

**ANÁLISE COMPARATIVA DA LIBERAÇÃO DE FLÚOR POR CIMENTOS DE IONÔMERO DE VIDRO CONVENCIONAIS E MODIFICADOS POR RESINA: UM ESTUDO IN VITRO**

**COMPARATIVE ANALYSIS OF FLUORIDE RELEASE BY CONVENTIONAL AND RESIN-MODIFIED GLASS IONOMER CEMENTS: AN IN VITRO STUDY**

**Waldênia Pereira Freire**

Doutoranda em Clínica Odontológica, Universidade Estadual da Paraíba, Brasil

E-mail: waldenia.pereira.freire@aluno.uepb.edu.br

**André Rodrigo Justino da Silva**

Mestre e Doutorando em Clínica Odontológica,

Universidade Estadual da Paraíba, Brasil

E-mail: andrerodonto@gmail.com

**Maria Helena Chaves de Vasconcelos Catão**

Professora Associada, Universidade Estadual da Paraíba, Brasil

E-mail: mhcvcatao@gmail.com

**Jozinete Vieira Pereira Marques**

Professora Associada, Universidade Estadual da Paraíba, Brasil

E-mail: jozinetevieira@servidor.uepb.edu.br

## **Resumo**

O objetivo deste estudo foi comparar a taxa de liberação de flúor do Cimento de Ionômero de Vidro (CIV) Convencional e o Cimento de Ionômero de Vidro Fotoativado, bem como inferir a influência da proteção superficial do material com verniz cavitário nessa liberação. Com uma metodologia in vitro, um total de 84 corpos de prova foram divididos em dois grupos: Grupo 1 (CIVC) e Grupo 2 (CIVF). Foram criados três subgrupos (n=14) para cada grupo: para cimentos convencionais - Amostra A (Vidrion R), Amostra B (Vitro Fil), Amostra C (Maxxion R), e para os cimentos fotoativados - Amostra D (FIL FIL LC), Amostra E (Riva LC) e Amostra F (Ionoseal). Após a polimerização completa dos espécimes, metade das amostras de cada subgrupo (7 amostras) recebeu uma proteção superficial com verniz cavitário (Cavitine -SSWHITE). Para comparar a liberação de flúor entre os materiais, foi aplicado o Teste t de Student para grupos independentes. Para determinar se houve diferenças significativas na liberação de flúor ao longo do tempo, foi utilizado o teste ANOVA de medidas repetidas com comparações múltiplas usando ajuste de Bonferroni. A maior liberação de flúor para os materiais com cobertura de verniz ocorreu após 28 dias (CIVC =  $27,97 \pm 28,12$ ; CIVF =  $15,73 \pm 11,25$ ). Para os CIV sem aplicação de verniz, a maior liberação de flúor ocorreu após 21 dias (CIVC =  $21,33 \pm 19,65$ ; CIVF =  $15,37 \pm 16,68$ ). Não foram observadas diferenças estatisticamente

significativas entre os grupos avaliados ( $p > 0,05$ ). Foi possível concluir que os CIVs liberam flúor em diferentes intervalos de tempo e a proteção superficial dos cimentos não impactou negativamente na liberação de flúor dos materiais analisados.

**Palavras-chave:** Forramento da cavidade dentária; Cimentos de Ionômeros de Vidro; Flúor; Materiais Dentários.

## Abstract

The objective of this study was to compare the fluoride release rate from Conventional Glass Ionomer Cement (GIC) and Photoactivated Glass Ionomer Cement, as well as infer the influence of the surface protection of the material with cavity varnish on this release. Using an in vitro methodology, a total of 84 specimens were divided into two groups: Group 1 (GICC) and Group 2 (GICP). Three subgroups ( $n=14$ ) were created for each group: for conventional cements - Sample A (Vidrion R), Sample B (Vitro Fil), Sample C (Maxxion R), and for light-activated cements - Sample D (FIL FIL LC), Sample E (Riva LC) and Sample F (Ionoseal). After complete polymerization of the specimens, half of the samples from each subgroup (7 samples) received surface protection with cavity varnish (Cavitine -SSWHITE). To compare the release of fluoride between materials, the Student's t-test was applied for independent groups. To determine whether there were significant differences in fluoride release over time, the repeated measures ANOVA test with multiple comparisons using Bonferroni adjustment was used. The greatest release of fluoride for varnish-coated materials occurred after 28 days (GICC =  $27.97 \pm 28.12$ ; GICP =  $15.73 \pm 11.25$ ). For GICs without varnish application, the greatest release of fluoride occurred after 21 days (GICC =  $21.33 \pm 19.65$ ; GICP =  $15.37 \pm 16.68$ ). No statistically significant differences were observed between the groups evaluated ( $p > 0.05$ ). It was possible to conclude that GICs release fluoride at different time intervals and the surface protection of the cements did not negatively impact the release of fluoride from the analyzed materials.

**Keywords:** Dental Cavity Lining; Glass Ionomer Cements; Fluorine; Dental Materials.

## 1. Introdução

Uma das principais propriedades dos cimentos de ionômero de vidro (CIV) é o potencial de liberar e recarregar íons de flúor de maneira a desempenhar ação antibacteriana e cariostática por um determinado período de tempo (Berg, Croll, 2015; Chau et al., 2015). Além disso, os CIVs apresentam resistência à microinfiltração, integridade marginal, estabilidade dimensional em alta umidade, coeficiente de expansão térmica semelhante à estrutura dentária e biocompatibilidade (Hahnel et al., 2017; Bhatia et al., 2017).

Os CIV's podem ser Convencionais, quando apresentam reação de presa tipo ácido-base entre partículas de vidro e ácido poliacrílico, e pode ser modificado por Resina (fotoativado), quando contém em sua composição monômeros, como Hidroxietilmetacrilato (HEMA) e Bisfenol Glicidil Metacrilato (Bis-GMA) (De Caluwé et al., 2017).

Os CIV's convencionais consistem em duas fases: uma fase formada por partículas inorgânicas de vidro ( $\text{SiO}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{AlF}_3$ ,  $\text{CaF}_3$ ,  $\text{NaF}$ ,  $\text{F}$ ) e outra por uma solução aquosa de polímero e copolímeros de ácido acrílico (Frencken, 2010). Já os CIV's fotoativados são menos sensíveis à sinérese e embebição, apresentando melhor estética, maior resistência à tração, tenacidade e fratura em comparação aos convencionais. São materiais caracterizados pela adição de metacrilato fotoativado e pequena quantidade de monômeros resinosos (Hahnel et al., 2017; Hoshika et al., 2015).

Estudos demonstram que a menor incidência de cárie secundária se deve ao uso de materiais restauradores que liberam íons flúor (De Caluwé et al., 2017; Wiegand et al., 2007; Kucukyilmaz et al., 2017). Os CIV's liberam íon flúor na estrutura dentária, com uma taxa de liberação rápida e alta que diminui com o tempo (Hahnel et al., 2017; Kucukyilmaz et al., 2017). Devido à diminuição progressiva da liberação de flúor, pode haver redução ou ineficácia de sua ação terapêutica. Porém, estudos indicam que o CIV pode sofrer recarga de flúor, proporcionando efeito inibitório da cárie em longo prazo (Kumar et al., 2017).

Neste contexto, o objetivo do estudo foi quantificar a liberação de concentrações de flúor entre CIVs Convencionais e Fotoativados em diferentes intervalos de tempo, bem como avaliar a interferência ou não da impermeabilização de algumas amostras com verniz cavitário neste processo.

## **2. Metodologia**

### **2.1. Características do estudo**

A pesquisa teve um caráter experimental *in vitro* e todas as suas etapas foram realizadas no Laboratório de Biologia Oral (LABIAL) da Universidade Federal da Paraíba (UFPB). No estudo foram utilizados seis diferentes tipos de cimentos, divididos em dois grupos: Grupo 1 (CIV's Convencionais - CIVC), sendo este o grupo controle positivo; e Grupo 2 (CIV's Fotoativados – CIVF), sendo este o grupo teste, cujas características desses materiais estão descritas na Tabela 1.

Para cada grupo de material analisado foram criados três subgrupos, ou amostras, de acordo com o CIV estudado: Amostra A (VidrionR), Amostra B (Vitro Fil), Amostra C (MaxxionR), para cimentos convencionais. Para os cimentos

fotoativados os subgrupos foram: Amostra D (FIL FIL LC), Amostra E (Riva LC) e Amostra F (Ionoseal).

Tabela 1. Descrição dos materiais, fabricante e composição.

GRUPO	PRODUTO	FABRICANTE	COMPOSIÇÃO
<b>Grupo 1 (CIVC)</b>	VIDRION R	SS WHITE – Rio de Janeiro, Brasil.	Pó: Fluorossilicato de sódio-cálcio-alumínio, Sulfato de bário, Ácido poliacrílico.  Líquido: Ácido tartárico, Água destilada.
	VITRO FIL	DFL – Rio de Janeiro, Brasil.	Pó: Silicato de Estrôncio e Alumínio, Ácido Poliacrílico Desidratado e Óxido de Ferro.  Líquido: Ácido Poliacrílico, Ácido tartárico, Água destilada.
	MAXXION R	FGM – Joinville, Brasil.	Pó: Vidro fluorossilicato de alumínio, Ácido policarboxílico, Fluoreto de cálcio e Água.  Líquido: Ácido Poliacrílico.
<b>Grupo 2 (CIVF)</b>	VITRO FIL LC	DFL – Rio de Janeiro, Brasil.	Pó: Silicato de Estrôncio-Alumínio, Partículas de carga, Ativadores e Óxido de Ferro.  Líquido: Metacrilato de 2-Hidroxieta, Solução Aquosa de Ácidos Poliacrílico e Tartárico, Peróxido de Benzoíla e Canforoquinona.
	RIVA LC	SDI – São Paulo, Brasil.	Pó: Fluoreto de silicato e alumínio.  Líquido: Ácido poliacrílico, Ácido tartárico, Hidroxietil-metacrilato, Dimetacrilato, Monômero acidificado.
	IONOSEAL	VOCO – Porto Alegre, Brasil.	Pó: Fluoraluminossilicato.  Líquido: Bis-GMA, HEMA, TEDMA, Canforoquinona, Amina.

Fonte: Própria dos autores.

## 2.2. Confeção dos corpos de prova

Foram preparados 42 corpos de prova para cada grupo (CIVC e CIVF), utilizando uma matriz polimérica cilíndrica com as seguintes dimensões: 6 mm de diâmetro e 3 mm de profundidade. Para pré-isolar a matriz polimérica, uma fina camada de vaselina líquida foi aplicada na superfície do molde. Os materiais foram manuseados de acordo com as instruções de cada fabricante e inseridos no molde

com auxílio de uma espátula plástica (Golgran, São Caetano do Sul, Brasil) e uma seringa Centrix (DFL, Rio de Janeiro, Brasil).

Após o preenchimento da matriz com os CIV's ativados quimicamente, foi aplicada pressão sobre os mesmos com auxílio de uma placa de vidro, a fim de obter uma melhor adaptação das amostras. Para os CIV's fotoativados foi aplicada luz, conforme tempo estabelecido por cada fabricante, utilizando um fotopolimerizador Optilight LD III (Gnatus, Ribeirão Preto, Brasil). Após a polimerização completa dos corpos de prova, metade das amostras de cada subgrupo (7 amostras) recebeu proteção superficial de verniz cavitário (Cavitine SSWHITE, Rio de Janeiro, Brasil), sendo denominada WV (com verniz) ou WOV (sem verniz). Todos os processos foram realizados com padronização por um único operador, em ambiente de laboratório e em temperatura ambiente (18°C).

### 2.3. Quantificação da liberação de Fluoretos

Para quantificar a liberação de fluoretos pelos CIVs, os espécimes foram distribuídos e submersos em recipiente plástico contendo 8 ml de água destilada. Após diferentes intervalos de tempo: 1 hora, 1, 3, 7, 14, 21 e 28 dias; a quantidade de flúor liberada pelos materiais foi medida. A quantidade de flúor nas soluções foi medida utilizando o eletrodo sensível ao íon flúor (Orion, modelo 94-09) acoplado a um analisador digital de pH/F (Procyon SA-720), previamente calibrado com uma série de soluções padrão com concentrações de flúor: 0,25; 0,5; 2,5; 5,0; 25 e 50 ppm de flúor, após tamponamento TISAB III (Total Ionic Strength Adjustment Buffer), na proporção de 1:10. Para análise do flúor liberado, as soluções armazenadas também foram tamponadas com TISAB III na proporção de 1:10 no momento da leitura. As soluções foram lidas em duplicata e os resultados finais foram relatados como taxa de liberação de flúor ( $\mu\text{gF}/\text{cm}^2$ ).

### 2.4. Análise Estatística

Inicialmente foi realizada a análise estatística descritiva para caracterização das amostras, por meio do cálculo de medidas de tendência central e variabilidade. Em seguida, avaliou-se a normalidade dos dados por meio do teste de Shapiro-Wilk. Para comparar a liberação de flúor das amostras de Cimento de Ionômero de

Vidro Convencional (CIVC) e Cimento de Ionômero de Vidro Fotoativado (CIVF) foi aplicado o Teste t de Student para grupos independentes.

Para determinar se houve diferenças significativas na liberação de flúor ao longo do tempo, foi utilizado o teste ANOVA de medidas repetidas com comparações múltiplas usando ajuste de Bonferroni. O nível de significância foi estabelecido em 5% ( $p < 0,05$ ). Todas as análises foram realizadas no software IBM SPSS versão 26.0 e considerando intervalo de confiança de 95%.

### 3. Resultados

As Tabelas 2 e 3 apresentam os resultados da análise comparativa da liberação de flúor das amostras entre os grupos CIVC e CIVF, com ou sem aplicação de verniz cavitário. O padrão de liberação de flúor foi em linha crescente, desde a primeira hora, para todos os materiais analisados.

Tabela 2. Análise comparativa da liberação de flúor ( $\mu\text{gF}/\text{cm}^2$ ) entre os grupos de Cimento de Ionômero de Vidro Convencional (CIVC) e Cimento de Ionômero de Vidro Fotoativado (CIVF), com aplicação do verniz cavitário.

Grupo	Subgrupo	Momento da avaliação						
		1h	1 dia	3 dias	7 dias	14 dias	21 dias	28 dias
CIVC	A	0,25	1,90	2,34	3,27	3,25	3,98	5,54
	B	2,52	6,71	9,82	10,66	11,22	10,87	18,86
	C	6,66	22,88	43,81	41,99	34,29	52,05	59,52
	Média	3,14	10,50	18,66	18,64	16,25	22,30	27,97
	(DP)	(3,25) <sup>Aa</sup>	(10,99) <sup>Aa</sup>	(22,10) <sup>Aa</sup>	(20,56) <sup>Aa</sup>	(16,12) <sup>Aa</sup>	(25,99) <sup>Aa</sup>	(28,12) <sup>Aa</sup>
CIVF	D	3,60	10,01	14,90	12,00	12,60	12,70	20,40
	E	2,90	10,60	14,00	15,00	18,90	20,20	23,90
	F	0,13	0,46	0,60	0,43	0,30	0,70	2,90
	Média	2,21	7,02	9,83	9,14	10,60	11,20	15,73

(DP) (1,84)<sup>Aa</sup> (5,69)<sup>Aa</sup> (8,01)<sup>Aa</sup> (7,69)<sup>Aa</sup> (9,46)<sup>Aa</sup> (9,84)<sup>Aa</sup> (11,25)<sup>Aa</sup>

Fonte: Própria dos autores.

Tabela 3. Análise comparativa da liberação de flúor ( $\mu\text{gF}/\text{cm}^2$ ) entre os grupos de Cimento de Ionômero de Vidro Convencional (CIVC) e Cimento de Ionômero de Vidro Fotoativado (CIVF), sem aplicação do verniz cavitário.

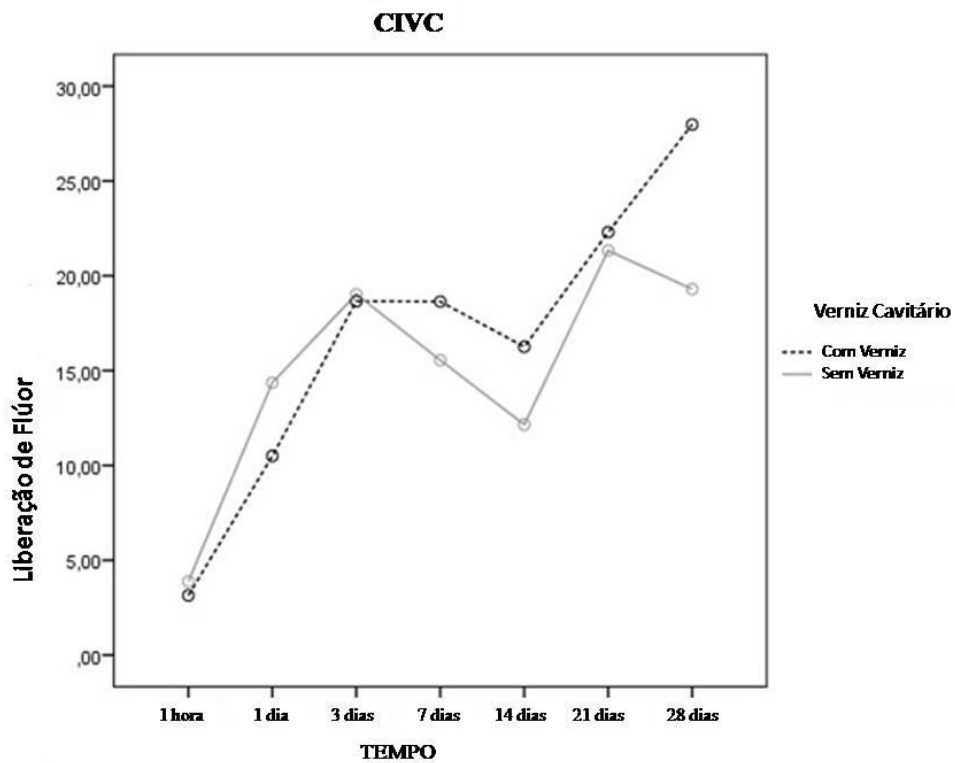
Grupo	Subgrupo	Momento da avaliação						
		1h	1 dia	3 dias	7 dias	14 dias	21 dias	28 dias
CIVC	A	0,66	2,11	3,32	3,20	5,13	4,27	3,55
	B	3,26	12,41	15,97	9,28	11,51	16,9	16,29
	C	7,72	28,57	37,79	34,17	19,82	42,82	38,05
	Média	3,88	14,36	19,03	15,55	12,15	21,33	19,30
	(DP)	(3,57) <sup>Aa</sup>	(13,34) <sup>Aa</sup>	(17,44) <sup>Aa</sup>	(16,41) <sup>Aa</sup>	(7,37) <sup>Aa</sup>	(19,65) <sup>Aa</sup>	(17,45) <sup>Aa</sup>
CIVF	D	5,3	12,6	10,6	17,3	26,6	11,3	15,4
	E	6,9	9,2	18,8	28,3	23,2	33,7	32,9
	F	1,1	0,82	1,11	0,73	0,8	1,1	4
	Média	4,43	7,54	10,17	15,44	16,87	15,37	17,43
	(DP)	(3,00) <sup>Aa</sup>	(6,06) <sup>Aa</sup>	(8,85) <sup>Aa</sup>	(13,88) <sup>Aa</sup>	(14,02) <sup>Aa</sup>	(16,68) <sup>Aa</sup>	(14,56) <sup>Aa</sup>

Fonte: Própria dos autores.

É importante verificar que letras em maiúsculo na mesma coluna indicam que não há diferença estatisticamente relevante entre os grupos ( $p < 0.05$ ). Além disso, as letras minúsculas na mesma linha indicam que não há diferença estatisticamente relevante entre os grupos ( $p < 0.05$ ).

As Figuras 1 e 2 apresentam os resultados da análise comparativa da liberação de flúor das amostras com e sem verniz cavitário no Cimento de Ionômero de Vidro Convencional (CIVC) e Cimento de Ionômero de Vidro Fotopolimerizável (CIVF). Também não foram observadas diferenças estatisticamente significativas (valores de  $p > 0,05$ ).

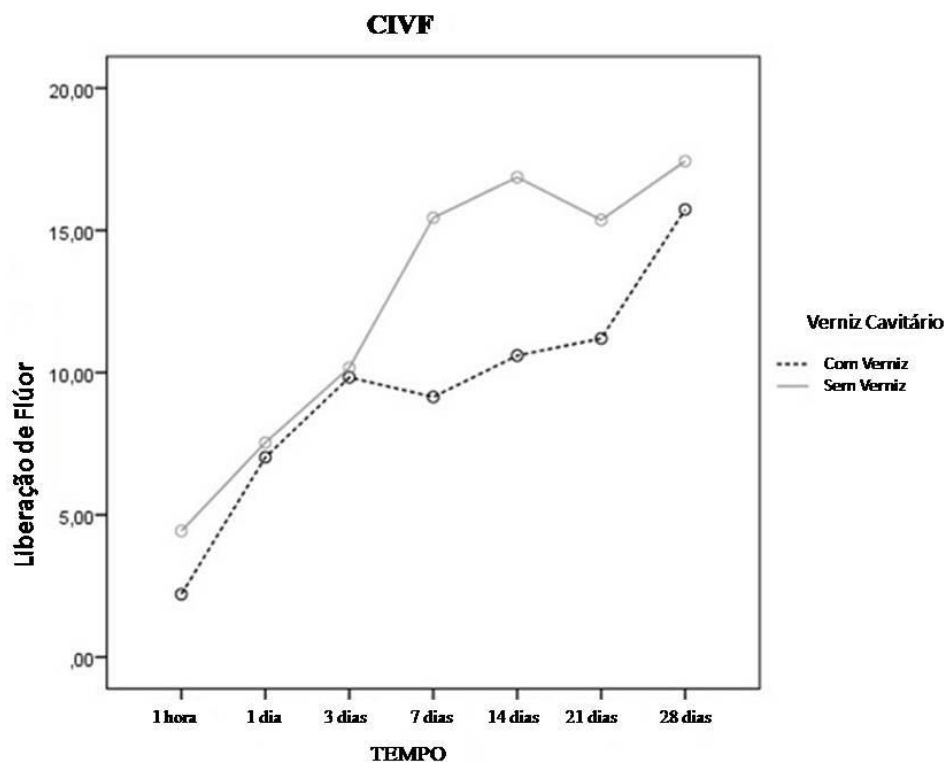
Figura 1. Comparação do nível de liberação de Flúor do CIVC com e sem verniz cavitário.



Fonte: Própria dos autores.

Figura 2. Comparação do nível de liberação de Flúor do CIVF com e sem verniz cavitário.





Fonte: Própria dos autores.

#### 4. Discussão

No presente estudo observou-se que a liberação de flúor dos cimentos analisados nos dois grupos apresentou padrão crescente nos três primeiros dias, com pequeno declínio na liberação de flúor após esse período. Porém, pode-se observar que houve um padrão de liberação contínua de fluoretos em todos os intervalos de tempo estudados, corroborando com outros estudos. A liberação contínua de flúor pelos ionômeros favorece a remineralização e inibe a desmineralização, tendo assim um papel decisivo nos desafios cariogênicos que ocorrem na cavidade oral (Hahnel et al., 2017; De Caluwé et al., 2017; Doughty et al., 2016).

As maiores taxas de liberação de flúor foram encontradas nos CIVs convencionais, em comparação aos CIVs fotoativados ou resinosos. Não há consenso na literatura de que CIVs convencionais sejam mais eficazes em liberar maiores quantidades de flúor, porém, esses materiais possuem composição diferente dos CIV resinosos, e também apresentam maior porosidade e solubilidade, maior tamanho e formato irregular das partículas inorgânicas do

material. Esses fatores podem justificar a maior liberação de flúor desses materiais em alguns estudos (Hoshika et al., 2015; Kucukyilmaz et al., 2017).

Segundo alguns estudos, o material protetor pode interferir na quantidade de flúor liberado, principalmente se forem materiais resinosos insolúveis, mas não impede a liberação total de fluoretos. Apesar das variações quantitativas de liberação de flúor no presente estudo, o padrão de liberação permaneceu independente da presença do verniz. Esse resultado é semelhante aos achados de outros estudos sobre ionômeros de vidro modificados por resina e convencionais (De Caluwé et al., 2017; Basso et al., 2011; Kamatham, Reddy, 2013).

A liberação de fluoretos dos CIVs com maior intensidade nas primeiras 72 horas é resultado da presa lenta do material, pois há dissolução das partículas inorgânicas pela solução aquosa de poliácidos e deslocamento de maior quantidade de elementos ionicamente ativos nas primeiras etapas, onde os íons metálicos do pó são transferidos para o ácido poliacrílico (Duque et al., 2017; Berg, Croll, 2015; Chau et al., 2015).

Essa liberação tardia de íons fluoretos pelos cimentos de ionômero de vidro está relacionada à difusão de íons fluoreto no interior do cimento, devido à interação iônica entre o material e o meio bucal. Fatores intrínsecos e extrínsecos afetam essa liberação de fluoretos, destacando-se como fatores intrínsecos a permeabilidade e a composição do material, e como fatores extrínsecos o pH do ambiente de armazenamento, biofilme, saliva, erosão ácida, concentração extrínseca de flúor, bem como material de proteção superficial. Existem também fatores relacionados ao operador, como a proporção pó-líquido e a manipulação do material, sendo assim o correto manuseio, seguindo rigorosamente as instruções do fabricante é fundamental na ação desses materiais (Ranadheer et al., 2018; Shiozawa et al., 2014; Zhitkov et al., 2016).

## **5. Conclusão**

Pode-se concluir, a partir deste estudo que os CIVs avaliados foram eficazes na liberação de flúor em diferentes intervalos de tempo, e que a proteção superficial dos cimentos não afetou negativamente a liberação de flúor dos materiais.

## Referências

BASSO, GR et al. Fluoride release from restorative materials. **Brazilian Dental Journal**, v. 22, p. 355-358, 2011.

BERG, JH, CROLL, TP. Glass ionomers restorative cement systems: an update. **Pediatric Dentistry Journal**, v. 37, p.116-124, 2015.

BHATIA, HP et al. A Comparative Evaluation of Sorption, Solubility, and Compressive Strength of Three Different Glass Ionomer Cements in Artificial Saliva: An in vitro Study. **International Journal of Clinical Pediatric Dentistry**, v. 10, p.49-54, 2017.

CHAU NP et al. Relationship between fluoride release rate and anti-cariogenic biofilm activity of glass ionomers cements. **Dental Materials**, v. 31, p. 100-108, 2015.

DE CALUWÉ, T et al. Addition of bioactive glass to glass ionomer cements: Effect on the physico-chemical properties and biocompatibility. **Dental Materials**. v. 33, n. 4, p. e186-e203, 2017.

DOUGHTY, J et al. The dental public health implications of cosmetic dentistry: a scoping review of the literature. **Community Dent Health**, v. 33, p.218-224, 2016.

DUQUE, C et al. In vitro and in vivo evaluations of glass-ionomer cement containing chlorhexidine for Atraumatic Restorative Treatment. **Journal of Applied Oral Science**, v. 25, p.541-550, 2017.

FRENCKEN, JE. The ART approach using glass-ionomers in relation to global oral healthcare. **Dental Materials**, v. 26, p. 1-6, 2010.

HAHNEL, S et al. Biofilm formation and release of fluoride from dental restorative materials in relation to their surface properties. **Journal of Dentistry**, v, 60, p.14-24, 2017.

HOSHIKA, S et al. Effect of Conditioning and Aging on the Bond Strength and Interfacial Morphology of Glass-ionomer Cement Bonded to Dentin. **The Journal of Adhesive Dentistry**,v. 17, p. 141-146, 2015.

KAMATHAM R, REDDY SJ. Surface coatings on glass ionomers restorations in Pediatric dentistry- Worthy or not? **Journal of Indian Society of Pedodontics and Preventive Dentistry**, v. 31, p.229-233, 2013.

KUCUKYILMAZ, E et al. Fluoride release/recharging ability and bond strength of glass ionomers cements to sound and caries-affected dentin. **Nigerian Journal of Clinical Practice**, v. 20, p. 226-234, 2017.

KUMAR, RS et al. Nanochitosan modificado vidro ionómero cimento com propriedades mecânicas melhoradas e fluoreto de liberação. **International Journal of Biological Macromolecules**, S0141-8130(16) 32665-4, 2017.

RANADHEER, E et al. Comparative Analysis of Microleakage of Zirconia-infused Glass Ionomer Cement with Miracle Mix and Amalgam: An In Vitro Study. **Cureus**, v. 10, p. e3672, 2018.

SHIOZAWA, M et al. Fluoride release and mechanical properties after 1-year water storage of recent restorative glass ionomer cements. **Clinical Oral Investigations**, v.18, p.1053–1060, 2014.

WIEGAND, A et al. Review on fluoride-releasing restorative materials, fluoride release and uptake characteristics, antibacterial activity and influence on caries formation. **Dental Materials**, v. 23, p. 343-362, 2007.

ZHITKOV, MY et al. Comparative in vitro evaluation of modern glass ionomers cements for adhesion strength and fluoride release. **Stomatologija (Mosk)**, v. 95, p.58-62, 2016.