos, colegas e compatriotas salvadorenhos, Brenda, Karen, Wendy, Karina, Eunice, Mauricio, Nely, Osmin, Magdalena, Florence y Lisseth. Pelo apoio incondicional e estímulo durante minha adaptação no Brasil e por serem parte fundamental em todo o meu processo. Não há palavras suficientes para expressar minha gratidão.

Minha avó, seu amor guia cada passo que dou e seu legado perdurará em cada conquista. Com gratidão, dou mais um passo à frente, sentindo sua presença. Obrigado por ser minha luz e força. Mamãe Júlia, a promessa continua viva, um abraço ao céu.

Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade de Brasília, por me proporcionar a oportunidade de realizar uma pós-graduação de excelente qualidade.

Ao Laboratório de Materiais de GAMA, em especial aos técnicos Jacson e Leonardo; ao laboratório de microbiologia da UnB e ao Laboratório de Dentística da UnB, em especial a técnica Marcilene, pelos apoios concedidos que contribuíram significativamente para minha pesquisa.

A Universidade de El Salvador e à Faculdade de Odontologia, por me permitir cursar meu mestrado no Brasil e apoiar meu desenvolvimento acadêmico mesmo estando longe da instituição.

Aos professores da banca por concordar em fazer parte deste processo.

A Shofu e a SDI pela doação de parte dos materiais utilizados no estudo.

*Conheço tuas obras; eis que coloquei diante de ti uma porta aberta,
que ninguém pode fechar; porque embora você tenha poucas forças,
você manteve minha palavra e não negou meu nome”*

(Apocalipse 3:8)

RESUMO

Materiais restauradores com características bioativas têm aparecido no mercado com a promessa de melhorar os processos de remineralização da estrutura dental e dificultar ou desacelerar a desmineralização. A incorporação de diferentes partículas de vidro a resinas ou compósitos tem oferecido características diferentes em termos de adesão, viscosidade, resistência física e química destes materiais e ampliado o uso em diversas situações clínicas. Neste contexto, materiais do tipo alcasite são uma opção recente para uso restaurador, contendo propriedades bioativas. O objetivo deste trabalho foi avaliar o comportamento químico e mecânico dos materiais alcasites sob diferentes formas de envelhecimento, e compará-los com outros materiais convencionais, com ou sem bioatividade. O presente texto trás no capítulo 1 uma breve revisão sobre o tema. No segundo capítulo foi avaliado a resistência flexural, a microdureza, a sorção e solubilidade dos seguintes materiais: Alcasite (Cention N, Ivoclar), Cimento de ionômero de vidro modificado por resina (Riva LC, SDI), Resina composta bioativa (Beautifill II, Shofu), e Resina composta convencional (Z100, 3M ESPE). As análises foram feitas em três condições de envelhecimento: controle (nenhum envelhecimento), termociclagem (5000 ciclos, 5^o-55^oC, 30 s), e desafio erosivo (ácido cítrico, pH 3,6, 4x dia, 5 dias). Os resultados do estudo indicam que os envelhecimentos realizados impactaram significativamente na resistência à flexão, microdureza, sorção e solubilidade dos materiais avaliados. Por fim, o terceiro e último capítulo apresenta a avaliação da resistência adesiva ao microcisalhamento de diferentes materiais bioativos, tanto em esmalte como em dentina. Foram avaliados: Alcasite (Cention N, Ivoclar) aplicado com adesivo universal; Alcasite (Cention N, Ivoclar) aplicado sem adesivo; Cimento de ionômero de vidro convencional (Riva LC, SDI); e Resina composta autoadesiva bioativa (Stella, SDI). Foi feita a comparação após termociclagem e ciclagem erosiva. Observou-se que os materiais tiveram uma tendência a ter melhor resistência de união ao envelhecimento erosivo e a capacidade de adesão química dos materiais (uso sem adesivo) teve um grande impacto no número de falhas pré teste. Apresentação dos resultados e discussão dos achados estão dispostas em cada capítulo.

Palavras Chave: Alcasite, Bioatividade, Envelhecimento; Erosão, Propriedades dos materiais

ABSTRACT

Restorative materials with bioactive characteristics have appeared on the market with the promise of improving the remineralization processes of the tooth structure and slowing down demineralization. Incorporating different glass particles into resins or composites has offered different characteristics in terms of these materials' adhesion, viscosity, and physical and chemical resistance and expanded their use in various clinical situations. In this context, alkasite-type materials are a recent option for restorative use, containing bioactive properties. This work aimed to evaluate the chemical and mechanical behavior of alkasite materials under different aging protocols and compare them with other conventional materials, with or without bioactivity. This text provides a brief review of the topic in chapter 1. In the second chapter, the flexural strength, microhardness, sorption, and solubility of the following materials were evaluated: Alkasite (Cention N, Ivoclar), Resin modified glass ionomer cement (Riva LC, SDI), Bioactive composite resin (Beautifill II, Shofu), and conventional composite resin (Z100, 3M ESPE). The analyses were carried out under three aging conditions: control (no aging), thermocycling (5000 cycles, 5^o-55^oC, 30 s), and erosive challenge (citric acid, pH 3.6, 4x day, 5 days). The results of the study indicate that the aging carried out significantly impacted the flexural strength, microhardness, sorption, and solubility of the materials evaluated. Finally, the third and final chapter presents the evaluation of the adhesive resistance to microshear of different bioactive materials, both in enamel and dentin. The following were evaluated: Alkasite (Cention N, Ivoclar) applied with universal adhesive; Alkasite (Cention N, Ivoclar) applied without adhesive; Resin modified glass ionomer cement (Riva LC, SDI); and Bioactive self-adhesive composite resin (Stella, SDI). The comparison was made after thermocycling and erosive cycling. It was observed that the materials tended to have better bonding resistance to erosive aging and the chemical adhesion capacity of the materials (use without adhesive) had a great impact on the number of pre-test failures. Presentation of results and discussion of findings are provided in each chapter.

Keywords: Aging; Alkasite, Bioactivity, Tooth Erosion, Material Properties

SUMÁRIO

Capítulo 1 – Referencial teórico e Objetivos	11
1.1 Introdução	11
1.2 Objetivos	14
1.3 Referências*	15
Capítulo 2 – Efeito da ciclagem térmica e erosiva nas propriedades físicas e químicas de um alcasite e compósitos bioativos	18
2.1 Introdução	20
2.2. Metodologia	22
<i>2.2.1 Delineamento experimental e calculo amostral</i>	22
<i>2.2.2 Resistência flexural de 3 pontos</i>	24
<i>2.2.3 Microdureza Vickers</i>	25
<i>2.2.4 Sorção e Solubilidade</i>	25
<i>2.2.5 Análise estatística</i>	26
2.3. Resultados	27
2.5. Conclusão	33
2.6. Referências*	34
Capítulo 3. Avaliação da resistência de união de materiais restauradores com propriedades bioativas após ciclagem térmica e erosiva	40
RESUMO	40
ABSTRACT	41
3.1 Introdução	42
3.2 Metodologia	44
<i>3.2.1 Confeção das amostras e divisão dos grupos</i>	44
<i>3.2.2 Fabricação da matriz de silicone</i>	46
<i>3.2.3 Protocolo adesivo</i>	47
<i>3.2.4 Ciclagem térmica e erosiva</i>	48
<i>3.2.5 Microcissalhamento</i>	49
<i>3.2.6. Análise estatística</i>	49
3.3 Resultados	50
3.4 Discussão	52
3.5 Conclusão	55
3.6 Referências	56
Discussão Geral	59
Conclusões gerais	60
Press Release	61

Capítulo 1 – Referencial teórico e Objetivos

1.1 Introdução

A cárie dental é uma das doenças mais prevalentes em nível mundial, permanecendo o interesse científico e social na melhoria e desenvolvimento de medidas de prevenção, controle e tratamento. Atualmente esta é a principal causada da perda precoce de dentes na população mundial [1]. Estudos recentes estimam que a doença cárie afeta cerca de 2.3 bilhões de pessoas no mundo [2,3], e a América Latina concentra uma das maiores taxas mundiais de prevalência de lesões não tratadas, com impacto significativo na qualidade de vida [4].

No contexto atual, a cárie dental é considerada uma doença biopsicossocial, na qual estão relacionados fatores dietéticos, ambientais, socioeconômicos, histórico familiar, disponibilidade de atenção primária em saúde, entre outros [5,6]. As lesões de cárie são resultado da dissolução química e localizada da superfície dental pelo desequilíbrio metabólico da microbiota nativa em contato com a área afetada [7]. Este desequilíbrio metabólico ocorre na presença excessiva de carboidratos não fermentáveis [5,6], levando a formação de subprodutos ácidos que promovem a desmineralização dos tecidos dentais duros e conseqüentemente aparecimentos das lesões cariosas [8]. Este processo contrasta com o processo de desgaste dental erosivo (DDE), no qual a dissolução ocorre por meio do contato da superfície dental com ácidos de origem não bacteriana, oriundos da dieta ou trato gastroesofágico [9,10].

Diferente da doença cárie, cujas lesões podem ser completamente evitadas e prevenidas, o desgaste dental é fisiológico e esperado ao longo da vida, no entanto mudanças no estilo de vida, dieta, hábitos e comportamentos ocorridos nas últimas três décadas tem provocado a aceleração de perda de estrutura e aparecimento de lesões não cariosas, em especial em populações mais jovens. Estas lesões possuem etiologia multifatorial decorrente de um aumento na exposição a fatores químicos intrínsecos e extrínsecos (desgaste dental erosivo – processo de erosão/corrosão), associados a fatores físicos, também intrínsecos (processos de atrição) ou extrínsecos (processos de abrasão) [11,12]. Componentes mecânicos (tensão) também devem ser incluídos na etiologia das lesões não cariosas, em especial naquelas que ocorrem na região cervical [13]. Tensões de tração, por exemplo, podem

gerar trincas e fraturas no esmalte, que progridem mais rapidamente na presença de ácidos, além de expansão da desmineralização na região da junção amelodentinária.[13]

Do ponto de vista clínico, identificação precoce dos fatores de risco, educação em saúde e adoção de medidas preventivas personalizadas de acordo com o risco são essenciais no controle de ambas as doenças, cariiosa e não cariiosa. A prática moderna dispõe de vários materiais e técnicas conservadoras para ajudar na prevenção, paralisação, retardo ou interrupção dos processos que levam ao desenvolvimento destas lesões, especialmente as cariosas [14]. Assim, conhecer e reconhecer a etiologia é fundamental no diagnóstico precoce [15], já que a evolução da doença leva ao aparecimento e agravamento das lesões que culminam em alteração de forma e função do dente [16], além do desenvolvimento de sintomatologia dolorosa.

Em lesões cavitadas, a estratégia restauradora deve ser considerada para recuperação da forma, função e estética dental e adotada apenas após identificação da etiologia, e em ação concomitante ao controle e reequilíbrio desses fatores [15,17]. Os materiais restauradores utilizados nesses casos devem ser, além de biocompatíveis, também capazes de restaurar a forma e a função comprometida, mantendo ou mesmo melhorando a integridade dos tecidos, e com a capacidade de imitar sua natureza, ou seja, biomiméticos. A biomimética é a ciência que estuda a forma, estrutura e função dos materiais ou substâncias com o objetivo de fabricar produtos o mais próximo possível dos biológicos, por meio de mecanismos artificiais que reproduzem a estrutura dentária [18]. Na prática odontológica moderna, procedimentos cirúrgicos com abordagens mais conservadoras estão disponíveis para tratar esses tipos de lesões, portanto é necessário detectar e avaliar as lesões em seus estágios iniciais [14], aplicar estratégias de intervenção focadas em prevenir, atrasar ou interromper este processo.

Além de serem biomiméticos, é desejável que os materiais odontológicos também sejam capazes de interagir biologicamente com as estruturas com as quais entram em contato. Atualmente estão sendo desenvolvidos biomateriais capazes de interagir e, ao mesmo tempo, gerar respostas celulares e interações químicas entre o material e o tecido, possibilitando sua reparação e/ou proteção, sendo, portanto, considerados materiais bioativos [19]. Para que este processo ocorra, o material

precisa ter a capacidade de trocar íons (como cálcio e fosfato) como o meio, interagindo com os tecidos e gerando, por exemplo, um efeito antimicrobiano, ou favorecendo a remineralização ou regeneração destes [20].

Neste campo, os cimentos de ionômero de vidro (CIV) têm sido apresentados há muito tempo como opção de material restaurador bioativo [21,22], indicado para lesões cariosas oclusais ou interproximais e lesões não cariosas [23]. Os cimentos de ionômero de vidro convencionais são compostos de um pó contendo óxido de alumínio e silicato, bem como fluoreto de cálcio, responsáveis pelas propriedades mecânicas e liberação de flúor, associados a um líquido contendo ácido poliacrílico responsável pela reação química e por induzir a adesão química [24]. Por esta razão, eles promovem a liberação de íons fluoreto no ambiente bucal e estruturas dentais adjacentes, além de produzir uma interação química de grupos carboxil com hidroxiapatita [25]. Entre suas principais vantagens estão sua capacidade de se ligar quimicamente às estruturas dentárias e sua liberação de flúor, o que o torna opção para restaurações diretas, permitindo preservação da estrutura dentária e fornecendo benefício bioativo [26]. Sua aplicação clínica está documentada em estudos que apoiam suas propriedades físicas, químicas e mecânicas a médio e longo prazo [27–29], e ao longo dos anos foram feitas melhorias significativas na sua composição com intuito de melhorar sua resistência mecânica, em especial no desenvolvimento de produtos modificados por resina (CIVRM). Estudos clínicos indicam que em restaurações em dentes posteriores, o CIV possui uma taxa de sobrevida de 80% em 6 anos, sendo menor que de resinas compostas e do CIVRM, e sendo as principais razões de falha relacionados ao maior desgaste da superfície levando a perda de contorno, além de perda de retenção, especialmente em lesões que envolvem as proximais [30]. Para lesões cariosas radiculares, o CIV também apresentou menor longevidade comparado a resinas compostas e ao CIVRM [31], tendo o mesmo desfecho também sido observado na restauração de lesões cervicais não cariosas [32].

Assim, a criação de novos vidros bioativos que possam ser incorporados em materiais restauradores a fim de melhorar suas propriedades e torná-los bioativos tem sido objeto de estudo e desenvolvimento. Nesta classe, pode-se citar como exemplo os alcasites. Estes são materiais lançados como substituto ao amálgama, para serem utilizados em restaurações diretas com técnica de preenchimento (bulk), tanto em dentes permanentes como decíduos. De acordo com o fabricante, possui maior

resistência mecânica e aspecto estético (cor e polimento) do que o CIV. Eles vêm em duas fases, pó e líquido, que devem ser misturadas no momento do uso, dispensando uso de primers, vernizes ou condicionamento de superfície. O líquido contém monômero dimetacrilato e iniciadores de polimerização, e o pó contém partículas de vidro, iniciadores e pigmentos. O vidro é composto de silicato de alumínio bário, trifluoreto de ytterbium, partículas pré-polimerizadas, vidro fluorsilicato de cálcio, vidro fluorsilicato de bário, alumínio e cálcio, responsáveis pela liberação de flúor, cálcio e íons hidroxila, com intuito de contribuir para a redução da desmineralização e para a promoção da remineralização [33]. Estudos mostram que possuem características como: estética [34], dureza [35,36], biocompatibilidade e selamento marginal [37], com propriedades similares às resinas compostas convencionais ou ionômeros de vidro, mas com o valor agregado de liberar flúor e cálcio de forma mais permanente e induzir a formação de cristais apatita; a liberação de íons hidróxidos é responsável pela regulação do pH no meio, evitando a desmineralização junto com os íons acima mencionados [36,38,39]. Este material possui polimerização dual (com fotoativação opcional), possui alta resistência à flexão, razão pela qual seu uso no setor posterior é indicado [40], e também pode ser usado em um único incremento, minimizando o efeito negativo da profundidade de polimerização comparação com a resina composta [41].

Sendo um material relativamente recente no mercado, seu comportamento a longo prazo ainda não foi completamente estabelecido, em especial no que tange ao uso e tratamento para lesões não cariosas.

1.2 Objetivos

O objetivo geral do estudo foi investigar o comportamento químico e mecânico dos materiais alcasites sob diferentes formas de envelhecimento. Como objetivos específicos pode-se citar: 1) avaliação da resistência flexural e microdureza dos alcasites sob diferentes métodos de envelhecimento; 2) avaliar a sorção e solubilidade dos alcasites e comparar com outros materiais bioativos, 3) avaliar a resistência adesiva ao microcisalhamento dos alcasites após diferentes formas de envelhecimento e comparar com outros materiais bioativos.

1.3 Referências*

1. Banerjee A, Frencken JE, Schwendicke F, Innes NPT. Contemporary operative caries management: consensus recommendations on minimally invasive caries removal. *Br Dent J.* 2017 Aug 11;223(3):215–22.
2. Peres MA, Macpherson LMD, Weyant RJ, Daly B, Venturelli R, Mathur MR, et al. Oral diseases: a global public health challenge. *The Lancet.* 2019 Jul;394(10194):249–60.
3. James SL, Abate D, Abate KH, Abay SM, Abbafati C, Abbasi N, et al. Global, regional, and national incidence, prevalence, and years lived with disability for 354 diseases and injuries for 195 countries and territories, 1990–2017: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2017. *The Lancet.* 2018 Nov;392(10159):1789–858.
4. Paiva SM, Abreu-Placeres N, Camacho MEI, Frias AC, Tello G, Perazzo MF, et al. Dental caries experience and its impact on quality of life in Latin American and Caribbean countries. *Braz Oral Res.* 2021;35(suppl 1).
5. Engelmann JL, Tomazoni F, Oliveira MDM, Ardenghi TM. Association between Dental Caries and Socioeconomic Factors in Schoolchildren - A Multilevel Analysis. *Braz Dent J.* 2016 Feb;27(1):72–8.
6. Cianetti S, Lombardo G, Lupatelli E, Rossi G, Abraha I, Pagano S, et al. Dental caries, parents educational level, family income and dental service attendance among children in Italy. *Eur J Paediatr Dent.* 2017 Mar;18(1):15–8.
7. Gomaa N, Tenenbaum H, Glogauer M, Quiñonez C. The Biology of Social Adversity Applied to Oral Health. *J Dent Res.* 2019 Dec 23;98(13):1442–9.
8. Featherstone J. Dental caries: a dynamic disease process. *Aust Dent J.* 2008 Sep;53(3):286–91.
9. Meyer F, Schulze zur Wiesche E, Amaechi BT, Limeback H, Enax J. Caries Etiology and Preventive Measures. *Eur J Dent.* 2024 Mar 31;
10. Schlueter N, Amaechi BT, Bartlett D, Buzalaf MAR, Carvalho TS, Ganss C, et al. Terminology of Erosive Tooth Wear: Consensus Report of a Workshop Organized by the ORCA and the Cariology Research Group of the IADR. *Caries Res.* 2020;54(1):2–6.
11. Bartlett D, O'Toole S. Tooth wear and aging. *Aust Dent J.* 2019 Jun 30;64(S1):S59–62.
12. Shellis RP, Addy M. The Interactions between Attrition, Abrasion and Erosion in Tooth Wear. In 2014. p. 32–45.
13. Leal NMS, Silva JL, Benigno MIM, Bemerguy EA, Meira JBC, Ballester RY. How mechanical stresses modulate enamel demineralization in non-carious cervical lesions? *J Mech Behav Biomed Mater.* 2017 Feb;66:50–7.
14. Zero DT, Zandona AF, Vail MM, Spolnik KJ. Dental Caries and Pulpal Disease. *Dent Clin North Am.* 2011 Jan;55(1):29–46.

*Lista de citação criada conforme norma Vancouver disponível em: https://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

15. Tooth Wear. *Int Dent J.* 2024 Feb;74(1):163–4.
16. Yoshizaki KT, Francisconi-dos-Rios LF, Sobral MAP, Aranha ACC, Mendes FM, Scaramucci T. Clinical features and factors associated with non-cariou cervical lesions and dentin hypersensitivity. *J Oral Rehabil.* 2017 Feb;44(2):112–8.
17. Frencken JE, Peters MC, Manton DJ, Leal SC, Gordan VV., Eden E. Minimal intervention dentistry for managing dental caries – a review. *Int Dent J.* 2012 Oct;62(5):223–43.
18. Anusavice KJ, Shen C, Rawls H. Phillips. Capítulo 21: Tecnologias Emergentes (Versão Eletrônica) . In: Elsevier, editor. *Materiais Dentários.* 12a edição. 2013. p. 518–72.
19. Peumans M, Politano G, Van Meerbeek B. Treatment of noncariou cervical lesions: when, why, and how. *Int J Esthet Dent.* 2020;15(1):16–42.
20. Borges AB, Mailart MC, Wang L, Zanatta RF. Materiais Bioativos em Odontologia Restauradora. In: Napoleão Quintessence, editor. *Materiais Bioativos em Odontologia Ciência e Prática Evolucionárias! 1a. Edição.* 2021. p. 116–27.
21. Torres PJ, Phan HT, Bojorquez AK, Garcia-Godoy F, Pinzon LM. Minimally Invasive Techniques Used for Caries Management in Dentistry. A Review. *Journal of Clinical Pediatric Dentistry.* 2021 Oct 1;45(4):224–32.
22. Frencken JE. Atraumatic restorative treatment and minimal intervention dentistry. *Br Dent J.* 2017 Aug 11;223(3):183–9.
23. Bresciani E, Caneppele TM, Fagundes T, Rocha R, Wang L. Aplicação Clínica do CIV em adultos. In: Napoleão Quintessence, editor. *Materiais Bioativos em Odontologia Ciência e Prática Evolucionárias! 1a. Edição.* 2021. p. 055–65.
24. Wilson AD, Kent BE. The glass-ionomer cement, a new translucent dental filling material. *Journal of Applied Chemistry and Biotechnology.* 2007 Apr 25;21(11):313–313.
25. Vallittu PK, Boccaccini AR, Hupa L, Watts DC. Bioactive dental materials—Do they exist and what does bioactivity mean? *Dental Materials.* 2018 May;34(5):693–4.
26. Sidhu S, Nicholson J. A Review of Glass-Ionomer Cements for Clinical Dentistry. *J Funct Biomater.* 2016 Jun 28;7(3):16.
27. Zanata RL, Magalhães AC, Lauris JRP, Atta MT, Wang L, Navarro MF de L. Microhardness and chemical analysis of high-viscous glass-ionomer cement after 10 years of clinical service as ART restorations. *J Dent.* 2011 Dec;39(12):834–40.
28. Menezes-Silva R, Oliveira BMB de, Magalhães APR, Bueno LS, Borges AFS, Baesso ML, et al. Correlation between mechanical properties and stabilization time of chemical bonds in glass-ionomer cements. *Braz Oral Res.* 2020;34.
29. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dental Materials.* 2000 Mar;16(2):129–38.
30. Heintze SD, Loguercio AD, Hanzen TA, Reis A, Rousson V. Clinical efficacy of resin-based direct posterior restorations and glass-ionomer restorations – An updated meta-analysis of clinical outcome parameters. *Dental Materials.* 2022 May;38(5):e109–35.

31. Schmidt J, Proesl S, Schulz-Kornas E, Haak R, Meyer-Lueckel H, Campus G, et al. Systematic review and network meta-analysis of restorative therapy and adhesive strategies in root caries lesions. *J Dent*. 2024 Mar;142:104776.
32. Boing TF, de Geus JL, Wambier LM, Loguercio AD, Reis A, Gomes OMM. Are Glass-Ionomer Cement Restorations in Cervical Lesions More Long-Lasting than Resin-based Composite Resins? A Systematic Review and Meta-Analysis. *J Adhes Dent*. 2018;20(5):435–52.
33. Tiskaya M, Al-eesa NA, Wong FSL, Hill RG. Characterization of the bioactivity of two commercial composites. *Dental Materials*. 2019 Dec;35(12):1757–68.
34. Arora D, Jain M, Suma Sogi HP, Shahi P, Gupta I, Sandhu M. In vivo evaluation of clinical performance of Cention N and glass ionomer cement in proximal restorations of primary molars. *J Indian Soc Pedod Prev Dent*. 2022;40(1):23–9.
35. Sardana A, Kumar M, Taneja S. Comparative evaluation of microleakage and hardness of newer posterior restorative materials. *J Oral Biol Craniofac Res*. 2022 Sep;12(5):733–6.
36. Theerarath T, Sriarj W. An alkalite restorative material effectively remineralized artificial interproximal enamel caries in vitro. *Clin Oral Investig*. 2022 Jun 21;26(6):4437–45.
37. Firouzmandi M, Alavi AA, Jafarpour D, Sadatsharifee S. Fracture Strength and Marginal Adaptation of Conservative and Extended MOD Cavities Restored with Cention N. *Int J Dent*. 2021 Jul 6;2021:1–7.
38. Donly KJ, Liu JA. Dentin and enamel demineralization inhibition at restoration margins of Vitremer, Z 100 and Cention N. *Am J Dent*. 2018 Jun;31(3):166–8.
39. Ruengrungsom C, Burrow MF, Parashos P, Palamara JEA. Evaluation of F, Ca, and P release and microhardness of eleven ion-leaching restorative materials and the recharge efficacy using a new Ca/P containing fluoride varnish. *J Dent*. 2020 Nov;102:103474.
40. Rathee K, Mushtaq U, Mushtaq F, Thakur D, Poonia N, Khullar S. Comparative Evaluation of Postoperative Sensitivity Following Restoration of Class I Lesions with Different Restorative Materials: An In Vivo Study. *J Contemp Dent Pract*. 2021 Aug 9;22(6):650–4.
41. Mazumdar P, Das A, Guha C. Comparative evaluation of hardness of different restorative materials (Restorative GIC, Cention N, Nanohybrid Composite resin and Silver Amalgam) - An In Vitro Study. *Int J Adv Res (Indore)*. 2018 Mar 31;6(3):826–32.

Capítulo 2 – Efeito da ciclagem térmica e erosiva nas propriedades físicas e químicas de um alcasite e compósitos bioativos

Resumo

O objetivo deste estudo foi comparar as propriedades físicas e químicas de um Alcasite com materiais restauradores convencionais bioativos. Foram testados: Alcasite (ALK, Cention N), Cimento de ionômero de vidro modificado por resina (CIVRM, Riva LC), Resina bioativa (RCB, Beautifill II), e Resina convencional (RC, controle, Z100). Foram construídas 24 barras para resistência flexural (RF - 25 mm x 2 mm x 2 mm), 24 discos para microdureza Vickers (MV - 6mm de diâmetro x 2 mm de espessura) para cada grupo, subdivididos (n=8) de acordo com envelhecimento: C - controle, TC - termociclagem (5000 ciclos, 5^o-55^oC, 30 s), e DE - desafio erosivo (ácido cítrico, pH 3,6, 5 min, 4x dia, 15 dias). Para sorção e solubilidade, 8 amostras de cada grupo (8 mm de diâmetro e 1 mm de espessura) foram confeccionadas, e tiveram sua massa e volume calculados em três momentos: M1 – inicial, M2, após imersão em água por 7 dias e M3, após secagem por 14 dias. A análise estatística foi feita por meio de análise de variância e teste de Tukey ($p < 0.05$). Os resultados indicaram que a TC reduziu os valores de RF para todos os materiais testados, o DE reduziu apenas para CIVRM e RC. O CIVRM apresentou os menores valores de RF em todas as condições. Para microdureza, ALC e CIVRM tiveram valores iniciais similares, enquanto a BRC apresentou valores intermediários e a RC os maiores. A TC e o DE reduziram apenas os valores de dureza de BRC e RC. Para Sorção, o ALC teve valores menores que a RC, e na Solubilidade, CIVMR teve os maiores valores. Conclui-se que a redução das propriedades após envelhecimento foi material-dependente. A TC reduziu a RF de todos os materiais. O ALC foi resistente ao DE mantendo valores similares de RF e MV. O CIVRM foi o material que apresentou maior solubilidade.

Relevância clínica: Os Alcasites e a resina bioativa testadas mantêm propriedades físicas consistentes em ambientes adversos, podendo ser opções para restaurações em pacientes com desgaste erosivo.

Palavras-chave: Alcasite, Bioatividade, Erosão, Microdureza, Propriedades Mecânicas

Abstract

The aim of this study was to compare the physical and chemical properties of an Alkasite with conventional bioactive restorative materials. The following were tested: Alkasite (ALK, Cention N), Resin-modified glass ionomer cement (CIVRM, Riva LC), Bioactive resin (RCB, Beautifill II), and Conventional resin (RC, control, Z100). For flexural strength, 24 bars (FS - 25 mm x 2 mm x 2 mm) were constructed, while 24 discs were made for microhardness (VM - 6 mm diameter x 2 mm thickness). They were subdivided (n=8) according to aging: C - control, TC - thermocycling (5000 cycles, 5^o-55^oC, 30 s), and EC - erosive challenge (citric acid, pH 3.6, 5 min, 4x day, 15 days). For sorption and solubility, 8 samples from each group (8 mm in diameter and 1 mm in thickness) were prepared, and their mass and volume were calculated at three moments: M1 – initial, M2, after immersion in water for 7 days and M3, after drying for 14 days. Statistical analysis was performed using analysis of variance and Tukey test (p< 0.05). TC reduced FS values for all tested materials, EC reduced only for CIVRM and RC. The CIVRM presented the lowest FS values in all conditions. For microhardness, ALK and CIVRM had similar initial values, while BRC presented intermediate values and RC the highest. TC and EC only reduced the hardness values of BRC and RC. For Sorption, ALK had lower values than RC, and in Solubility, CIVRM had the highest values. In conclusion, the reduction in properties after aging was material-dependent. TC reduced the FS of all materials. ALK was resistant to EC maintaining similar FS and VM values. CIVRM was the material with the highest solubility.

Clinical Significance: The Alkasites and bioactive resin tested maintained consistent physical properties in adverse environments and may be restorative option for patients with erosive tooth wear.

Keywords: Alkasite, Bioactivity, Erosion, Microhardness, Mechanical properties.

2.1 Introdução

Dentes com perda de estrutura em decorrência de processos cariosos e não cariosos frequentemente requerem procedimentos restauradores que transcendem a simples recuperação estética e funcional, devendo visar também a preservação e o aprimoramento da sua integridade estrutural. Materiais com essas características tem sido conhecidos como bioativos e se refere ao potencial em induzir deposição mineral específica e intencionalmente desejada sobre o substrato dental [1] por meio de liberação e troca iônica contínua entre saliva e material. Essa troca iônica funciona não só para o fortalecimento da estrutura dentária, como também para oferecer propriedades antimicrobianas e favorecer o processo de remineralização, ajudando na redução da progressão das lesões [2]. A propriedade de bioatividade é, na maioria das vezes, conferida ao material pela presença de vidros modificados para conter íons que irão funcionar nesses processos de trocas iônicas [2]. Mais recentemente, o Federação Dentária Internacional preconizou que para ser considerado bioativo o material dele ter seu mecanismo de ação bem definido e respaldado por estudos in vitro ou clínicos, ter a duração do efeito bem descrita (em especial para propriedades antibacterianas), não causar efeitos biológicos negativos (em especial, resistência bacteriana), e por fim, ser usado com propósito primário e principal de reconstrução tecidual [3].

No geral, estes o uso desses materiais bioativos para tratamento e prevenção de lesões cariosas tem sido bastante estudada na literatura recente, em especial no que diz respeito a mecanismos de aumento da resistência do esmalte em meio ácido, aumento dos processos de remineralização e efeitos antibacterianos [2,4-6]. No entanto, além das lesões cariosas, as lesões de desgaste erosivo tem tido um aumento crescente e preocupante na prevalência [7], em especial em adultos jovens, e pouco tem sido avaliado a respeito do comportamento desses materiais bioativos em meio erosivo [8]. Ambas lesões são resultados de processos comportamentais e biopsicossociais, sendo consideradas multifatoriais, e com impacto negativo na qualidade de vida dos seus portadores [9,10]. A América Latina apresenta altos índices de prevalência de ambas as condições ainda exigindo esforços contínuos por parte dos dentistas e políticas públicas de saúde mais eficazes no seu controle, prevenção e tratamento [7,11].

O exemplo mais clássico de material restaurador bioativo contendo vidros modificados é o cimento de ionômero de vidro (CIV), reconhecido por suas propriedades de liberação de flúor e adesão química ao dente. A fim de melhorar a resistência desse material e melhorar o tempo de trabalho, existe disponível versões com incorporação de monômeros resinosos (CIVRM), com estudos clínicos mostrando uma melhor taxa de sobrevivência destes em comparação com os CIVs tradicionais em restaurações de dentes posteriores, em especial pela melhor resistência ao desgaste superficial e menor perda de retenção [12].

Alem dos CIVs, esses vidros modificados tem sido inseridos em resinas compostas a fim de fornecer propriedades de bioatividade a esses materiais. Um exemplo é o SPRG (*Surface Pre Reacted Glass*), no qual a partícula de vidro é tratada com ácidos, composta com íons como alumínio, borato, fluoreto, silicato, sódio e estrôncio que vão ser liberados no meio oral e peri-restaurador e atuar sinergicamente para proteger a estrutura dentária através de diferentes mecanismos, como o tamponamento de ácidos para dificultar o processo de desmineralização [13]. Além disso, um efeito antibacteriano é promovido pelos íons borato, diminuindo a formação de biofilme [4,6].

Outros materiais bioativos, como as alcasitas, cujo precursor é o Cention N (Ivoclar), são recentes na odontologia e foram desenvolvidos como alternativa ao amálgama de prata. Possui duas fases, o pó contém partículas de vidro, pigmentos e iniciadores, e o líquido é à base de monômero dimetacrilato e iniciadores de polimerização. O vidro é composto por silicato de alumínio, trifluoreto de ytterbium, partículas pré-polimerizadas, vidro fluossilicato de cálcio e bário, alumínio e cálcio. Sua mistura é feita no momento do uso, e é aplicado de maneira direta na cavidade dispensando primers ou adesivos. Possui polimerização dual (com fotoativação opcional), sendo considerado ideal para o setor posterior devido à alta resistência à flexão comparado ao CIV [14], além de ser usado em um único incremento, minimizando o efeito negativo da profundidade de polimerização quando comparado com a resina composta. Estudos indicam que o alcasite oferece estética [15], dureza [16,17], biocompatibilidade e selamento marginal [18] comparáveis aos ionômeros de vidro, com o benefício adicional de liberar flúor e cálcio de maneira mais prolongada e induzir a formação de cristais de apatita [17, 19, 20]. A liberação de íons hidroxila regula o pH, prevenindo a desmineralização em conjunto com flúor e cálcio. Um

estudo in vitro recente indicou resistência flexural superior a outros compósitos bioativos, como CIVRM [21], no entanto, o comportamento físico e químico desse material após envelhecimento e condições erosivas ainda não é bem estabelecido.

Assim, o objetivo deste estudo foi realizar uma comparação das propriedades físicas e químicas dos Alcasites com outros materiais restauradores bioativos convencionais. A hipótese nula testada foi que não houve diferença significativa quanto à resistência à flexão, microdureza, sorção e solubilidade entre os materiais testados.

2.2. Metodologia

2.2.1 Delineamento experimental e calculo amostral

O presente estudo experimental in vitro avaliou as características físico-químicas e mecânicas de quatro materiais restauradores (Tabela 1): Cention N (ALK - alcasite), Riva Light Cure (CIVRM – cimento de iômero de vidro modificado por resina), Beautifill II (RCB – resina composta bioativa) e Z100 (RC – resina composta convencional - grupo controle). Foi utilizada luz LED (Bluephase-Ivoclar Vivadent, Schaan/Liechtenstein) para fotopolimerizar os materiais conforme as instruções do fabricante (Tabela 1). Para o Cention, foi aplicada sua versão fotoativada. Um único operador manuseou e confeccionou todas as amostras para garantir uniformidade e precisão durante o procedimento. Para determinar o número de amostras necessárias por grupo, foi realizado um estudo piloto, e utilizada uma fórmula padrão de cálculo amostral, utilizando a calculadora do departamento de estatística da USP/Bauru (disponível no link: <http://estatistica.bauru.usp.br/calculoamostral/calculos.php>), e definido em $n=8$.

Os materiais foram divididos em três grupos de acordo com o tipo de ciclagem ($n=24$): Controle (sem ciclagem); Termociclagem (5.000 ciclos, 5°C-55°C, tempo de imersão 30s e tempo de transferência 5s); Ciclagem erosiva (ácido cítrico, 0,3%, pH 3,6, 5min, 4x/dia, 15 dias). Foram realizadas mensurações de microdureza (Vickers), resistência à flexão (3 pontos) e sorção e solubilidade em água.

Tabela 1: Características e Protocolo de Aplicação dos Materiais Estudados			
Material/Símbolo	Fabricante	Composição	Protocolo de aplicação
Alcasite - Cention N (ALK)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Pó: vidro inerte de alumínio-boro-silicato de bário, fluoreto de itérbio, vidro de fluoro-alumino-silicato de cálcio, e um vidro reativo Vidro SiO ₂ -CaO-CaF ₂ -Na ₂ O Líquido: UDMA (dimetacrilato de uretano); DCP (dimetacrilato Triciclodecano-dimetanol); PEG-400 DMA (dimetacrilato de polietilenoglicol), iniciadores, estabilizantes e aditivos. Sistema iniciador: hidroperóxido, Ivocerin e óxido de acilfosfina Carga: 58-59% volume	Relação pó:líquido 4,6:1 partes em peso, o que corresponde a 1 colher medidora de pó para 1 gota de líquido, utilizando bloco de papel e espátula plástica semirrígida. Fotopolimerizar por 20 segundos.
Riva Light Cure- Cimento de Ionômero de Vidro Modificado com Resina (CIVRM)	Southern Dental Industries (SDI), Bayswater, Victoria, Austrália	Pó: Vidro fluoro-aluminossilicato; Pó de ácido poliacrílico e pigmento. Líquido: ácido poliacrílico; Água destilada; Ácido carboxílico polibásico. Carga: 53% volume	Agite a cápsula antes de romper a membrana. Após colocar a cápsula no amalgamador (SDI, Austrália) a 4000 repetições por minuto, por 10 segundos. Retire a cápsula do amalgamador, insira-a no porta-cápsulas e pressione três vezes para dispensar o material. Fotopolimerizar por 20 segundos.
Beautifill II- Resina Composta Bioativa de Viscosidade Regular (RCB)	Shofu Inc., Kyoto, Japão	Silicato de bário; Fluorofosfato de alumínio; Fluossilicato de alumínio; Vidro de bário; Vidro de sílica zircônia; Vidro de sílica titânio; Vidro de fluoreto de sílica, resina de dimetacrilato de uretano (UDMA); Resina dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA); Resina dimetacrilato de bisfenol A (Bis-GMA); Fotoiniciadores. Nanohíbrida. Carga 83,3% peso, 69% volume. Tamanho da partícula: 0.01–4.0 µm, média: 0.8 µm.	O material foi inserido na matriz de silicone utilizando uma espátula de inserção de incremento único. Fotopolimerização durante 20 segundos, repetida ao longo da barra, tendo em conta a área da ponta do equipamento.
Z100-Resina Convencional (RC)	3M ESPE, Sumaré, Brasil	Bis-GMA (metacrilato de glicidil bisfenol A); TEGDMA (dimetacrilato de trietilenoglicol); UDMA (dimetacrilato de uretano); Cargas inorgânicas (como sílica e zircônia); Fotoiniciadores (Canforquinona e Metacrilato de Dietilaminoetila (DEMA); Estabilizadores e Pigmentos.	O material foi inserido na matriz de silicone utilizando uma espátula de inserção de incremento único. Fotopolimerização durante 20 segundos, repetida ao longo da barra, tendo em conta a área da ponta do equipamento.

Microhíbrida. Carga: 84.5% peso,
66% volume. Tamanho da partícula:
3,5 – 0.01 μ m, média: 0.6 μ m

2.2.2 Resistência flexural de 3 pontos

Foram fabricados 24 blocos de 25 mm x 2 mm x 2 mm em matriz de silicone rígido, de acordo com a norma ISO 4049 para cada um dos materiais: ALK, CIVRM, RCB e RC. Para todos os materiais foram seguidas as instruções do fabricante (Tabela 1). O grupo ALK, uma vez misturado o material, foi depositado sobre a matriz de silicone com uma espátula plástica. Para CIVRM, a mistura da cápsula foi depositada diretamente na matriz com a ajuda do porta-cápsula. O material dos grupos RCB e RC foram inseridos na matriz utilizando uma espátula de inserção em um único incremento. Em todos os casos, após a colocação do material, o excesso foi removido, uma matriz de poliéster foi posicionada sobre o material e pressionada com auxílio de uma lamina de vidro de forma uniforme para reduzir a formação de bolhas e facilitar a remoção dos excessos. Em seguida os materiais foram fotopolimerizados com luz LED por 20 segundos (Bluephase G2, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, 1200 mW/cm²), com atenção para a área de atuação do equipamento de luz, sendo assim, realizado mais de uma ativação ao longo da barra até que toda ela estivesse polimerizada.

Após a confecção, as amostras foram imersas em água e armazenadas em estufa a 37°C e posteriormente divididas em 3 subgrupos (n = 8) de acordo com a ciclagem a ser realizada: Controle (sem ciclagem); Ciclo térmico usando o equipamento de termociclagem automático (OMC300-Odeme Dental Research, Santa Catarina, Brasil); e o grupo erodido. As amostras do grupo controle foram submetidas ao ensaio de flexão em 3 pontos 7 dias após sua confecção, período durante o qual continuaram armazenadas na estufa, enquanto as demais amostras foram testadas após a ciclagem correspondente de cada grupo. Para termociclagem foi realizado 5000 ciclos, com temperatura 5°C e 55°C, 25 seg de imersão em cada banho, e 5 seg para troca. Para ciclagem erosiva, foi feito um ciclo de remineralização e desmineralização usando saliva artificial [22] (composição: CaCl₂.2H₂O (0,1029g) + MgCl₂(0,04066g) + KH₂PO₄(0,544g) + C₈H₁₈N₂O₄S (4,766g) + KCl (2,2356) + água destilada (1000 ml) - pH 6.9) e ácido cítrico (0,3%, pH 3,6), com 4 imersões em ácido

por 5 min, durante 15 dias. Durante o período noturno as amostras foram mantidas em saliva artificial e em estufa (37°C).

O teste de resistência flexural de 3 pontos foi realizado na máquina de ensaios universal (EZ Test, Shimadzu Corporation, Quioto, Japão), com velocidade de 1 mm/min, força de compressão, carga de 5N, e dispositivo conforme ISO 4049. A resistência à flexão (MPa) foi calculada considerando a fórmula: $3PL/2WT^2$, onde: P é a força registrada no momento da fratura (N); L, a distância entre os suportes (20 mm); W, largura do espécime (2 mm) e T, espessura do espécime (2 mm) [23].

2.2.3 Microdureza Vickers

Para a avaliação da microdureza, foram preparadas 24 amostras circulares de cada material (ALK, CIVRM, RCB e RC) seguindo as instruções do fabricante e descritas anteriormente (Tabela 1). Uma matriz de silicone com dimensões de 6 mm de diâmetro e 2 mm de altura foi utilizada para padronização das amostras. Estas foram embutidas em resina acrílica para adequação do formato no equipamento de microdureza e padronização do polimento, realizado com lixas de carbetto de silício de granulação progressiva (600, 800, 1200), seguidas de feltro com pasta diamantada de polimento. O polimento foi realizado em politriz circular (PVV Teclago, São Paulo, Brasil), por dois minutos em cada lixa, velocidade de 200 rpm e com irrigação constante. Após o polimento, foram lavadas em banho ultrassônico para remoção de detritos e divididas em três subgrupos de acordo com a ciclagem (n=8): grupo controle, termociclado e ciclo erosivo.

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado em duas fases distintas: após 7 dias do preparo das amostras (valor inicial) e, posteriormente, após a ciclagem correspondente de cada grupo. No grupo controle, as amostras foram mantidas em água destilada por mais 7 dias. Para medir a microdureza, foi utilizado um indentador Vickers em microdurômetro digital (Future-Tech Corp FM-700, Tóquio, Japão), com uma carga de 300 g por 15 segundos[23]. Foi realizado três identificações em cada amostra, e considerada a média entre elas.

2.2.4 Sorção e Solubilidade

Para a avaliação da sorção e solubilidade, foram preparadas 8 amostras circulares de cada material com 8 mm de diâmetro e 1 mm de espessura usando uma matriz de silicone. O processo de preparo das amostras seguiu os mesmos passos descritos anteriormente. Um micrômetro digital de precisão (Insize 1-2/25-50mm Mod. 3109-50a, São Paulo, Brasil) foi utilizado para medir o diâmetro e espessura de cada amostra para o cálculo do volume inicial (mm^3), e uma balança semi-analítica de precisão (Bel Engenharia, Piracicaba, Brasil) utilizada para medir o peso delas (mg).

As amostras foram mantidas em um dessecador e estufa a 37°C por sete dias. Posteriormente, o volume e peso foram obtidos durante 5 dias consecutivos até estabilizarem (M_1). Em seguida, as amostras foram imersas em 2 ml de água por mais 7 dias, e um novo volume e peso foram obtidos (M_2). Por fim, as amostras foram removidas da água, e mantidas em estufa e dessecador por mais 7 dias, e então novos valores obtidos por mais 5 dias consecutivos até estabilização para obter o volume e peso final (M_3).

A sorção (S_ζ) foi calculada pela fórmula $S_\zeta = (M_1 - M_2)/V$ e a solubilidade (S_b) pela fórmula $S_b = (M_1 - M_3)/V$. [24] O volume e peso foram medidos nos três momentos (M_1 , M_2 e M_3), para o volume foi considerado o diâmetro (D) e a espessura (h) das amostras e calculado pela fórmula $V = (\pi \times r^2) \times h$, onde $\pi = 3,14$, $r = D/2$ e $h =$ espessura em mm. Vale ressaltar que as amostras não foram submetidas ao envelhecimento para a avaliação da sorção e solubilidade.

2.2.5 Análise estatística

Foi realizada o cálculo da média e desvio padrão das variáveis estudadas para avaliação da normalidade dos dados por meio dos testes de Shapiro Wilk e Levene. Os dados de resistência flexural foram submetidos ao teste de análise de variância em dois fatores (material e envelhecimento) seguido do teste pos hoc de Tukey. Os dados de microdureza foram submetidos a avaliação pelo teste de análise de variância de medidas repetidas, considerando o fator tempo como variável de repetição (inicial x final). Os dados de sorção e solubilidade foram submetidos a análise de variância em um fator (material), seguido do teste de Tukey. Todas as análises foram feitas

considerando $p < 0,05$, e utilizado o software Jamovi 2 (v.2.0.0, The jamovi project (2021), disponível em <https://www.jamovi.org>).

2.3. Resultados

Os valores de média e desvio padrão apresentados na avaliação da resistência flexural de três pontos estão descritos na Tabela 2. O teste ANOVA dois fatores indicou diferença estatística para todos os fatores (material: $p < 0,001$; ciclagem: $p < 0,001$ e interação: $p < 0,001$). O ALK e RCB apresentaram redução dos valores após termociclagem, e similares para o grupo controle e erodido. O CIVRM apresentou valores similares após termociclagem e erosão, e ambos menores que o controle. A RC apresentou valores inferiores para termociclagem, intermediários para erosão, e superiores para o controle. Quanto ao tipo do material, o CIVRM apresentou os menores valores após termociclagem e erosão, e os demais grupos, foram similares.

Tabela 2 - Média (Desvio Padrão) e resultados do teste de Tukey para a resistência à flexão em 3 pontos (MPa) dos materiais avaliados sob diferentes condições de ciclagem

	Controle			Termociclagem			Erosão		
	Média	DP		Média	DP		Média	DP	
ALK	155.0	(22.6)	Ba	111.5	(15.0)	Ab	137.8	(19.0)	Aa
CIVRM	101.8	(9.0)	Ca	34.2	(7.0)	Bb	39.9	(8.0)	Bb
RCB	123.3	(14.3)	Ca	84.4	(14.4)	Ab	116.1	(18.6)	Aa
RC	213.8	(17.3)	Aa	87.9	(20.8)	Ac	139.1	(12.9)	Ab

Letras maiúsculas mostram a diferença nas colunas entre os materiais, e as letras minúsculas mostram diferença nas linhas entre as ciclagens.

Com relação a microdureza, os valores de média e desvio padrão estão dispostos na Tabela 3. O teste ANOVA medidas repetidas indicou diferença estatística para todos os fatores (tempo: $p < 0,001$; material: $p < 0,001$; ciclagem: $p < 0,001$ e interação entre os fatores: $p < 0,001$). O teste Tukey revelou que o alcasite e o cimento de ionômero de vidro apresentaram valores de microdureza iniciais similares, a resina bioativa apresentou valores intermediários e a resina convencional, valores superiores. Com relação a ciclagem, após a termociclagem apenas os valores das resinas testadas sofreram redução da microdureza quando comparada a condição inicial, se mantendo superior comparado aos do grupo CIVRM e ALK, que foram

similares entre si. Por fim, após o desafio erosivo, os valores das resinas testadas também apresentaram redução da microdureza comparada a condição inicial, e no grupo CIVRM não foi possível realizar a leitura final em decorrência de grande alteração na superfície do material que inviabilizou a visualização das indentações para mensuração.

Tabela 3 - Média (Desvio Padrão) e resultado do teste de Tukey para microdureza dos materiais avaliados em diferentes condições de ciclagem

Ciclagem	Materiais	INICIAL			FINAL		
		Média	DP		Média	DP	
Controle	ALK	59.22	(4.30)	Aa	50.25	(2.44)	Aa
	CIVRM	48.29	(8.07)	Aa	48.98	(7.26)	Aa
	RCB	96.03	(6.17)	Ba	97.77	(11.86)	Ba
	RC	142.62	(8.96)	Ca	125.63	(6.13)	Db
Termociclagem	ALK	57.15	(2.11)	Aa	49.85	(3.45)	Aa
	CIVRM	49.80	(5.17)	Aa	53.50	(5.47)	Aa
	RCB	94.66	(8.30)	Ba	73.18	(8.16)	Cb
	RC	133.48	(7.92)	Ca	122.01	(7.71)	Db
Erosão	ALK	59.98	(4.41)	Aa	51.59	(3.31)	Aa
	CIVRM	47.53	(9.01)	A	N/M*	N/M	/
	RCB	92.01	(6.27)	Ba	45.36	(3.23)	Ab
	RC	139.90	(10.21)	Ca	128.18	(3.74)	Db

Letra maiúscula mostra diferença nas colunas para os materiais, e letras minúsculas nas linhas, para o tempo (inicial x final)

*N/M: Não Mensurado

Com relação a sorção e solubilidade, os dados se apresentaram dentro da normalidade (Shapiro-Wilk, sorção: $p=0,460$; solubilidade: $p=0,799$). O teste Anova um fator (material) revelou diferença entre os grupos para ambas variáveis (sorção: $p=0,046$; solubilidade: $p < 0,001$). Os valores de média e desvio padrão estão dispostos na Tabela 4, assim como os resultados do teste de Tukey. Para sorção, valores negativos indicam aumento da massa, e o grupo ALK apresentou valores menores que a resina convencional, sendo os demais grupos similares a ambos. Para solubilidade, o grupo CIVRM testado apresentou maiores valores comparados aos demais grupos, que foram similares entre si.

Tabela 4 - Média (Desvio Padrão) e resultado do teste de Tukey para sorção e solubilidade dos materiais avaliados

	Sorção ($\times 10^{-6}g$)			Solubilidade ($\times 10^{-6}g$)		
	Média	DP		Média	DP	
ALK	-5.63	(3.59)	A	1.98	(3.93)	A
CIVRM	-10.62	(2.74)	AB	60.68	(11.75)	B
RCB	-8.07	(5.28)	AB	0.71	(5.25)	A
RC	-14.69	(5.76)	B	-0.33	(4.27)	A

Letras maiúsculas indicam diferença entre os grupos separadamente para sorção e para solubilidade

2.4. Discussão

Os resultados do estudo indicam que houve diferenças significativas na resistência à flexão, microdureza, sorção e solubilidade entre os materiais avaliados. Portanto, pode-se afirmar que a hipótese nula foi rejeitada.

Os testes de resistência à flexão são importantes para prever a resistência a fratura produzida pelas forças oclusais na cavidade oral [25]. Os resultados de resistência flexural obtidos no estudo revelam diferenças significativas entre os materiais em resposta às condições de ciclagem testadas. Considerando o comportamento inicial dos materiais (controle), o alcasite apresentou valores superiores ao CIVRM e a resina composta bioativa (nanohíbrida) testada corroborando com estudos anteriores [26, 27]. Comparado ao CIVRM, os maiores valores obtidos podem ser atribuídos ao maior teor de carga encontrado no pó, e a sua composição livre de Bis-GMA, HEMA e TEGDMA, e com UDMA como principal monômero de sua matriz [28–32]. O dimetacrilato de uretano (UDMA) apresenta viscosidade moderada e responsável pela melhoria nas propriedades mecânicas [26]. Esta estrutura monomérica confere estabilidade mecânica ao material; além disso, a sinergia entre UDMA e PEG-400 DMA melhora as propriedades mecânicas e garante estabilidade prolongada durante a polimerização. Em ambas resinas testadas, o UDMA também é encontrado, e as diferenças em valores podem estar relacionadas a sua quantidade e ao teor de carga inorgânica em cada material.

Nas condições de ciclagem testadas, todos os materiais tiveram redução da resistência flexural após a termociclagem, sendo a maior queda observada para o CIVRM. A redução dos valores pós termociclagem pode ser justificada por alterações na sua fase orgânica, conforme indicado em estudos prévios [33, 34], visto que a

exposição à variação de temperatura causa alterações na matriz polimérica, como relaxamento de tensões internas e formação de microfissuras, que por sua vez podem afetar a resistência à flexão do material. Além disso, o ciclo térmico prolongado pode causar absorção de água que atua como plastificante, enfraquecendo a rede polimérica e prejudicando a interface matriz-carga, uma vez que rompe as ligações entre o silano e as partículas [35], reduzindo a resistência das propriedades de superfície dos materiais. Tensões térmicas são facilmente formadas em compósitos devido a variação nos coeficientes de expansão térmica dos seus componentes, podendo ser intensificados pela ciclagem térmica no ambiente bucal, e a termociclagem é um teste bastante aceito para mimetizar a degradação das propriedades mecânicas dos materiais[35]. Para a ciclagem erosiva, o alcasite e a resina biativa foram os mais resistentes, mantendo os valores similares ao controle. O estudo realizado por Ramos et al.[30] indicou que os materiais bioativos, como Cention N e Equia Forte, apresentaram maior estabilidade em suas propriedades mecânicas (resistência à flexão, tensão de contração, grau de conversão, microdureza e resistência à união) após serem submetidos a condições de envelhecimento, em comparação aos materiais convencionais como resina composta Filtek Z350. A troca iônica promovida pela bioatividade é possivelmente um dos colaboradores na redução dos efeitos deletérios do ácido sobre a superfície do material, contribuindo para seu tamponamento mais rápido. O vidro SPRG da resina bioativa testada, por exemplo, possui íons, como o Sr^{2+} e o Na^+ , capazes de neutralizar mais rapidamente ácidos na superfície [6], podendo este ser um fator contribuidor para redução a degradação química na superfície. A troca iônica dos materiais bioativos com o meio externo também tende a favorecer a deposição mineral, o que funciona como uma barreira de sacrifício para desmineralização ao contato com ácidos, reduzindo o efeito deletério deste na superfície do material [36].

Por fim, a ISO 4049 recomenda um valor mínimo de resistência flexural de 80MPa para uso como material restaurador definitivo em áreas posteriores [37], tendo todos os materiais atendido esse parâmetro, com exceção do CIVRM após ambas ciclagens, indicando que seu comportamento clínico em pacientes com alto risco ao desgaste dental erosivo tenderá a ser inferior aos demais materiais.

Com relação a microdureza, é essencial que os materiais restauradores apresentem valores adequados para resistir as forças mastigatórias e ao desgaste; e

o seu conteúdo e composição, tamanho das partículas de carga, o tipo da matriz orgânica e a proporção entre eles, afetam diretamente as propriedades de superfície deles [38]. Entre as resinas compostas testadas, os valores da Z100 foram maiores que da resina bioativa testada, o que era esperado em decorrência do tamanho e volume das partículas. Já o alcasite apresentou valores similares ao cimento de iônomo de vidro modificado por resina, mesmo com conteúdo de carga e orgânico muito diferentes. Resultados similares foram obtidos por Ramos et.al. (2024) [30].

Após a termociclagem, ambas resinas tiveram seus valores reduzidos significativamente quando comparados aos valores iniciais, embora, quando considerado os valores finais apenas, a resina Z100 apresentou valores similares entre os grupos controle, termociclado e erodido; enquanto a resina bioativa apresentou valores superiores no grupo controle, intermediário no grupo termociclado e inferior no erodido. A redução dos valores da resina convencional (Z100) nesse caso pode estar relacionado a sorção sofrida pelo material (Tabela 4) na primeira semana, visto que no grupo controle o material ficou imerso em água por 7 dias previamente a mensuração do valor final, o que pode ter causado certa solubilidade da matriz orgânica e redução da dureza inicial. Já na resina bioativa, a redução maior na dureza ocorreu após a ciclagem erosiva. Um estudo anterior observou que resinas com SPRG tem maior suscetibilidade à redução da dureza sob desafio com ácido cítrico do que uma resina composta microhíbrida, possivelmente relacionado ao fato de que este vidro é mais suscetível à degradação por ácidos fracos do que as partículas de zircônia na resina convencional [39]. Sabe-se que a solubilização superficial ocorre e é necessária para troca iônica e benefícios da bioatividade, e mesmo com a redução da dureza superficial, a resistência flexural do material foi superior, conforme discutido anteriormente. O alcasite foi o material mais estável, sendo capaz de manter sua microdureza similar em todas as condições testadas, indicando que as alterações internas na matriz polimérica e cargas que podem ter causado as alterações na resistência flexural, não impactaram a dureza superficial, e novamente, em termos do desgaste erosivo, a formação de íons minerais derivados do cálcio sobre a superfície pode ter funcionado como uma barreira de sacrifício a dissolução, causando menor impacto sobre a superfície. Para o CIVRM não foi possível realizar a leitura da microdureza após o desafio erosivo em decorrência de destruição e irregularidades na superfície que inviabilizaram a visualização das identificações. A susceptibilidade do

CIVRM à erosão, dada a sua natureza higroscópica e libertação de íons, é um factor crítico na sua estabilidade em ambientes ácidos. Estudos como os de Xie et al. [40] e Menezes-Silva et al. [41] destacaram a tendência do CIVRM de absorver água, afetando estabilidade na presença de ácidos.

Por fim, para sorção e solubilidade, os dados mostraram apenas que o alcasite teve menor sorção comparada a resina convencional, e que o CIVRM foi o material com maior solubilidade. Em termos de sorção, o valor mais negativo indica maior aumento de massa do material (devido à entrada de água no material). Em termos de solubilidade, um valor mais elevado indica uma maior capacidade do material se dissolver em meio aquoso. A água absorvida pode causar lixiviação dos monômeros não polimerizados e, em menor extensão, dissolução de cargas funcionais, perda de massa e maior solubilidade [42]. A maior sorção da resina convencional pode estar relacionada a presença do Bis-GMA, que aumenta a hidrofiliidade do material e maior absorção de umidade. Os valores reduzidos no grupo ALK podem ser devidos à presença de UDMA, principal componente da matriz monomérica que possui viscosidade moderada e contribui para as propriedades mecânicas. Segundo disponível na bula do fabricante, a ausência de grupos laterais hidroxila no UDMA confere-lhe propriedades hidrofóbicas e menor absorção de água. Por outro lado, o DCP, um monômero de metacrilato difuncional de baixa viscosidade, facilita a mistura manual do Cention N, enquanto o PEG-400 DMA, um monômero líquido, melhora a fluidez do Cention N e seu caráter hidrofílico favorece a umectação do substrato dentário, permitindo melhor adaptação ao esmalte e à dentina. A maior solubilidade do CIVRM pode explicar a impossibilidade de leitura da microdureza após ciclagem erosiva.

Assim, alterações nas propriedades mecânicas e químicas dos materiais biotivos testados dependem do tipo de ciclagem e da composição dos materiais. Os dados indicam que os materiais bioativos testados possuem resistência flexural mínima para uso clínico; o alcasite possui maior estabilidade da microdureza após as ciclagens testadas, podendo ser opções interessantes para pacientes com alto risco a desgaste erosivo, além de possuírem menor solubilidade que o CIVRM. Estudos clínicos devem ser conduzidos para validade estes resultados.

2.5. Conclusão

Pode-se concluir que, a redução das propriedades após as ciclagens realizadas foi material-dependente. O alcasite manteve uma resistência flexural superior a 80MPa após todas as condições testadas, apresentando valores similares aos das resinas testadas. Apresentou estabilidade da microdureza após ciclagem termica e erosiva, embora inferior a das resinas compostas; bem como sorção similar a do CIVRM e da RCB e solubilidade inferior ao CIVRM. Estes resultados indicam que o alcasite é um material com bom potencial para uso como material restaurador direto em pacientes com alto risco a desgaste erosivo.

2.6. Referências*

1. Vallittu PK, Boccaccini AR, Hupa L, & Watts DC (2018) Bioactive dental materials—Do they exist and what does bioactivity mean? *Dental Materials* 34(5) 693–694, <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.03.001>.
2. Borges AB, Mailart MC, Wang L, & Zanatta RF (2021) Materiais Bioativos em Odontologia Restauradora In: Rios D, Borges AB, Wang L, & Duarte DA (eds) *Materiais Bioativos em Odontologia Ciência e Prática Evolucionárias!*, 1a. Edição Napoleão Quintessence, Nova Odessa 116–127.
3. Schmalz G, Hickel R, Price RB, Platt JA. Bioactivity of Dental Restorative Materials: FDI Policy Statement. *Int Dent J.* 2023 Feb;73(1):21-27. doi: 10.1016/j.identj.2022.11.012.
4. Moecke SE, Silva AG de CS, Andrade ACM, Borges AB, & Torres CRG (2022) Efficacy of S-PRG filler varnishes on enamel caries remineralization *J Dent* 119 104074, <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2022.104074>.
5. Contreras SM, Fernandes JB, Spinola M da S, Garcia MT, Junqueira JC, Bresciani E, & Caneppele TMF (2023) Efficacy of bioactive materials in preventing *Streptococcus mutans*-induced caries on enamel and dentine *Eur J Oral Sci*, <https://doi.org/10.1111/EOS.12948>.
6. Imazato S, Nakatsuka T, Kitagawa H, Sasaki J-I, Yamaguchi S, Ito S, Takeuchi H, Nomura R, & Nakano K (2023) Multiple-Ion Releasing Bioactive Surface Pre-Reacted Glass-Ionomer (S-PRG) Filler: Innovative Technology for Dental Treatment and Care *J Funct Biomater* 14(4) 236, <https://doi.org/10.3390/jfb14040236>.
7. Martignon S, Bartlett D, Manton DJ, Martinez-Mier EA, Splieth C, & Avila V (2021) Epidemiology of Erosive Tooth Wear, Dental Fluorosis and Molar Incisor Hypomineralization in the American Continent *Caries Res* 55(1) 1–11, <https://doi.org/10.1159/000512483>.

*Lista de citação criada conforme norma da Revista Operative Dentistry, seguindo padrão Vancouver, com numeração superscrita no texto. Disponível em: <https://jopdent.com/author-review-for-journal/instructions-to-authors/>.

8. Viana Í, Alania Y, Feitosa S, Borges A, Braga R, & Scaramucci T (2020) Bioactive Materials Subjected to Erosion/Abrasion and Their Influence on Dental Tissues *Oper Dent* 45(3) E114–E123, <https://doi.org/10.2341/19-102-L>.
9. Engelmann JL, Tomazoni F, Oliveira MDM, & Ardenghi TM (2016) Association between Dental Caries and Socioeconomic Factors in Schoolchildren - A Multilevel Analysis *Braz Dent J* 27(1) 72–78, <https://doi.org/10.1590/0103-6440201600435>.
10. Lussi A, Hellwig E, Zero D, & Jaeggi T (2006) Erosive tooth wear: diagnosis, risk factors and prevention. *Am J Dent* 19(6) 319–25.
11. Paiva SM, Abreu-Placeres N, Camacho MEI, Frias AC, Tello G, Perazzo MF, & Pucca-Júnior GA (2021) Dental caries experience and its impact on quality of life in Latin American and Caribbean countries *Braz Oral Res*, <https://doi.org/10.1590/1807-3107bor-2021.vol35.0052>.
12. Heintze SD, Loguercio AD, Hanzen TA, Reis A, & Rousson V (2022) Clinical efficacy of resin-based direct posterior restorations and glass-ionomer restorations – An updated meta-analysis of clinical outcome parameters *Dental Materials* 38(5) e109–e135, <https://doi.org/10.1016/j.dental.2021.10.018>.
13. Imazato S, Nakatsuka T, Kitagawa H, Sasaki J-I, Yamaguchi S, Ito S, Takeuchi H, Nomura R, & Nakano K (2023) Multiple-Ion Releasing Bioactive Surface Pre-Reacted Glass-Ionomer (S-PRG) Filler: Innovative Technology for Dental Treatment and Care *J Funct Biomater* 14(4) 236, <https://doi.org/10.3390/jfb14040236>.
14. Pai D, Anirudhmaadhava PA, & Ginjupalli K (2024) In Vitro Evaluation of Mechanical Properties of Cention N and Its Comparison with Resin Modified Glass Ionomer Cement (RMGIC) Restorative Material as Used in Primary Teeth *The Scientific World Journal* 2024 1–7, <https://doi.org/10.1155/2024/9420336>.
15. Arora D, Jain M, Suma Sogi HP, Shahi P, Gupta I, & Sandhu M (2022) In vivo evaluation of clinical performance of Cention N and glass ionomer cement in proximal restorations of primary molars. *J Indian Soc Pedod Prev Dent* 40(1) 23–29, https://doi.org/10.4103/jisppd.jisppd_108_21.

16. Sardana A, Kumar M, & Taneja S (2022) Comparative evaluation of microleakage and hardness of newer posterior restorative materials *J Oral Biol Craniofac Res* 12(5) 733–736, <https://doi.org/10.1016/j.jobcr.2022.08.023>.
17. Theerarath T, & Sriarj W (2022) An alkaline restorative material effectively remineralized artificial interproximal enamel caries in vitro *Clinical Oral Investigation* 13, <https://doi.org/10.1007/s00784-022-04407-y>.
18. Firouzmandi M, Alavi AA, Jafarpour D, & Sadatsharifee S (2021) Fracture Strength and Marginal Adaptation of Conservative and Extended MOD Cavities Restored with Cention N *Int J Dent* 2021 1–7, <https://doi.org/10.1155/2021/5599042>.
19. Donly KJ, & Liu JA (2018) Dentin and enamel demineralization inhibition at restoration margins of Vitremer, Z 100 and Cention N. *Am J Dent* 31(3) 166–168.
20. Ruengrungsom C, Burrow MF, Parashos P, & Palamara JEA (2020) Evaluation of F, Ca, and P release and microhardness of eleven ion-leaching restorative materials and the recharge efficacy using a new Ca/P containing fluoride varnish *J Dent* 102 103474, <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2020.103474>.
21. François P, Remadi A, Le Goff S, Abdel-Gawad S, Attal J-P, & Dursun E (2021) Flexural properties and dentin adhesion in recently developed self-adhesive bulk-fill materials *J Oral Sci* 63(2) 139–144, <https://doi.org/10.2334/josnusd.20-0448>.
22. Batista GR, Torres CRG, Sener B, Attin T, & Wiegand A (2016) Artificial Saliva Formulations versus Human Saliva Pretreatment in Dental Erosion Experiments *Caries Res* 50(1) 78–86, <https://doi.org/10.1159/000443188>.
23. Bahari M, Kahnemoui M, Chaharom ME, Kimyai S, & Sattari Z (2021) Effect of curing method and thermocycling on flexural strength and microhardness of a new composite resin with alkaline filler *Dent Res J (Isfahan)* 18(1) 96, <https://doi.org/10.4103/1735-3327.330877>.
24. Kumar N, & Sangi L (2014) Water sorption, solubility, and resultant change in strength among three resin-based dental composites *J Investig Clin Dent* 5(2) 144–150, <https://doi.org/10.1111/jicd.12012>.

25. Kaptan A, Oznurhan F, & Candan M (2023) In Vitro Comparison of Surface Roughness, Flexural, and Microtensile Strength of Various Glass-Ionomer-Based Materials and a New Alkasite Restorative Material *Polymers (Basel)* 15(3) 650, <https://doi.org/10.3390/polym15030650>.
26. Vaithiyalingam A, Mathew M, Jayakumar S, Arumugam K, Ponnusamy P, & Narasimman T (2023) Evaluation of Compressive and Flexural Strengths of Two Resin-based Core Materials with an Alkasite Material: An In Vitro Study *J Contemp Dent Pract* 24(6) 385–389, <https://doi.org/10.5005/jp-journals-10024-3520>.
27. Mederos M, León E de, García A, Cuevas-Suárez CE, Hernández-Cabanillas JC, Rivera-Gonzaga JA, & Grazioli G (2024) In vitro characterization of a novel resin-based restorative material containing alkaline fillers *Journal of Applied Oral Science*, <https://doi.org/10.1590/1678-7757-2023-0219>.
28. Panpisut P, & Toneluck A (2020) Monomer conversion, dimensional stability, biaxial flexural strength, and fluoride release of resin-based restorative material containing alkaline fillers *Dent Mater J* 39(4) 608–615, <https://doi.org/10.4012/dmj.2019-020>.
29. Agarwal M, Singh G, Qureshi R, Singh SK, Mishra A, & Khurana N (2018) Comparative Evaluation of Mechanical Properties of Cention N with Conventionally used Restorative Materials—An In Vitro Study *International Journal of Prosthodontics and Restorative Dentistry* 8(4) 120–124, <https://doi.org/10.5005/jp-journals-10019-1219>.
30. Ramos NBP, Felizardo KR, Berger SB, Guiraldo RD, & Lopes MB (2024) Comparative study of physical-chemical properties of bioactive glass ionomer cement *Braz Dent J*, <https://doi.org/10.1590/0103-6440202405728>.
31. Bahari M, Kahn moui M, Chaharom ME, Kimyai S, & Sattari Z (2021) Effect of curing method and thermocycling on flexural strength and microhardness of a new composite resin with alkaline filler *Dent Res J (Isfahan)* 18(1) 96, <https://doi.org/10.4103/1735-3327.330877>.
32. Kaptan A, Oznurhan F, & Candan M (2023) In Vitro Comparison of Surface Roughness, Flexural, and Microtensile Strength of Various Glass-Ionomer-Based

Materials and a New Alkasite Restorative Material Polymers (Basel) 15(3) 650, <https://doi.org/10.3390/polym15030650>.

33. Janda R, Roulet J-F, Latta M, & Rüttermann St (2006) The effects of thermocycling on the flexural strength and flexural modulus of modern resin-based filling materials Dental Materials 22(12) 1103–1108, <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.09.005>.

34. Ferracane JL, Berge HX, & Condon JR (1998) In vitro aging of dental composites in water? Effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling J Biomed Mater Res 42(3) 465–472, [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4636\(19981205\)42:3<465::AID-JBM17>3.0.CO;2-F](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4636(19981205)42:3<465::AID-JBM17>3.0.CO;2-F).

35. Naser Alavi F, Ghavami-Lahiji M, & Habibi P (2023) Mechanical performance of a conventional resin composite and its bulk-fill restorative counterpart after long-term accelerated aging Dent Med Probl 60(4) 641–647, <https://doi.org/10.17219/dmp/151945>.

36. Abdallah A (2022) Elemental and Micromorphological Analysis of New Alkasite Based Restorative Material/Tooth Interface Egypt Dent J 68(1) 1065–1072, <https://doi.org/10.21608/edj.2021.105950.1866>.

37. International Organization for Standardization (2009) (2009) Dentistry—Polymerbased restorative materials. ISO 4049 Geneve.

38. Karakaş SN, & Küden C (2022) AFM and SEM/EDS characterization of surfaces of fluorine-releasing bulk-fill restorative materials aged in common liquids J Oral Sci 64(3) 202–207, <https://doi.org/10.2334/JOSNUSD.22-0020>.

39. Kooi T, Tan Q, Yap A, Guo W, Tay K, Soh M. Effects of Food-simulating Liquids on Surface Properties of Giomer Restoratives. Oper Dent. 2012 Oct 1;37(6):665–71.

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

41. Menezes-Silva R, Oliveira BMB de, Magalhães APR, Bueno LS, Borges AFS, Baesso ML, Navarro MF de L, Nicholson JW, Sidhu SK, & Pascotto RC (2020) Correlation between mechanical properties and stabilization time of chemical bonds in

glass-ionomer cements Braz Oral Res, <https://doi.org/10.1590/1807-3107bor-2020.vol34.0053>.

42. Müller JA, Rohr N, & Fischer J (2017) Evaluation of ISO 4049: water sorption and water solubility of resin cements Eur J Oral Sci 125(2) 141–150, <https://doi.org/10.1111/eos.12339>.

Capítulo 3. Avaliação da resistência de união de materiais restauradores com propriedades bioativas após ciclagem térmica e erosiva

RESUMO

Objetivo: Avaliar a resistência de união (RU) de materiais restauradores bioativos, em esmalte e dentina, submetidos a desafios erosivos e termociclagem. Materiais e métodos: Noventa e seis amostras de esmalte e de dentina (4 mm x 4 mm) foram obtidas da coroa e terço cervical radicular de dentes bovinos, embutidos em resina acrílica, planificados e polidos. Para cada substrato as amostras foram divididas em 4 grupos (n = 24) de acordo com o material testado: CNA - Alcasite (Cention N, Ivoclar) aplicado com adesivo universal; CN - Alcasite (Cention N, Ivoclar) aplicado sem adesivo; CIVRM - Cimento de ionômero de vidro modificado por resina (Riva LC, SDI); e STE - Resina composta autoadesiva bioativa (Stela Capsula, SDI). Foram construídos 3 cilindros (1 mm de diâmetro, 1,5 mm de altura) sobre cada amostra com o material respectivo de cada grupo com auxílio de uma matriz de silicone. Cada grupo foi subdividido de acordo com a ciclagem: térmica (5000 ciclos, 5^o-55^oC, 30 s), e erosiva (ácido cítrico, pH 3,6, 3 min, 3x/dia, 5 dias, com intervalos de remineralização em saliva artificial). A RU foi mensurada pelo teste de microcisalhamento. Os dados foram analisados pelo teste ANOVA 2 fatores e Tukey (p < 0.05). Resultados: O grupo CNA apresentou maiores valores que CN para ambos substratos, a termociclagem foi mais deletéria que a ciclagem erosiva em ambos substratos. Para o esmalte CNA > STE > CN = CIVRM, e para dentina, CNA > CN = CIVRM = STE. Conclusão: os desafios erosivos causam menor impacto na RU do que a termociclagem, e o alcasite apresentou melhor comportamento adesivo quando utilizado com um adesivo universal para ambos os substratos.

Palavras-chave: Alcasite, Bioatividade, Erosão, Resistência de União

ABSTRACT

Purpose: to evaluate the bond strength (BS) of bioactive restorative materials, in enamel and dentin, submitted to erosive challenge and thermocycling. Materials and methods: Ninety-six samples of enamel and dentin (4 mm x 4 mm) were obtained from the crown and cervical root third of bovine teeth, embedded in acrylic resin and polished. For each substrate, the samples were divided into 4 groups (n = 24) according to the material tested: CNA - Alkasite (Cention N, Ivoclar) applied with universal adhesive; CN - Alkasite (Cention N, Ivoclar) applied without adhesive; RMGIC - Resin-modified glass ionomer cement (Riva LC, SDI); and STE - Bioactive self-adhesive composite resin (Stella Capsule, SDI). Three cylinders (1 mm in diameter, 1.5 mm in height) were built on each sample with the respective material from each group with the help of a silicone matrix. Each group was subdivided according to cycling: thermal (5000 cycles, 5^o-55^oC, 30 s), and erosive (citric acid, pH 3.6, 3 min, 3x/day, 5 days, with remineralization intervals in artificial saliva). BS was measured using the microshear test. Data were analyzed by 2-way ANOVA and Tukey test (p < 0.05). Results: The CNA group presented higher values than CN for both substrates, thermocycling was more harmful than erosive cycling on both substrates. For enamel CNA > STE > CN = CIVRM, and for dentin, CNA > CN = CIVRM = STE. Conclusion: Erosive challenges caused less impact on BS than thermocycling, and alkasite showed better adhesive behavior when used together with a universal adhesive for both substrates.

Keywords: Alkasite, Bioactivity, Erosion, Bond Strenght

3.1 Introdução

Tratamento para cavidades provocadas por lesões cariosas e não cariosas (como desgaste dental erosivo) são a principal causa para confecção de restaurações em elementos dentais. Embora avanços notáveis tem sido observados na prevenção e controle da cárie e das doenças não cariosas, o continente americano ainda reporta índices expressivos na prevalência de ambas as condições [1,2], exigindo contínuos esforços na identificação precoce de fatores etiológicos e no desenvolvimento de estratégias preventivas personalizadas baseadas no risco individual dos pacientes [3].

Usualmente o tratamento restaurador das lesões conta com uso de materiais diretos adesivos como opção de escolha, entre os quais destacam-se os cimentos de ionômero de vidro e as resinas compostas, que têm experimentado avanços significativos em suas propriedades mecânicas, ópticas e adesivas, visando melhoria no seu desempenho clínico [4-6]. Além dessas características busca-se atualmente desenvolver materiais restauradores novos com a capacidade de interagir com mudanças de temperatura, resistir a tensões mecânicas, umidade e variações de pH, por exemplo [7]. Somado a estas características, propriedades bioativas também tem sido almejadas. A bioatividade refere-se ao potencial de interagir com os tecidos dentários, por meio de trocas iônicas entre material e saliva, promovendo neoformação mineral, remineralização, propriedades antimicrobianas, entre outras, abrindo novas possibilidades no campo da odontologia restauradora [8,9]

O cimento de ionômero de vidro destaca-se como um material restaurador bioativo clássico, com capacidade de liberar flúor e aderir quimicamente ao tecido dentário. No entanto, devido às fracas propriedades físicas, tais como baixa resistência ao desgaste e alta absorção de água, os cimentos de ionômero de vidro modificados com resina são preferidos [10]. Esses compostos modificados contêm monômeros resinosos associados as partículas de vidro (CIVRM), obtendo melhores resultados clínicos em comparação aos cimentos de ionômero tradicionais [11].

Os alcasites, como o Cention N, são inovações na odontologia que oferecem uma alternativa resistente e mais estética ao amálgama de prata. Este material bioativo contém silicato de alumínio bário e trifluoreto de ytterbium, associado a monômeros que dispensa o uso de primers e liberando íons que neutralizam ácidos,

ajudando a regular o pH [12]. Ainda, a matriz monomérica do Cention N é composta por uma mistura de dimetacrilatos de uretano, o que confere maior resistência flexural ao material [13], tornando-o uma opção interessante para procedimentos restauradores diretos. Estudos prévios do nosso grupo indicaram resistência flexural superior a de outros compósitos bioativos, como CIVRM, mesmo após ciclagem térmica e erosiva, além de manutenção da microdureza superficial após estes desafios. Mais recente, um estudo observou que, mesmo com polimerização dual, este material teve comportamento similar ao ser usado com presa química ou fotoativado, isto sugere que o método de polimerização não tem um impacto significativo nas propriedades do material. Isso pode ser importante para a prática clínica, pois indica que o material pode ser utilizado com diferentes métodos de polimerização sem comprometer seu desempenho [14]. Com relação a resistência adesiva, um estudo recente mostrou que o Alcasite apresentou maiores valores em comparação com ionômeros de vidro tradicionais [10]. A avaliação da adesão desse material sob ciclagem térmica e erosiva ainda não foi bem definida. Além do Alcasite, é importante considerar a resistência adesiva de outros materiais em comparação sob diferentes condições de ciclagem. Os cimentos ionomeros de vidro possuem adesão limitada a superfície dental comparado a adesivos, por exemplo, especialmente na presença de umidade [15].

Além do Alcasite, recentemente foi lançado no mercado um material restaurador bioativo autopolimerizável (Stella, SDI, Austrália). De acordo com o fabricante, este material é categorizado como um material restaurador bulk-fill composto por um sistema adesivo que não requer fotopolimerização, pois polimeriza em contato com o material restaurador e contém carga inorgânica de vidro de fluoroaluminossilicato de estrôncio, aglomerados de trifluoreto de itérbio, sílica e aluminato de cálcio, associado a uma matriz orgânica de Dimetacrilato de Glicerol (GDMA) e Dimetacrilato de Uretano (UDMA) que criam uma matriz de resina estruturada [16]. Existem poucas informações disponíveis sobre as propriedades desse material [17], em especial referente ao seu comportamento em meio erosivo.

A crescente prevalência de lesões de desgaste erosivo ressalta a necessidade de compreender como esses fatores afetam a eficiência e durabilidade dos materiais utilizados em restaurações dentárias. Esta necessidade enfatiza a importância de investigar a resposta dos materiais a esses desafios. Portanto, o presente estudo teve

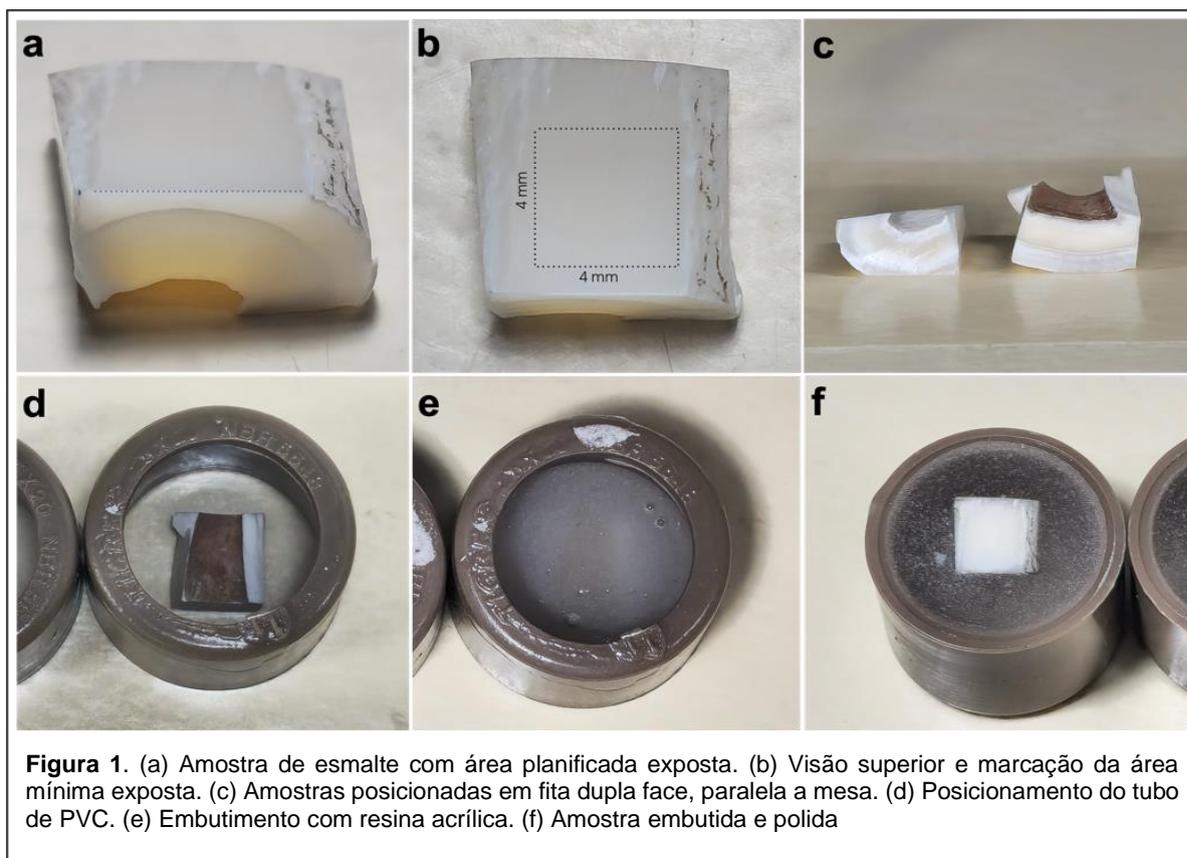
como objetivo avaliar e comparar a resistência adesiva de três materiais restauradores bioativos em esmalte e dentina, após serem expostos a processos erosivos e de termociclagem. A hipótese nula testada foi que, não há diferença significativa na resistência adesiva dos três materiais restauradores bioativos em esmalte e dentina, após serem expostos a processos erosivos e de termociclagem.

3.2 Metodologia

3.2.1 Confeção das amostras e divisão dos grupos

Este estudo experimental *in vitro* avaliou a resistência de união de 3 materiais restauradores com propriedades bioativas em esmalte e dentina (Tabela 1). Noventa e seis incisivos bovinos recém-extraídos foram utilizados para o estudo. Após uma inspeção inicial, os substratos foram limpos e armazenados em água destilada e refrigerados (8°C) até o uso. Antes do uso, foram novamente lavados com água destilada e secos. A avaliação dos espécimes foi realizada sob os seguintes critérios: ausência de trincas, defeitos macroscópicos e qualquer outra anomalia no esmalte dentário.

Para o preparo das amostras, inicialmente separou-se a coroa da raiz na junção amelodentinária por meio de um disco diamantado dupla face (American Burs, Santa Catarina, Brasil) montado em uma peça da mão. A superfície vestibular da coroa foi planificada em politriz circular (PVV Teclago, São Paulo, Brasil), com lixa de carbetto de silício de grão 600, sob irrigação e velocidade constante (300 rpm). Amostras de 5 mm x 5 mm foram cortadas em cortadeira de precisão (Accutom-5, Struers, Ballerup, Dinamarca), fixadas com fita dupla face no interior de uma matriz de PVC (25 mm de diâmetro, Tubos Tigre, Brasil), cuidando para que a superfície plana do esmalte ficasse alinhada horizontalmente com a mesa de trabalho (Figura 1), e embutidas com resina acrílica (VIPI Flash incolor, VIPI Produtos Odontológicos, Pirassununga, Brasil). Na sequência, foi realizado um polimento padronizado de cada amostra para expor uma área mínima de 4 mm x 4 mm, utilizando lixa de carbetto de silício com grão progressivo (800 e 1200), com auxílio de uma politriz circular, com velocidade constante de 200 rpm, por dois minutos em cada lixa sob fluxo constante de água.



Para a dentina, amostras retangulares de 4 mm de comprimento e 3 mm de espessura foram obtidas do terço cervical da superfície radicular bovina. As amostras foram planificadas, embutidas e polidas da mesma forma citada acima, para o esmalte. Após o polimento, todas as amostras de esmalte e dentina foram lavadas em banho ultrassônico por 5 min para remoção dos resíduos abrasivos.

Então, em cada substrato, as amostras foram divididas em quatro grupos ($n = 24$) com base no material testado: Alcasite (CNA - Cention N, Ivoclar) aplicado com adesivo universal (Single Bond Universal - 3M ESPE); Alcasite (CN - Cention N, Ivoclar) aplicado sem adesivo; Cimento de Ionômero de Vidro Modificado por Resina (CIVRM - Riva LC, SDI); e Resina Composta Bioativa Autoadesiva (STE - Stella Cápsula, SDI).

Tabela 1 – Composição dos materiais testados no estudo e modo de aplicação

Sigla/Material	Composição	Especificações do fabricante	Polimerização
CN / Cention N (Ivoclar Vivadent)	Pó: Vidro de silicato de alumínio de bário; Trifluoreto de itérbio; Isofiller; Vidro de fluorossilicato de alumínio de bário; Vidro de fluorossilicato de cálcio Líquido: UDMA (uretano dimetacrilato); DCP (dimetacrilato de dimetanol de triciclo); PEG-400 DMA (dimetacrilato de polietilenoglicol)	Proporção pó:líquido 4.6:1 partes em peso, o que corresponde a uma colher de medida de pó para 1 gota de líquido, utilizando um bloco de papel e espátula plástica semirrígida. Fotopolimerização por 20 segundos.	Dual
CIVRM / Riva Light Cure (SDI)	Pó: Vidro de fluoro-aluminossilicato; Ácido poliacrílico em pó e Pigmento Líquido: Ácido poliacrílico; Água destilada; Ácido carboxílico polibásico	Agite a cápsula antes de romper a membrana. Após colocar a cápsula no amalgamador (SDI, Austrália) a 4000 rpm por 10 segundos. Retire a cápsula do amalgamador, insira-a no porta-cápsulas e pressione três vezes para dispensar o material. Fotopolimerização por 20 segundos.	Fotopolimerizável
STE/ Stela Cápsula, (SDI).	UDMA, GDMA, sílica pirogênica, YbF3, vidro fluorossilicato, aluminato de cálcio, iniciadores, estabilizantes, pigmentos.	Agite a cápsula antes de romper a membrana. Após colocar a cápsula no amalgamador (SDI, Austrália) a 4000 rpm por 10 segundos. Retire a cápsula do amalgamador, insira-a no porta-cápsulas e pressione três vezes para dispensar o material.	Química

3.2.2 Fabricação da matriz de silicone.

Utilizando o programa Tinkercard (Autodesk, 2024, EUA) foi projetada uma estrutura tridimensional positiva com 25 mm de diâmetro, equivalente ao diâmetro do tubo de PVC utilizado no embutimento da amostra. No centro foi confeccionados quatro cilindros de 1 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura. Posteriormente a peça foi impressa em resina para modelos. Para criar uma matriz para confecção dos cilindros de microcissalhamento, a peça impressa foi moldada com silicone de condensação fluido (Perfil, Vigodent Coltene, Brasil). Uma porção do silicone e uma do catalisador foi dispensada numa placa de vidro, misturada com espátula metálica, aplicada sobre o molde impresso e pressionada contra uma placa de vidro, permitindo que o silicone tomasse presa adequadamente (Figura 2).



3.2.3 Protocolo adesivo

Um único operador manuseou e confeccionou todas os materiais para garantir uniformidade e precisão durante o procedimento. Para o grupo CNA, o alcasite (Cention N) foi testado associado a um adesivo universal (Single Bond Universal, 3M ESPE). No esmalte foi realizado condicionamento com ácido fosfórico a 35% (Ultra Etch, Ultradent) por 30 segs., seguido de lavagem por 60 segs. O excesso de umidade foi então seco com um fluxo suave de ar por 5 segs. Na dentina, não foi realizado condicionamento prévio, apenas lavagem com água destilada e controle de umidade com papel absorvente. O adesivo foi aplicado de forma ativa na superfície dental preparada com microaplicador descartável, e um leve jato de ar foi utilizado para evaporar o solvente antes de proceder à polimerização com lâmpada LED por 20 segundos (Bluephase G2, Ivoclar). A matriz de silicone foi colocada sobre o substrato preparado e o material foi misturado seguindo as instruções do fabricante (Tabela 1), sendo então aplicado dentro dos orifícios da matriz com auxílio de uma seringa de aplicação de precisão (Precision Applicator, ponta aplicadora nº 2, Maquira) (Figura 2d). O material foi polimerizado com luz LED por 20 segundos. Por fim, as matrizes de silicone foram removidas cuidadosamente, utilizando um explorador para manter os cilindros aderidos às superfícies dos substratos enquanto a matriz foi sacada da superfície. Para o grupo CN, o alcasite foi aplicado de forma direta sobre os substratos, sem adesivo, seguindo os mesmos passos anteriores, sem o protocolo adesivo. Foi construído 3 cilindros em cima de cada amostra.

Para os grupos do cimento de ionômero de vidro modificado por resina, o material (Riva Light Cure, SDI) foi aplicado sob o esmalte e dentina previamente

condicionados com ácido poliacrílico (Riva Conditioner, SDI) por 10 segs. em ambos os substratos (esmalte e dentina). Em seguida, foi realizada uma lavagem de 20 segs. e excesso da umidade foi removido com um leve jato de ar por 5 segs. Foi utilizada a versão cápsula do material e a mistura foi preparada seguindo as instruções do fabricante (Tabela 1). A mistura foi depositada diretamente na matriz de silicone com auxílio da seringa porta cápsulas (Riva Applicator 1 -SDI). O excesso de material foi removido com um microaplicador, seguido de fotopolimerização por 20 segundos e remoção cuidadosa da matriz conforme descrito anteriormente.

Para os grupos STE, foi utilizado a resina Stella (Resina Bioativa SDI) na versão de cápsulas. Os tecidos dentais foram condicionados com o primer (SDI) em ambos os substratos, com aplicação ativa por 5 segs, em seguida a cavidade foi seca com um leve jato de ar por 3 segundos. A mistura das cápsulas foi realizada seguindo as instruções do fabricante (Tabela 1), e injetado dentro dos orifícios da matriz com um aplicador de cápsulas, após a remoção dos excessos, foi aguardado um tempo de 10 minutos para remoção cuidadosa da matriz. Esta resina é autopolimerizável e dispensa uso de luz para polimerização.

3.2.4 Ciclagem térmica e erosiva

Uma vez confeccionadas todas as amostras, foram divididas de acordo com tipo de envelhecimento, substrato e material restaurador (figura 3) e armazenadas em estufa (37°C) por 7 dias. Para o termociclagem foram feitos 5.000 ciclos, com temperatura de 5°C e 55°C, 25 seg de imersão em cada banho, e 5 segs. para troca, com um termociclador automático (OMC300-Odeme, Brasil). Para o ciclo erosivo, foi implementado um processo de remineralização e desmineralização, utilizando saliva artificial (composição: $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (0,1029g), MgCl_2 (0,04066g), KH_2PO_4 (0,544g), $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$ (4,766g) e KCl (2,2356g), 1000 ml de água destilada, pH de 6,9) [18] e ácido cítrico (0,3%, pH 3,6). As amostras foram submersas no ácido durante três minutos, depois enxaguadas com água destilada e colocadas em saliva artificial por duas horas. Este procedimento foi repetido três vezes ao dia durante cinco dias. Nos intervalos noturnos, as amostras foram armazenadas em água destilada em temperatura ambiente.

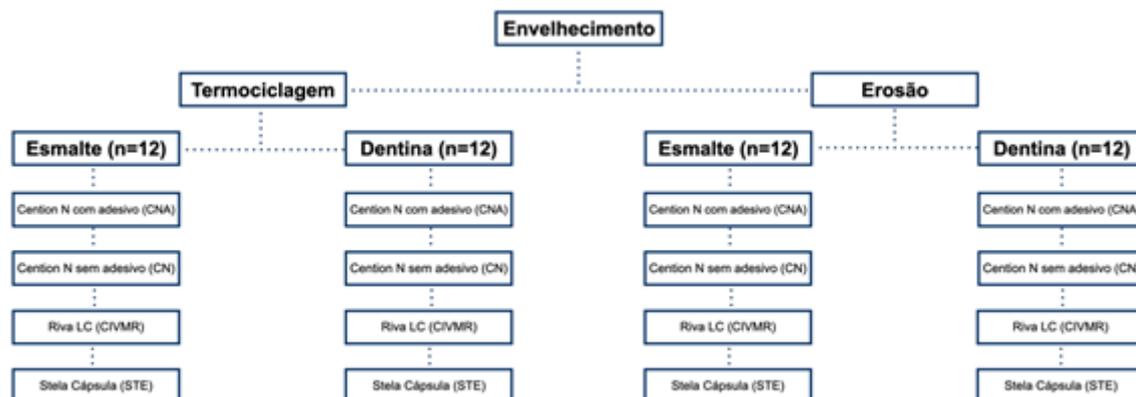


Figura 3 - Divisão dos grupos testados

3.2.5 Microcissalhamento

Após os envelhecimentos realizados, as amostras foram submetidas ao teste de resistência adesiva por microcissalhamento. Para tal, estas foram posicionadas na máquina de ensaios universal (EZ Test, SHimadzu Corporation, Japão), com os cilindros perpendiculares ao movimento de aplicação de força. O dispositivo utilizado foi do tipo faca, posicionado perpendicular a interface adesiva. Foi aplicado força de compressão, com velocidade de 1 mm/min, carga de 5N, até fratura do cilindro. A resistência de união (U) foi calculada considerando a fórmula $U = F/A$, no qual F é a força em N no momento da falha, e A é a área adesiva em mm² (definida em 0,785 mm² e obtida pela fórmula $\pi \cdot r^2$, considerando $\pi = 3,14$ e $r = 0,5$ mm). A resistência adesiva de cada amostra foi definida pela média dos valores dos 4 cilindros. Falhas pré-teste foram consideradas com valor igual a 0, [19] e contabilizados ao final.

O padrão de falha foi avaliado em microscópio ótico e dividido qualitativamente em falhas adesivas, coesivas e mistas. As falhas adesivas implicaram separação na interface material restaurador-substrato, as falhas coesivas foram aquelas que ocorressem dentro do material restaurador e as falhas mistas foram aquelas que envolvessem ambos os aspectos.

3.2.6. Análise estatística

Os dados de média e desvio padrão foram avaliados quanto a normalidade utilizando o teste de Shapiro Wilk e, em seguida, submetidos à análise de variância de dois

fatores (ANOVA de dois fatores), seguido pelo teste de comparação múltipla de Tukey, realizado separadamente para cada substrato. A significância adotada foi de 95%. As falhas pré-teste (FPT) foram quantificadas e apresentadas de forma qualitativa.

3.3 Resultados

Os dados de média e desvio padrão para resistência adesiva do esmalte estão apresentados na Tabela 2. O teste ANOVA dois fatores indicou diferença estatisticamente significativa para o fator material ($p < 0.0001$) e fator ciclagem ($p < 0.0001$), mas não para interação ($p = 0.078$). Para os materiais, o teste de Tukey indicou que no grupo termociclado, o alcasite apresentou os maiores valores apenas quando usado com o adesivo (CNA), sendo que o grupo sem adesivo apresentou valores próximo a zero, com 77% de falhas pré-teste. A resina bioativa e o cimento de ionômero de vidro testado apresentaram valores de adesão similares após termociclagem. Para os grupos submetidos aos desafios erosivos, o alcasite associado ao adesivo (CNA) apresentou maiores valores, seguido da resina (STE), enquanto o alcasite sem adesivo (CN) e o cimento de ionômero de vidro (CIVRM) apresentaram os menores valores. Considerando o fator ciclagem, o alcasite sem adesivo (CN) e a resina (STE) apresentaram valores maiores após erosão do que a termociclagem.

Tabela 2 – Média (Desvio Padrão) para resistência adesiva (MPa) em **esmalte** e resultado do teste de Tukey.

	Termociclagem			Erosão			FATOR Material				
	Média	DP	FPT (%)	Média	DP	FPT (%)					
CNA	21.14	(4.81)	Aa	0%	24.68	(6.69)	Aa	0%	22.91	(5.95)	A
CN	0.31	(0.34)	Ca	77%	6.20	(1.42)	Cb	0%	3.26	(3.18)	C
CIVRM	3.94	(1.97)	BCa	3%	5.21	(3.28)	Ca	13%	4.57	(2.71)	C
STE	7.68	(3.27)	Ba	0%	14.60	(3.55)	Bb	0%	11.14	(4.86)	B
Fator Ciclagem	8.27	(8.50)	a		12.67	(8.90)	b				

Letra maiúscula mostra diferença entre as linhas para os materiais, e letras minúsculas entre as colunas, para a ciclagem.

FPT: falhas pré-teste.

Os dados de média e desvio padrão para resistência adesiva da dentina estão apresentados na Tabela 3. O teste ANOVA dois fatores indicou diferença

estatisticamente significativa para o fator material ($p < 0.0001$) e fator ciclagem ($p = 0.0316$), mas não para interação ($p = 0.2013$). Em ambas as condições de ciclagem, o alcasite associado ao adesivo (CNA) apresentou valores superiores, enquanto os demais grupos foram iguais entre si. Os valores médios entre os grupos erodido e termociclado foram similares para todos os materiais, com exceção da resina Stella (STE) que apresentou valores superiores quando erodida comparada a termociclagem. A resina bioativa apresentou uma quantidade maior de falhas pré-teste, seguida pelo alcasite sem adesivo.

Tabela 3 – Média (Desvio Padrão) para resistência adesiva (MPa) em **dentina** e resultado do teste de Tukey

	Termociclagem			Erosão			FATOR Material				
	Média	DP	FPT (%)	Média	DP	FPT (%)					
CNA	23.09	(7.16)	Aa	7%	25.19	(6.78)	Aa	3%	24.14	(6.87)	A
CN	2.76	(0.69)	Ba	17%	4.86	(2.01)	Ba	7%	3.81	(1.82)	B
CIVRM	7.25	(1.60)	Ba	0%	6.30	(1.67)	Ba	0%	6.77	(1.67)	B
STE	3.79	(1.41)	Ba	20%	8.17	(3.46)	Bb	13%	5.98	(3.42)	B
Fator Ciclagem	9.22	(9.03)	a		11.13	(9.17)	b				

Letra maiúscula mostra diferença entre as linhas para os materiais, e letras minúsculas entre as colunas, para a ciclagem.

FPT: falhas pré-teste.

Por fim, a figura 4 mostra a distribuição das falhas para todos os grupos. A maior quantidade de falhas foi adesiva.

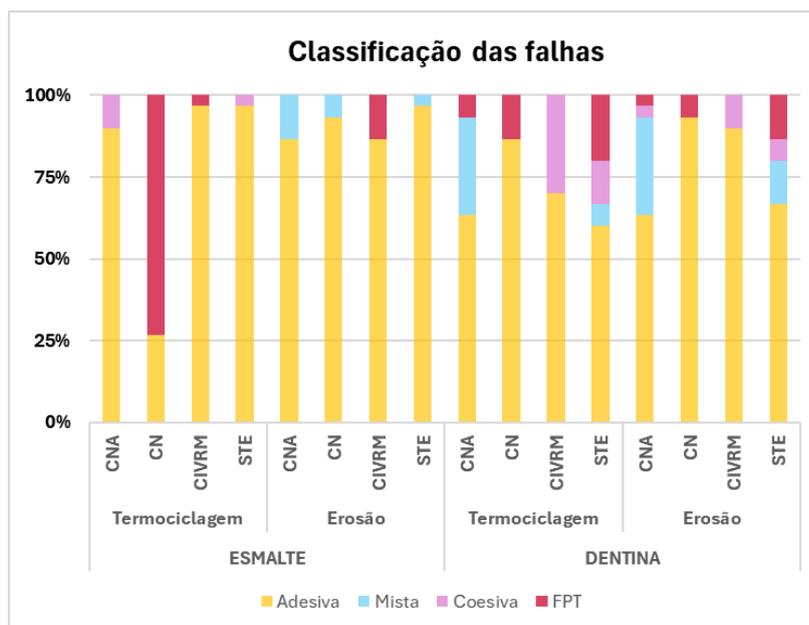


Figura 4 – Distribuição das falhas para todos os grupos. FPT: Falhas pré-teste

3.4 Discussão

O estudo investigou a resistência adesiva de três materiais restauradores bioativos em esmalte e dentina, submetidos a ciclagem térmica e erosiva. Os resultados revelaram diferenças significativas na resistência adesiva entre os materiais e substratos analisados, além de variações na resposta aos desafios aplicados, assim a hipótese nula do estudo foi rejeitada.

Com relação ao tipo de material, o alcasite é indicado para aplicação direta em cavidades, com ou sem aplicação prévia de um adesivo (informações do fabricante), no entanto, os resultados desse estudo indicaram valores superiores quando usado associado ao sistema adesivo tanto em esmalte quanto em dentina em ambas as condições de ciclagem testadas. A melhor performance com sistema adesivo corrobora com dados previamente publicados [20] e é atribuída ao condicionamento da superfície e interrelação do adesivo com a estrutura dental e o material. No esmalte, por exemplo, o condicionamento ácido promove a remoção a smear layer, aumenta a energia de superfície e, no caso do sistema adesivo utilizado, a presença de monômeros funcionais, como o 10-MDP, fornece interações químicas com a estrutura mineral [21]. Na dentina, a estratégia autocondicionante utilizada modifica e incorpora a smear layer na camada híbrida, no entanto, os monômeros funcionais e a

alta molhabilidade do adesivo permite melhor interação com o substrato, melhorando a resistência adesiva [22]. Ainda, a presença de um alto teor de monômeros resinosos no alcasite facilita a co-polimerização com o adesivo [23].

O uso do alcasite sem adesivo resultou em um número extremamente alto de falhas pré-teste no grupo termociclado, especialmente em esmalte (Figura 4), o que corroborou para redução dos valores de resistência adesiva nesses grupos. Isso indica que a variação de temperatura promoveu formação de tensões térmicas que geram microfissuras ou contribuem com a redução da união entre o material e o dente, além de poder influenciar em um aumento na degradação superficial por sorção e solubilidade [24]. Curiosamente os valores de adesão foram maior para o grupo CN em esmalte quando submetido a ciclagem erosiva e comparado a ciclagem térmica, sendo similar ao CIVRM. A biotividade do material pode ter contribuído para preservação da interface adesiva durante estes desafios, visto a maior liberação de íons e sua capacidade de alcalinização nos ambientes ácidos, como sugerido Kasraei et al. [25]. Os resultados também estão de acordo com Tiskaya et al., que informam que a liberação de íons varia de acordo com o pH do meio de imersão [12,26]. Estes dados sugerem um potencial benefício de uso do material em pacientes com lesões de desgaste erosivo e sem controle dos fatores etiológicos relacionados a degradação ácida.

Com relação ao material resinoso autoadesivo (STE), não houve falhas pré teste em esmalte, enquanto para dentina, houve mais de 10% de perda em ambas condições de ciclagem, indicando possivelmente uma melhor interação ao esmalte do que a dentina, sendo contrário ao apresentado pelo alcasite sem adesivo. Esse fato, associado aos maiores valores de resistência de união em ambas ciclagens pode estar relacionado ao condicionamento prévio com o primer do produto, que contém o monômero 10-MDP (informação do fabricante), garantindo melhor interação do material com o substrato. Na dentina, este material apresentou resultados similares com o alcasite e o cimento de ionômero de vidro em ambas ciclagens, e o menor desempenho pode estar relacionado a umidade do substrato e menor quantidade de mineral para interagir com o monômero funcional. A umidade presente na dentina pode causar a hidrólise dos monômeros, levando à degradação das ligações químicas e reduzindo a resistência adesiva. Assim como no alcasite, este material apresentou desempenho superior após a ciclagem erosiva comparado a ciclagem térmica, mais

uma vez podendo ser atribuída a troca iônica entre as partículas de cargas vitreas e o meio, reduzindo o efeito deletério da ciclagem sobre a superfície. Sendo um material novo no mercado, a quantificação da movimentação desses íons, tanto para esta resina quanto para o alcasite não foi completamente esclarecido ainda.

Por fim, o CIVRM testado apresentou resultados dentro do esperado, sendo incluído no estudo para fins de comparação com os materiais novos testados. Durante a realização do teste de microcissalhamento, foram predominantemente observadas falhas adesivas e coesivas, que podem ser relacionadas a sua menor resistência adesiva a estrutura dental. Para esmalte seu desempenho foi similar ao do alcasite sem adesivo, e inferior a da resina autoadesiva, enquanto para dentina não houve diferença entre eles.

A eficácia clínica de um material restaurador depende principalmente de sua capacidade de aderir de forma ideal ao substrato dentário (esmalte ou dentina) [27,28], além de resistir aos severos desafios de temperatura, pH e forças de deslocamento que atuam sobre eles. Nesse estudo, a variação de pH foi realizada por meio de ciclos erosivos que reproduzem microambientes simulando os processos de desmineralização-rem mineralização. Essa ciclagem é comum e aceita pela comunidade científica em desafios para esse tipo de avaliação [29], sendo o ácido cítrico comumente utilizado nesses desafios, e os parâmetros adotados neste estudo foi obtido de estudos anteriores [30,31]. Já a termociclagem é usualmente realizada com intuito de acelerar a degradação das propriedades mecânicas dos materiais [32], e estima-se que a quantidade de ciclos executadas neste estudo equivale a cerca de 6 meses de função em boca [33]. Optou-se por não incluir grupos sem ciclagem pois os valores de resistência de adesão iniciais tendem a ser superestimados e não refletem uma realidade clínica, onde hidrólise, alteração de pH e geração de tensões está sempre presente.

Por fim, o teste de resistência adesiva por microcissalhamento é aceito graças a suas vantagens relacionadas a distribuição homogênea de tensões, menor concentração de tensões nas interfaces favorecendo maior ocorrência de falhas adesivas e reduzindo erros [22]. Estudos como o de Van Meerbeek et. al., indicam que áreas com superfícies de adesão reduzida apresentam maior resistência média de união, devido à presença de menos defeitos nas interfaces e variações na estrutura dentária [19]. O uso de uma matriz de silicone foi preconizado para garantir área

adesiva simialr em todos os grupos, bem como sua remoção foi realizada para permitir melhor contato dos espécimes com os líquidos utilizados nos ciclos realizados.

Assim, os resultados indicam que a bioatividade de materiais restauradores possa favorecer a resistência adesiva em meio erosivo, sendo viável a condução de estudos clínicos que possam confirmar os presentes achados, e viabilizar a indicação clínica desses materiais para pacientes com desgaste dental erosivo.

3.5 Conclusão

O alcasite apresentou melhor comportamento adesivo quando utilizado junto com um adesivo universal para ambos os substratos. A resistência adesiva dos materiais bioativos testados foi menos impactada pelos desafios erosivos do que pela ciclagem térmica.

3.6 Referências

1. Paiva SM, Abreu-Placeres N, Camacho MEI, Frias AC, Tello G, Perazzo MF, et al. Dental caries experience and its impact on quality of life in Latin American and Caribbean countries. *Braz Oral Res.* 2021;35(suppl 1).
2. Martignon S, Bartlett D, Manton DJ, Martinez-Mier EA, Splieth C, Avila V. Epidemiology of Erosive Tooth Wear, Dental Fluorosis and Molar Incisor Hypomineralization in the American Continent. *Caries Res.* 2021;55(1):1–11.
3. Gomes de Araújo-Neto V, Sebold M, Fernandes de Castro E, Feitosa VP, Giannini M. Evaluation of physico-mechanical properties and filler particles characterization of conventional, bulk-fill, and bioactive resin-based composites. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2021 Mar;115:104288.
4. Mikhail SS, Schricker SR, Azer SS, Brantley WA, Johnston WM. Optical characteristics of contemporary dental composite resin materials. *J Dent.* 2013 Sep;41(9):771–8.
5. Tyas M, Burrow M. Adhesive restorative materials: A review. *Aust Dent J.* 2004 Sep 12;49(3):112–21.
6. Brackett MG, Dib A, Brackett WW, Estrada BE, Reyes AA. One-year clinical performance of a resin-modified glass ionomer and a resin composite restorative material in unprepared Class V restorations. *Oper Dent.* 2002;27(2):112–6.
7. McCabe J, Yan Z, T. Al Naimi O, Mahmoud G, L. Rolland S. Smart materials in dentistry-future prospects. *Dent Mater J.* 2009;28(1):37–43.
8. Almulhim KS, Syed MR, Alqahtani N, Alamoudi M, Khan M, Ahmed SZ, et al. Bioactive Inorganic Materials for Dental Applications: A Narrative Review. *Materials.* 2022 Oct 2;15(19):6864.
9. Vallittu PK, Boccaccini AR, Hupa L, Watts DC. Bioactive dental materials—Do they exist and what does bioactivity mean? *Dental Materials.* 2018 May;34(5):693–4.
10. Pai D, Anirudhmaadhava PA, Ginjupalli K. In Vitro Evaluation of Mechanical Properties of Cention N and Its Comparison with Resin Modified Glass Ionomer Cement (RMGIC) Restorative Material as Used in Primary Teeth. *The Scientific World Journal.* 2024 Jan 2;2024:1–7.
11. Heintze SD, Loguercio AD, Hanzen TA, Reis A, Rousson V. Clinical efficacy of resin-based direct posterior restorations and glass-ionomer restorations – An updated meta-analysis of clinical outcome parameters. *Dental Materials.* 2022 May;38(5):e109–35.
12. Tiskaya M, Al-eesa NA, Wong FSL, Hill RG. Characterization of the bioactivity of two commercial composites. *Dental Materials.* 2019 Dec;35(12):1757–68.
13. Kaptan A, Oznurhan F, Candan M. In Vitro Comparison of Surface Roughness, Flexural, and Microtensile Strength of Various Glass-Ionomer-Based Materials and a New Alkaside Restorative Material. *Polymers (Basel).* 2023 Jan 27;15(3):650.

14. Vaithiyalingam A, Mathew M, Jayakumar S, Arumugam K, Ponnusamy P, Narasimman T. Evaluation of Compressive and Flexural Strengths of Two Resin-based Core Materials with an Alkasite Material: An In Vitro Study. *J Contemp Dent Pract.* 2023 Jul 28;24(6):385–9.
15. Di Nicoló R, Shintome LK, Myaki SI, Nagayassu MP. Bond strength of resin modified glass ionomer cement to primary dentin after cutting with different bur types and dentin conditioning. *Journal of Applied Oral Science.* 2007 Oct;15(5):459–64.
16. Pires PM, de Almeida Neves A, Lukomska-Szymanska M, Farrar P, Cascales ÁF, Sauro S. Bonding performance and interfacial adaptation of modern bulk-fill restorative composites after aging in artificial saliva: an in vitro study. *Clin Oral Investig.* 2024 Feb 3;28(2):132.
17. Thadathil Varghese J, Raju R, Farrar P, Prentice L, Prusty B. Comparative analysis of self-cure and dual cure-dental composites on their physico-mechanical behaviour. *Aust Dent J.* 2023 Dec 22;
18. Batista GR, Torres CRG, Sener B, Attin T, Wiegand A. Artificial Saliva Formulations versus Human Saliva Pretreatment in Dental Erosion Experiments. *Caries Res.* 2016;50(1):78–86.
19. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials.* 2010 Feb;26(2):e100–21.
20. Mederos M, León E de, García A, Cuevas-Suárez CE, Hernández-Cabanillas JC, Rivera-Gonzaga JA, et al. In vitro characterization of a novel resin-based restorative material containing alkaline fillers. *Journal of Applied Oral Science.* 2024;32.
21. Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K, et al. Bonding of universal adhesives to dentine--Old wine in new bottles? *J Dent.* 2015 May;43(5):525–36.
22. François P, Remadi A, Le Goff S, Abdel-Gawad S, Attal JP, Dursun E. Flexural properties and dentin adhesion in recently developed self-adhesive bulk-fill materials. *J Oral Sci.* 2021;63(2):139–44.
23. François P, Remadi A, Le Goff S, Abdel-Gawad S, Attal JP, Dursun E. Flexural properties and dentin adhesion in recently developed self-adhesive bulk-fill materials. *J Oral Sci.* 2021;63(2):139–44.
24. Abdallah A. Elemental and Micromorphological Analysis of New Alkasite Based Restorative Material/Tooth Interface. *Egypt Dent J.* 2022 Jan 1;68(1):1065–72.
25. Kasraei S, Haghi S, Valizadeh S, Panahandeh N, Nejadkarimi S. Phosphate Ion Release and Alkalizing Potential of Three Bioactive Dental Materials in Comparison with Composite Resin. *Int J Dent.* 2021 May 7;2021:1–8.
26. Gupta N, Jaiswal S, Nikhil V, Gupta S, Jha P, Bansal P. Comparison of fluoride ion release and alkalizing potential of a new bulk-fill alkasite. *Journal of Conservative Dentistry.* 2019;22(3):296.

27. Hickel R, Manhart J, García-Godoy F. Clinical results and new developments of direct posterior restorations. *Am J Dent*. 2000 Nov;13(Spec No):41D-54D.
28. Mitra SB, Lee CY, Bui HT, Tantbirojn D, Rusin RP. Long-term adhesion and mechanism of bonding of a paste-liquid resin-modified glass-ionomer. *Dental Materials*. 2009 Apr;25(4):459–66.
29. Wiegand A, Attin T. Design of Erosion/Abrasion Studies – Insights and Rational Concepts. *Caries Res*. 2011;45(Suppl. 1):53–9.
30. Zanatta RF, Avila D, Miyamoto KM, Torres CRG, Borges AB. Influence of Surfactants and Fluoride against Enamel Erosion. *Caries Res* [Internet]. 2018;53(1):1–9. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/29874648>
31. Avila DMS, Zanatta RF, Scaramucci T, Aoki IV, Gomes Torres CR, Borges AB. Randomized in situ trial on the efficacy of Carbopol in enhancing fluoride / stannous anti-erosive properties. *J Dent*. 2020 Apr;In Press:103347.
32. Naser Alavi F, Ghavami-Lahiji M, Habibi P. Mechanical performance of a conventional resin composite and its bulk-fill restorative counterpart after long-term accelerated aging. *Dent Med Probl*. 2023 Dec 21;60(4):641–7.
33. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*. 1999 Feb 1;27(2):89–99.

Discussão Geral

A bioatividade é uma propriedade interessante que visa melhorar o comportamento biológico dos materiais sobre os tecidos, oferecendo benefícios de reparo. Na odontologia preventiva e restauradora, a incorporação de biovidros nos materiais tem um apelo interessante no aspecto de permitir que esses materiais possam interagir com o esmalte e a dentina adjacentes possivelmente tornando-os mais ácidos resistentes, e reduzindo formação de biofilme sobre eles. Neste estudo nos propusemos a testar alguns desses materiais, em especial no que se refere ao seu comportamento em meio ácido como possíveis opções para restauração de lesões provocadas não só por cárie dental, mas também por desgaste erosivo.

Nesse sentido o objetivo primário do estudo foi caracterizar o comportamento de um alcasite nessas situações e compara-lo com outros materiais bioativos existentes no mercado. Os alcasites são um material restaurador direto de preenchimento (bulk-fill) comercializados com uma opção ao amálgama e indicado inclusive para o setor posterior. No capítulo 2 foi apresentada uma comparação de propriedades mecânicas, físicas e químicas entre esse material e outros compósitos, indicando que ele pode ser uma opção restauradora interessante para pacientes com lesões de desgaste erosivo, inclusive podendo funcionar como um material de curto-médio prazo para casos extensos de reabilitação onde é necessário ainda controle de fatores etiológicos e manutenção dos tecidos dentais até estabelecimento do tratamento restaurador de longo prazo, por exemplo. Já no capítulo 3, observou-se que a adesão dele foi superior quando usado com um adesivo, independente da condição de ciclagem feita. Surpreendentemente para adesão e várias propriedades testadas, o efeito deletério da ciclagem erosiva foi menor do que da térmica, indicando que a alteração de pH é importante para “ativar” os benefícios da bioatividade. Avaliações clínicas devem ser realizadas para validar a relação desses achados laboratoriais com a sobrevida clínica desse material. Por fim, novos estudos podem ser realizados para avaliação da estabilidade de cor e rugosidade do material, além de interação da bioatividade com a formação de biofilme para prever seu comportamento também para lesões cáries.

Conclusões gerais

As alterações ocorridas no alcasites após as ciclagens realizadas dependeram das propriedades avaliadas. Ele manteve uma resistência flexural superior a 80MPa após todas as condições testadas, apresentando valores similares aos das resinas testadas. Para microdureza, apresentou estabilidade após ciclagem termica e erosiva, embora inferior a das resinas compostas; bem como sorção similar a do cimento de ionomero de vidro modificado por resina e da resina compsoa bioativa, e solubilidade inferior ao cimento de ionomero de vidro modificado por resina. Com relação a adesão, os valores foram superiores quando este foi usado associado a um adesivo universal tanto em esmalte como em dentina, e a ciclagem erosiva promoveu maior resistencia adesiva do que a termociclagem.

Press Release

O enfraquecimento da estrutura dentária devido à desmineralização, seja pela doença cárie ou pelo desgaste dental erosivo, desperta interesse tanto científico quanto social na melhoria e desenvolvimento de medidas para prevenção, controle e tratamento dessas condições. Embora os materiais convencionais sejam comumente utilizados para o tratamento, avanços científicos recentes têm introduzido materiais bioativos que atuam biologicamente nos dentes, em resposta aos desafios enfrentados pelos profissionais de saúde oral. A pesquisa teve como foco avaliar as propriedades físicas, químicas e adesivas de materiais restauradores bioativos, comparando-os com materiais convencionais. Foram analisados materiais como Alcasite, Cimento de Ionômero de Vidro Modificado com Resina, Resina Bioativa e Resina Convencional. Os resultados revelaram que os materiais Bioativos apresentam propriedades promissoras em termos de resistência, adesão e durabilidade, o que os posiciona como uma opção viável para restaurações dentárias, sugerindo que estes materiais podem oferecer vantagens significativas em comparação aos materiais convencionais. Esta pesquisa tem potencial para melhorar a qualidade dos tratamentos odontológicos oferecidos à população. Ao utilizar materiais mais eficientes e duráveis, restaurações dentárias de maior qualidade e durabilidade podem ser alcançadas, beneficiando tanto pacientes quanto profissionais de odontologia. Esses avanços podem levar a uma melhor saúde bucal, reduzir a necessidade de retratamentos e otimizar recursos na área odontológica, melhorando assim a qualidade de vida das pessoas.