

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO OESTE DO PARANÁ  
CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ODONTOLOGIA (PPGO) - MESTRADO



FRANCIELLE CARNEIRO HIRATA

Incorporação de clorexidina em diferentes cimentos de ionômero de vidro:  
microdureza superficial e MEV

Cascavel-PR  
2020

FRANCIELLE CARNEIRO HIRATA

Incorporação de clorexidina em diferentes cimentos de ionômero de vidro:  
microdureza superficial e MEV

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, Universidade Estadual do Oeste do Paraná, como requisito para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Área de concentração: Odontologia

Orientadora: Profa. Dra. Veridiana Camilotti

Coorientadora: Profa. Dra. Renata Pascotto

Cascavel-PR  
2020

Ficha de identificação da obra elaborada através do Formulário de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da Unioeste.

Hirata, Francielle Carneiro

Incorporação de clorexidina em diferentes cimentos de ionômero de vidro : microdureza superficial e MEV / Francielle Carneiro Hirata; orientador(a), Veridiana Camilotti; coorientador(a), Renata Pascotto, 2020.  
32 f.

Dissertação (mestrado), Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Campus de Cascavel, Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, 2020.

1. Cimento de Ionômero de Vidro. 2. Clorexidina. 3. Microscopia Eletrônica de Varredura. 4. Testes de Dureza. I. Camilotti, Veridiana . II. Pascotto, Renata . III. Título.

## **DEDICATÓRIA**

Ao meu esposo **Edo** e aos meus amados filhos, **Amanda e Davi**, que com paciência e amor souberam compreender os momentos de minha ausência.

Amo vocês, incondicionalmente!

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus... Meu Senhor, hoje talvez eu não entenda toda minha missão na terra, mas te agradeço imensamente pelos tropeços que a vida me trouxe e pelas oportunidades. Não irei desistir. Ao seu lado sei que tudo posso e permito ser guiada por i, pois és o meu refúgio e minha fortaleza. Amém!!!

Ao meu esposo e amigo Edo, presente de Deus, que me ensinou o verdadeiro jeito de amar, não amamos da noite para o dia, o amor é construção que requer empenho, esse amor que chega em nossa vida, nos olha nos olhos e nos convence que nos ama, nos faz sentir à vontade para sermos aquilo que verdadeiramente somos, e me acolhe com minhas qualidades e defeitos. Obrigada por me fazer ver o que é o amor. Esse sonho também é seu. Obrigada pela oportunidade em viver o verdadeiro amor incondicional, te admiro pela pessoa que és.

Aos meus filhos amados Amanda e Davi, falar de vocês é algo difícil. Para mim são perfeição Divina, fontes de inspiração, motivação, alegria e amor, de coração tão puro e grandioso. Não tenho dúvidas de que vocês me desafiam diariamente a sair de minha zona de conforto. Obrigada por me incentivarem a crescer e a ser mais e que de alguma maneira souberam, mesmo ainda crianças, de que é preciso ser forte, corajoso, paciente e ter maturidade nos momentos difíceis que surgirão na vida. Obrigada por compreenderem os momentos em que a mamãe precisava estudar. Sem vocês eu não seria nem a metade do que sou, e não chegaria até onde cheguei. Amo ser feliz e aprender com vocês.

Aos meus pais Manoel e Valdeci, meu porto seguro, fontes de admiração e gratidão eterna. Aos meus irmãos Armstrong e Alison, sobrinhos, cunhadas e familiares, obrigada pelo apoio.

À minha orientadora Profa. Dra. Veridiana Camilotti, com um coração gigante, não tenho palavras para expressar minha gratidão. Quero te agradecer por ter sido muito corajosa ao me orientar. Amiga e mestre, pessoa que admiro, obrigada pela paciência em me ensinar, compreensão, apoio e motivação quando as dificuldades, os desafios e aquele “medinho” que surgiram.

À minha Co-Orientadora Profa. Dra. Renata Corrêa Pascotto, pessoa linda e admirável, obrigada pela grande mestra que és. Sua humildade me conquistou desde a primeira vez que te conheci. A você minha eterna gratidão e admiração pela sua pessoa. Ainda nos tempos de graduação meu sonho era ser parecida com você, estou na luta, quem sabe um dia.

Ao Amigo e também Prof. Marcio José Mendonça, esse é um sonho que você sabe o quanto desejei. Pois é, se tornou realidade. Missão cumprida! Obrigada pelo apoio, incentivo, por ter sido tão presente e me ouvir nas horas difíceis. Gratidão!

Aos Professores do Programa de Pós-Graduação, o meu muito obrigada pela oportunidade de aprender mais.

Aos Colegas de Disciplina Integrada Infantil: Adriano Tomio Hoshi, Maria Daniela Basso de Souza, Mauro Carlos Agner Busato, Luís Marchi, Maria de Fátima Tomazinho, Amadeu Tomazinho e Alexandre Bandeira, obrigada pelo aprendizado.

Ao Prof. Rafael Menolli, obrigada pela ajuda no preparo dos materiais.

À UNIOESTE, nas pessoas do Reitor Prof. Dr. Alexandre Weber e Diretor de Clínica Prof. Dr. Ediulson Ilo Lisboa. Obrigada pela amizade, incentivo e confiança no trabalho que exerço como professora colaboradora nesta Universidade.

À Universidade Paranaense (UNIPAR), nas pessoas do seu Diretor Prof. Gelson e ao coordenador do curso de odontologia, Prof. Dr. Laerte Brehm, pela oportunidade de atuar como professora na Disciplina de Clínica Multi Infantil. Foi uma experiência única.

À Coordenadora do curso de odontologia da UNIOESTE, Profa. Dra. Marina Berti, obrigada por seus ensinamentos.

Aos colegas do curso de pós-graduação: Sílvia Taha, Wilson Júnior, Bruna Longo, Tato, Jaisson, Mariana, Kaohana Thaís, Michael, Gabrielle Lucietto e Thayná Petri, pelo convívio durante o curso e pelas boas risadas que não tem preço.

À minha amiga e confidente, Iris Sawazaki, você simplesmente surgiu na minha vida, acreditou no meu trabalho quando eu ainda era muito inexperiente. Obrigada pela confiança, por me aconselhar e por ser ouvinte nos momentos em que eu precisava desabafar. Maravilhoso tem alguém assim ao nosso lado. Adoro você.

À minha amiga Adriane Martinês e Daniele Shima, que compartilham suas experiências e com quem dou muitas risadas.

Às colegas de trabalho: Patrícia Nassar, Tatiana Assumpção, Juliana Mugnai, pelas inúmeras vezes que me incentivaram e motivaram cada uma na sua maneira, mas que me fizeram prosseguir, sem nem mesmo saber.

À minha amiga de “Kaikan” Eliana Nonose, pelas boas conversas e por me salvar com as formatações, muitíssimo obrigada.

Aos funcionários da clínica, laboratório e triagem, pela atenção e eficiência que sempre me atenderam.

Àqueles que contribuíram com a minha formação, mas que não tiveram seus nomes citados.

Os meus sinceros agradecimentos!

Que Deus abençoe a todos nós.

Incorporação de clorexidina em diferentes cimentos de ionômero de vidro: microdureza superficial e MEV

## RESUMO

**Objetivo:** Avaliar o efeito da adição de digluconato de clorexidina (CHX) ao líquido do cimento de ionômero de vidro modificado por resina (CIVMR) quanto microdureza superficial e MEV. **Materiais e métodos:** Dois CIVMR foram proporcionados e manipulados acordo com cada fabricante Vitremer (3M(ESPE) / St Paul /Estados Unidos) e Riva Light Cure (SDI/ Victoria/ Austrália). A CHX foi incorporada no líquido de cada material nas concentrações de 05%, 1% e 2%. Corpos-de-prova (CP) foram confeccionados com 4 mm de diâmetro e 2 mm de espessura e, divididos de acordo com a concentração de CHX e tempo de armazenamento (2, 7 e 30 dias) num total de oito grupos com n=10. Após confecção dos CP foram imersos em soro fisiológico, armazenados a 37 °C. Após 2, 7 e 30 dias, submetidos microdureza Knoop. A análise eletrônica de varredura (MEV) foi feita após 7 e 30 dias. **Resultados:** Com relação à microdureza, em 2 dias armazenamento a concentração Riva Light Cure 2% apresentou valores mais elevados. Vitremer revelou diferenças significativas entre 1 e 2%. Análise por MEV indicou superfície mais lisa para Riva Light Cure 1% após 30dias. **Conclusão:** CHX não prejudicou as propriedades de microdureza de superfície dos CIVs estudados. Vitremer apresentou comportamento superior na maioria das concentrações em comparação com Riva Light Cure. A MEV mostrou que o tempo de imersão causou mais alterações na superfície que adição de CHX.

**Palavras-chave:** Cimento de Ionômero de Vidro, Clorexidina, Microscopia Eletrônica de Varredura, Testes de Dureza.



## Incorporation of chlorhexidine in different glass ionomer cements: surface microhardness and MEV

### ABSTRACT

**Objective:** To evaluate the effect of adding chlorhexidine digluconate (CHX) to the liquid of the glass ionomer cement in terms of surface microhardness and MEV. **Materials and methods:** Two CIVMR were provided and handled according to each manufacturer Vitremer (3M (ESPE) / St Paul / United States) and Riva Light Cure (SDI / Victoria / Australia). The CHX was incorporated into the liquid of each material in concentrations of 0.5%, 1% and 2%. Specimens were made with 4 mm in diameter and 2 mm in thickness, and divided according to the concentration of CHX and storage time (2, 7 and 30 days) in a total of eight groups with n = 10. Making the CP were immersed in saline, stored at 37 °C. After 2, 7 and 30 days, they were submitted to Knoop microhardness. **Results:** Regarding microhardness, in 2 days of storage the Riva Light Cure 2% concentration showed higher values. Vitremer revealed significant differences between 1 and 2%. MEV analysis indicated a smoother surface for Riva Light Cure 1% after 30 days. **Conclusion:** CHX did not affect the microhardness properties of the studied CIVs. Vitremer showed superior behavior in most concentrations compared to Riva Light Cure. MEV showed that the immersion time caused more changes in the surface than the addition of CHX.

**Keywords:** Glass Ionomer Cement, Chlorhexidine, Scanning Electron Microscopy, Hardness Tests.

## **LISTA DE ABREVIACES**

CHX - Digluconato de Clorexidina

CIV - Cimento de Ionmero de Vidro

CIVMR - Cimento de Ionmero de Vidro Modificado por Resina

CP - Corpos de prova

KHN - Knoop Hardness Number (Microdureza Knoop)

MEV - Microscopia Eletrnica de Varredura

R - Riva Light Cure

V - Vitremer

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Fluxograma da distribuição dos grupos para o Vitremer.....	19
Figura 2 - Fluxograma da distribuição dos grupos para o Riva Cure Light .....	19
Figura 3 - MEV do CIV Riva Light Cure sem adição de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B)25	
Figura 4 - MEV do CIV Riva Light Cure com 05% de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B) ..25	
Figura 5 - MEV do CIV Riva Light Cure com 1% de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B)....	26
Figura 6 - MEV do CIV Riva Light Cure com 2% de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B)....	26
Figura 7 - MEV do Vitremer sem adição de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B).....	27
Figura 8 - MEV do Vitremer com 05% de adição de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B) .....	27
Figura 9 - MEV do Vitremer com 1% de adição de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B) .....	27
Figura 10 - MEV do Vitremer com 2% de adição de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B) .....	28

## **LISTA DE QUADROS**

Quadro 1 Composição dos Cimentos de Ionômero de Vidro Modificados por Resina ..... 20

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Média e desvio padrão dos valores médios obtidos para microdureza Knoop (KHN) para os grupos experimentais de acordo tempo e concentração para o material Riva Light Cure .....	23
Tabela 2 - Média e desvio padrão dos valores médios obtidos para microdureza Knoop (KHN) para os grupos experimentais de acordo tempo e concentração para o material Vitremer .....	23
Tabela 3 - Média e desvio padrão dos valores médios obtidos para microdureza Knoop (KHN) para os grupos experimentais de acordo com material e concentração para o tempo 2 dias....	24
Tabela 4 - Média e desvio padrão dos valores médios obtidos para microdureza Knoop (KHN) para os grupos experimentais de acordo com material e concentração para o tempo 7 dias....	24
Tabela 5 - Média e desvio padrão dos valores médios obtidos para microdureza Knoop (KHN) para os grupos experimentais de acordo com material e concentração para o tempo 30 dias..	24

Dissertação elaborada e formatada conforme as normas das publicações científicas: *Internacional Journal of Development Research* (artigo 1). Disponível em: <https://www.journalijdr.com/instructions-authors>

## SUMÁRIO

1 Introdução.....	17
2 Metodologia.....	19
3 Resultados.....	22
4 Discussão.....	28
5 Conclusão .....	30
6 Referências bibliográficas .....	31

## INTRODUÇÃO

A cárie na infância, principalmente nos países em desenvolvimento, é a doença crônica mais prevalente e, conseqüentemente, um problema de saúde pública (CHAFFE; CHENG, 2014). Dependendo da gravidade da doença e do número de focos dentários de infecção, pode causar distúrbios funcionais, estéticos e psicossociais que reduzem a qualidade de vida das crianças e de suas famílias (CHAFFE; CHENG 2014). Nestes casos ainda é um dado extremamente preocupante, fazendo com que tratamentos restauradores com materiais capazes de liberar flúor para o meio bucal seja uma alternativa viável para o controle da doença.

Neste sentido, o cimento de ionômero de vidro por apresentar liberação de flúor com padrão de elevada liberação inicial apresenta-se como um promissor material restaurador nos casos de pacientes com cáries crônicas e necessidades de readequação bucal e alimentar (TERADA et al., 1998). Possuem como principais propriedades físicas: liberação de flúor, adesividade, coeficiente de expansão térmica linear, compatibilidade biológica (WIEGAND et al., 2007; FOOK et al., 2008), baixa solubilidade, bom desempenho clínico a longo prazo e redução bacteriana (WIEGAND et al., 2007).

Os CIVS, podem ser classificados em convencionais e reforçados por resina. Os convencionais são constituídos basicamente por pó e líquido. O pó é composto pela fusão de seus componentes principais: sílica ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e o fluoreto de cálcio ( $\text{CaF}_2$ ). Os dois primeiros componentes ficam responsáveis pela resistência do material, enquanto o fluoreto de cálcio participa da reação de presa, mas juntamente com outros fluoretos é responsável pela liberação de flúor para o meio. Já o líquido, geralmente é composto por ácido poliacrílico, com radical R que complementa a molécula no ácido polialquênico, e o grupamento carboxílico ( $-\text{COOH}$ ) é responsável pela união com as partículas de vidro e a estrutura dentária, a água é um componente imprescindível para que ocorra a ionização do ácido poliacrílico (SIDHU; NICHOLSON, 2016).

O CIV reforçado com resina foi introduzido para melhorar as propriedades mecânicas e estéticas dos convencionais por meio da incorporação de monômeros resinosos. As propriedades como biocompatibilidade, liberação de flúor, atividade antimicrobiana, coeficiente de expansão semelhante ao do dente e ligação físico-química com a estrutura do dente foram mantidas, e propriedades como resistência mecânica, sensibilidade reduzida á



umidade, foram realçadas, aumentando suas indicações clínicas, como restaurações sanduíche aberta, túnel e classes V (SEKHAR et al., 2017; SIDHU; NICHOLSON, 2016).

Para melhorar suas propriedades antibacterianas alguns pesquisadores sugeriram a incorporação de agentes antimicrobianos (CASTILHO et al., 2012; CASTILHO et al., 2013; CHAFFEE; CHENG, 2014). A Clorexidina, é um agente antimicrobiano eficaz contra bactérias e leveduras gram negativas e gram positivas (BARBOUR et al., 2013), possui eficácia comprovada na remoção química do biofilme dental (FERREIRA et al., 2012). A forma comercial mais comum da clorexidina, é digluconato a qual apresenta maior atividade, devido à sua solubilidade, e que permite combinação com álcool. Quimicamente, a CHX é uma bis-biguanida, composta por ponte de hexametileno, possuindo no fim um anel com o grupo 4-clorofenil, sendo uma molécula carregada positivamente (duas cargas positivas, uma de cada lado da ponte de hexametileno). Trata-se de uma base forte e bi-catiônica em pH acima de 3,5. A sua natureza bicatiônica, torna a molécula muito interativa com íons, o que influencia a sua eficácia, segurança, efeitos secundários locais e dificuldades de disponibilidade comercial (MATHUR et al., 2011; MOHAMMADI, 2008).

Com base nas propriedades da CHX, ela pode ser um agente terapêutico no manejo da doença cárie, devido as suas características antimicrobianas, além de melhorar ação inibitória em microorganismos residuais, e apresentar amplo espectro contra bactérias (CASTILHO et al., 2013). Sua adição ao CIV poderia melhorar significativamente as propriedades mecânicas e o efeito antibacteriano destes materiais (HOSZEK; ERICSON, 2008; FARRET et al., 2011; KORKMAZ et al., 2013; GULCE et al., 2013; YADIKI et al., 2016). Sua utilização na odontologia restauradora previamente ou incorporada aos sistemas adesivos está bem documentada na literatura (CARRILHO et al., 2007; BRESCHI et al., 2010; STANISLAWCZUK et al., 2014). Contudo, a concentração ideal nos CIVS ainda é contraditória (SILVA et al., 2019).

Sendo assim, a hipótese nula desse estudo é que a adição de diferentes concentrações de CHX ao líquido do CIV não causará prejuízo nas suas propriedades de microdureza.

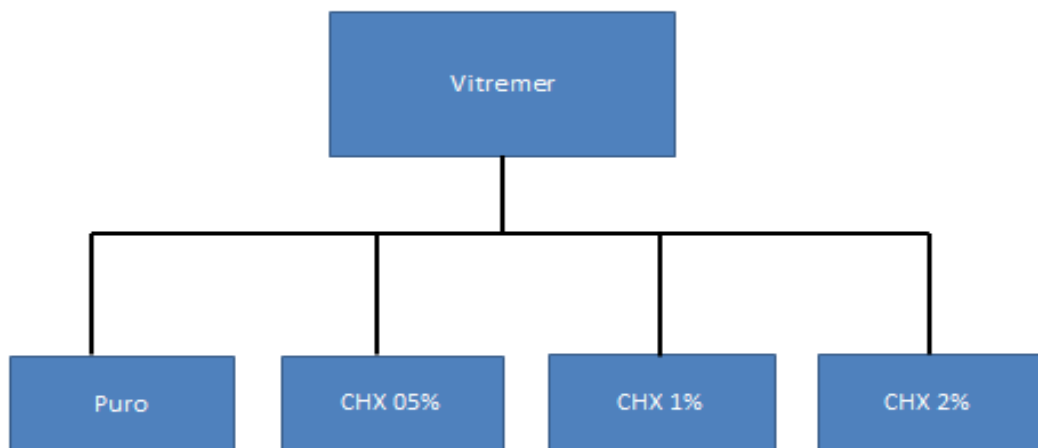
Este trabalho teve como objetivo, avaliar o efeito da adição de digluconato de clorexidina (CHX) ao líquido do cimento de ionômero de vidro modificado por resina (CIVMR) quanto microdureza superficial e MEV.

## METODOLOGIA

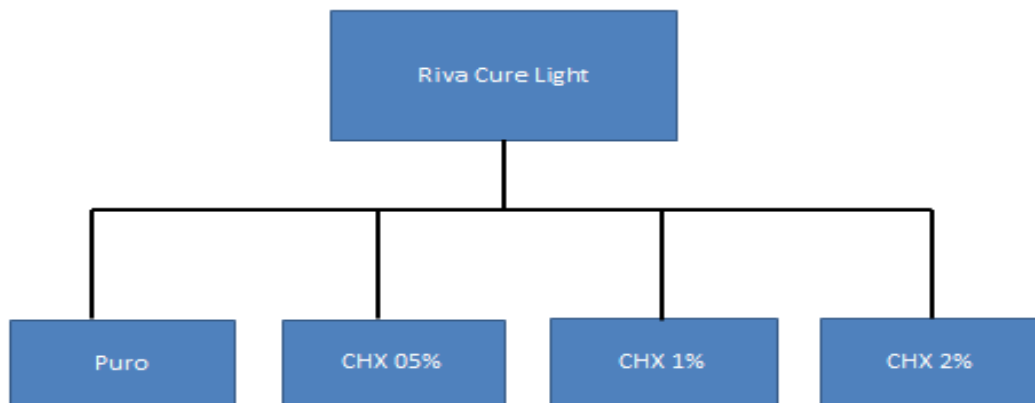
### Cálculo amostral

O cálculo amostral foi feito baseado em distribuições de probabilidades da família F, com delineamento de famílias repetidas, com interação dentro e entre os fatores. O tamanho do efeito utilizado foi de 0,15, erro tipo 1( $\alpha$ ) de 0,05, poder de análise de 0,80 garantiu um mínimo de unidades amostrais de 80 (corpos de prova), sendo 10 amostras por grupo experimental. O cálculo amostral foi realizado no programa GPower (versão 3.1.9.2 - Universidade de Düsseldorf, Düsseldorf - Alemanha).

Foram realizados dois testes com CIVMR (Vitremmer e Riva Light Cure), conforme fluxograma (Figura 1 e 2).



**Figura 1 – Fluxograma da distribuição dos grupos para o Vitremer**



**Figura 2 – Fluxograma da distribuição dos grupos para o Riva Light Cure**

### **Materiais utilizados**

Na pesquisa cimentos de ionômero modificados com resina (CIVMR), conforme Quadro 1, foram utilizados.

**Quadro 1 – Composição dos Cimentos de Ionômero de Vidro Modificados por Resina**

Cimentos de Ionômero de Vidro Modificados por Resina	Fabricante / Cidade / País	Composição
Vitremer	3M(ESPE) / St Paul / Estados Unidos	Pó: Cristais de fluoralumíniosilicato, persulfato de potássio, ácidoascórbico e pigmentos Líquido: Àcido polialcenóico, grupos metacrilato, água, HEMA, canforoquinona. Finishing gloss(glaze): Bis GMA, TEGDMA e fotoiniciador(canforoquinona).
Riva Light Cure	SDI/ Victoria/ Austrália	Pó: Fluoreto de silicato de alumínio Líquido: Ácido poliacrílico, ácido

		tartárico, hidroxietil metacrilato, dimetacrilato, monômero acidificado.
--	--	--

### Confecção dos corpos-de-prova (CP)

Todos os materiais utilizados foram proporcionados e manipulados por um único operador, seguindo rigorosamente as recomendações de cada fabricante (quadro 1). Com o objetivo de padronizar a porção de pó e líquido utilizada, foram realizadas 5 medidas consecutivas de uma porção do pó, para cada material, em uma balança analítica (Mettler Toledo AB-204 - Switzerland), na qual a partir das medidas foi obtida uma média, utilizada como valor padrão, correspondente a uma porção do material. O mesmo procedimento foi realizado com o líquido e posteriormente a incorporação da CHX nas concentrações (05%, 1% e 2%).

O material foi espatulado com auxílio de uma espátula metálica (Duflex) e placa de vidro, introduzido na matriz de silicona em formato de disco, com 2mm de espessura e 4mm de diâmetro para peça. Para cada marca de CIV foram confeccionados 40 CP.

A matriz de silicona (silicone de adição, Adsil, Coltene., Araraquara – São Paulo, Brasil), foi posicionada sobre uma tira de poliéster (Airon, Maquira Indústria de Produtos Odontológicos LTDA., Maringá - Paraná, Brasil) e, esta sobre uma placa de vidro de 10 mm de altura. Com o auxílio de uma espátula para resina Nº 1 (Golgran Indústria e Comércio de Instrumentos Odontológicos LTDA., São Caetano do Sul - São Paulo, Brasil), cada CIV foi inserido no interior da matriz com auxílio de uma seringa Centrix (Nova DFL, Curicica - Rio de Janeiro, Brasil). Em seguida as cavidades da matriz foram recobertas com tira matriz de poliéster, seguida de placa de vidro de 10 mm de altura para pressionar este conjunto contra a porção superior da matriz e mantê-lo em posição. Em seguida foi fotoativada por 20s com aparelho de luz Raddi-Cal sem fio Led (SDI, Bayswater, Victoria, Austrália) com intensidade de luz igual a 1200 mW/cm<sup>2</sup>).

Os CP, foram subdivididos em quatro grupos de acordo com o material e concentração da CHX que receberam, imersos em soro fisiológico e armazenados a 37 °C durante 2, 7 e 30 dias para a realização do ensaio de microdureza. Já para análise superfície (MEV), novos CP foram confeccionados, imersos em soro fisiológico e armazenados a 37 °C durante 2 e 30 dias.

### **Ensaio de microdureza de superfície**

A microdureza de superfície foi realizada em 2, 7 e 30 dias após a confecção dos CP. Estes foram submetidos ao teste de resistência a penetração dureza Knoop (HK). Para cada CP, foram realizadas três edentações, no centro de cada CP equidistantes entre si, totalizando trinta edentações para cada grupo analisado. Ao final das mensurações obteve-se a média aritmética dos valores da microdureza para cada grupo. As medidas de microdureza foram efetuadas com microdurômetro digital (FM 800 Future Tech Corp., Equilam, Tóquio, Japão), sob carga de 10 g por 20 s.

### **Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

Com a finalidade de examinar superficialmente o comportamento da superfície dos CIVMR: Vitremer e Riva Light Cure, nas condições puro e acrescidos por CXH nas seguintes concentrações: 05%, 1% e 2%, foram confeccionados novos CP para cada condição, armazenados em soro fisiológico e estufa a 37°C ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ). Após um período de 2 e 30 dias, a análise visual e qualitativa dos CIVS foi realizada por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), (FEI Quanta 250, Hillsboro, Oregon, EUA) em uma amostra de cada grupo. As amostras foram fixadas com cola condutiva de prata coloidal (Ted Pella, Redding, Califórnia, EUA). A superfície superior foi revestida com liga de ouro-paládio (Polaron SC 7620 Sputter Coater, Quorum Technologies, Newhaven, Reino Unido) (tempo: 130 s; corrente de 10-15 mA; vácuo de 130 mTorr; taxa de galvanização: 3,5 nm / min; Pd - Camada Au: cerca de 80 Å). O MEV foi operado a 20 kV. A visualização foi realizada em aumento de 5000X, e examinados por um único avaliador.

### **Análise estatística**

Os valores médios obtidos para cada corpo de prova foram organizados em tabelas e posteriormente submetidos ao teste de Shapiro-Wilk, a fim de verificar a aderência dos dados à curva de normalidade. Considerando o resultado positivo ao teste de Shapiro-Wilk os dados foram então, submetidos ao teste de Análise de Variância (ANOVA), dois critérios, seguido do pós teste de Tukey,  $p < 0,05$ , Bioestat 5.3, (Mamirauá, Belém, Pará, Brasil, 2007).

## RESULTADOS

Os resultados da análise estatística do teste de microdureza de superfície entre topo para cada grupo estão dispostos nas tabelas de 1 a 5.

Na tabela 1, em se tratando do CIVMR Riva Light Cure, a análise do tempo mostra diferenças significativas apenas na concentração de 2% no período de 30 dias. Na análise da concentração da incorporação da CHX revelou aumento significativo nos valores de microdureza na concentração de 2% no período de 2 e 30 dias.

**Tabela 1 - Média e desvio padrão dos valores médios obtidos para microdureza Knoop (KHN) para os grupos experimentais de acordo tempo e concentração para o material Riva Light Cure**

[ ]	2 dias		7 dias		30 dias	
0%	23,42(±2,63)	ABa	21,08(±3,74)	Aa	19,11(±1,80)	Aa
05%	18,70(±4,46)	Aa	21,53(±3,89)	Aa	21,82(±3,72)	Aa
1%	19,60(± 2,73)	Aa	20,71(±3,67)	Aa	22,54(±3,29)	Aa
2%	28,15(± 2,46)	Ba	22,25(±2,27)	Ab	28,81(±4,68)	Ba

Letras diferentes significam diferenças estatisticamente significantes,  $p < 0,05$ . Análise intracoluna – letras maiúsculas. Análise intralinha – letras minúsculas.

A tabela 2, refere-se a análise estatística do CIVMR Vitremer. O efeito do tempo mostra que no período de 30 dias aumentou significativamente os valores de microdureza de superfície. Para o fator concentração de CHX evidenciou aumento significativo para concentração 2% no período de 2 dias.

**Tabela 2 - Média e desvio padrão dos valores médios obtidos para microdureza Knoop (KHN) para os grupos experimentais de acordo tempo e concentração para o material Vitremer**

[ ]	2 dias		7 dias		30 dias	
0%	29,57(±4,79)	ABa	30,83(±2,60)	Aa	27,00(±3,23)	ABa
05%	29,37(±5,82)	ABa	28,93(±4,35)	Aa	32,13(±1,99)	Aa
1%	22,76(±1,77)	Aa	19,60(±1,16)	Ba	23,13(±2,71)	Ba
2%	34,25(±10,13)	Ba	30,16(±4,71)	Aa	32,14(±4,40)	Aa

Letras diferentes significam diferenças estatisticamente significantes,  $p < 0,05$ . Análise intracoluna – letras maiúsculas. Análise intralinha – letras minúsculas.

As comparações entre os materiais estão dispostas nas tabelas 3, 4 e 5. A tabela 3 mostra que em 2 dias de armazenamento na variável concentração para Riva Light Cure 2% apresentou valores mais elevados que as demais (Puro, 05% e 1%). Na análise entre materiais, Vitremer apresentou valores mais elevados para todas as concentrações, porém estatisticamente significativa para a concentração 05%.

**Tabela 3 - Média e desvio padrão dos valores médios obtidos para microdureza Knoop (KHN) para os grupos experimentais de acordo com material e concentração para o tempo 2 dias**

[ ]	0%	05%	1%	2%
<b>Riva</b>	23,42 ( $\pm$ 2,63) Aa	18,70 ( $\pm$ 4,46) Aa	19,60( $\pm$ 2,73) Aa	28,15( $\pm$ 2,46) Aa
<b>Vitremer</b>	29,57( $\pm$ 4,79) Aa	29,37 ( $\pm$ 5,82) Ba	22,76( $\pm$ 1,77) Aa	34,25( $\pm$ 10,13) Ab

Letras diferentes significam diferenças estatisticamente significantes,  $p < 0,05$ . Análise intracoluna – letras maiúsculas. Análise intralinha – letras minúsculas.

**Tabela 4 - Média e desvio padrão dos valores médios obtidos para microdureza Knoop (KHN) para os grupos experimentais de acordo com material e concentração para o tempo 7 dias**

[ ]	0%	05%	1%	2%
<b>Riva</b>	21,08( $\pm$ 3,74) Aa	21,53( $\pm$ 3,69) Aa	20,71( $\pm$ 3,67) Aa	22,25 ( $\pm$ 2,27) Aa
<b>Vitremer</b>	30,83( $\pm$ 2,60) Ba	28,93( $\pm$ 4,35) Ba	19,60( $\pm$ 1,16) Ab	30,16( $\pm$ 4,71) Ba

Letras diferentes significam diferenças estatisticamente significantes,  $p < 0,05$ . Análise intracoluna – letras maiúsculas. Análise intralinha – letras minúsculas.

A tabela 4, mostra a comparação entre material e concentração para o tempo de 7 dias. O Riva Cure Light apresentou comportamento estatisticamente semelhante para todas as concentrações. Já o Vitremer, apresentou valores estatisticamente inferiores para a concentração de 1%. A comparação entre material mostra comportamento estatisticamente semelhante para a concentração de 1%.

**Tabela 5 - Média e desvio padrão dos valores médios obtidos para microdureza Knoop (KHN) para os grupos experimentais de acordo com material e concentração para o tempo 30 dias**

[ ]	0%	05%	1%	2%
<b>Riva</b>	19,11( $\pm$ 1,80) Aa	21,82( $\pm$ 3,72) Aa	22,54( $\pm$ 3,39) Aa	28,81( $\pm$ 4,68) Ab
<b>Vitremer</b>	27,00( $\pm$ 3,23) Ba	32,13( $\pm$ 7,99) Bb	23,13( $\pm$ 2,71) Ab	32,14( $\pm$ 4,40) Ab

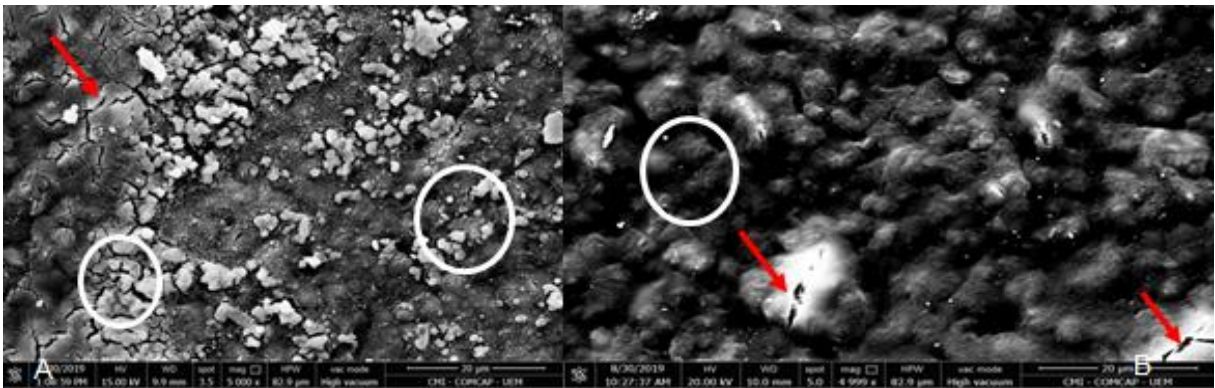
Letras diferentes significam diferenças estatisticamente significantes,  $p < 0,05$ . Análise intracoluna – letras maiúsculas. Análise intralinha – letras minúsculas.

A tabela 5, apresenta a comparação entre material e concentração para o tempo de 30 dias. Comparação entre material revela comportamento estatisticamente semelhante para

concentrações de 1 e 2%. A influência da concentração mostra que para Riva Light Cure a concentração de 2% apresentou valores significativamente maiores, para o Vitremer este comportamento foi para (05% e 2%).

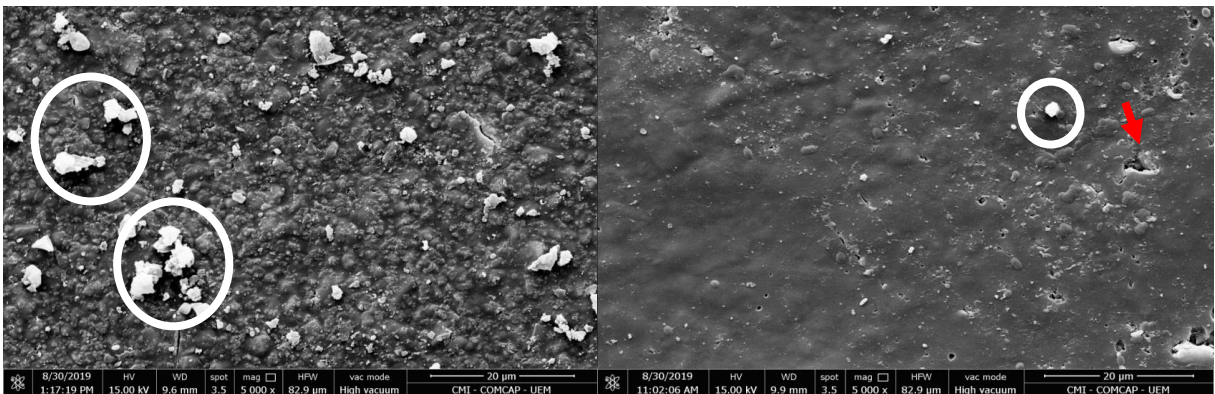
### Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As morfologias de superfícies foram examinadas por MEV, 2 e 30 dias. A análise de superfície, foi realizada numa ampliação de 5000X como mostra a Figura 3 a 10. Riva Light Cure e Vitremer: puro e acrescidos por CHX nas concentrações de 05%, 1% e 2%. Sendo assim, de acordo com as micrografias obtidas, foi possível observar alterações no padrão micromorfológico da superfície do Riva Light Cure e Vitremer, após o armazenamento de ambas em soluções de soro fisiológico. Essas alterações foram mais significantes e perceptíveis microscopicamente e podem ser observadas e explicadas (Figuras 03 e 04).



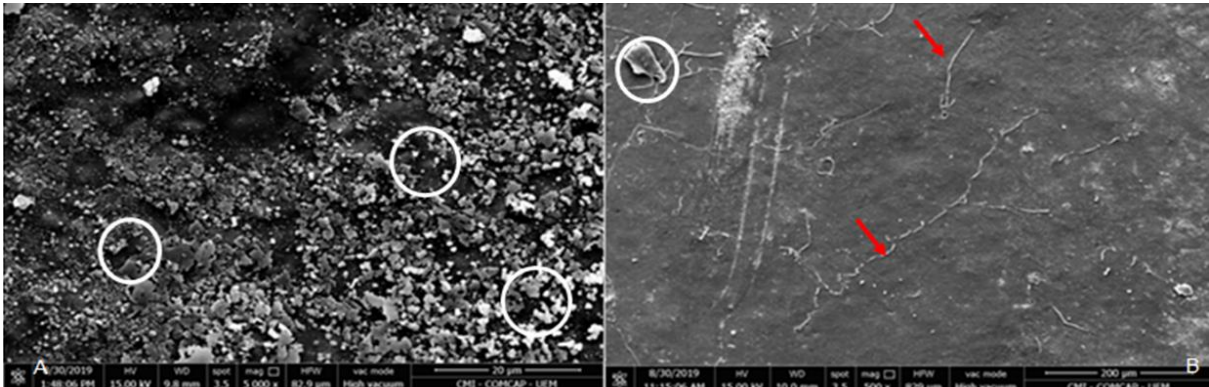
**Figura 03 – MEV CIVMR Riva Light Cure sem adição de CHX em 2dias (A) e 30 dias (B).**

O círculo na Figura 03, indica presença de partículas de carga fracamente unidas a matriz na superfície do material. A seta mostra a presença de fissuras de superfície. Em 2 dias apresenta maior presença das partículas de carga na superfície do material, e poucas fissuras.

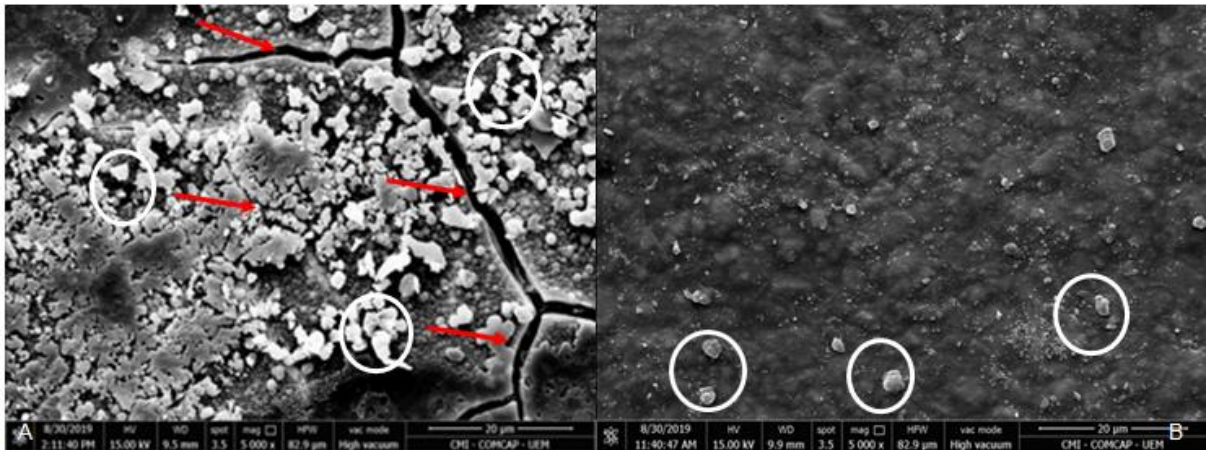




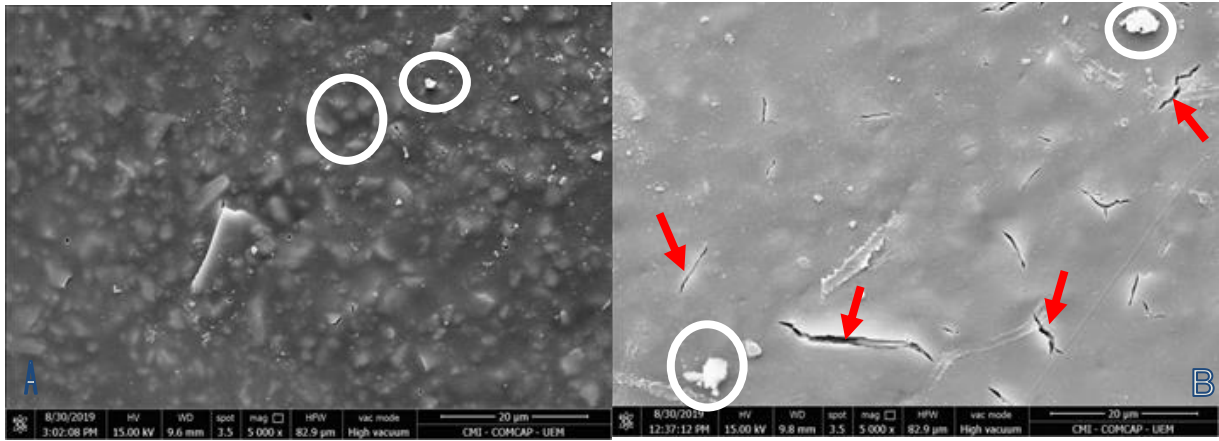
O círculo na Figura 04, das duas imagens representa as partículas fracamente unidas à matriz, este fato é mais marcante em 2 dias (A). As setas mostram a presença de fissuras.



**Figura 05 – MEV CIVMR Riva Light Cure com 1% de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B).** O círculo das duas imagens (Figura 05) representa as partículas fracamente unidas à matriz, o que se tornou mais evidente em 2 dias (A). Em 30 dias (B) a superfície apresenta-se mais lisa e com pequenas fissuras representado pelas setas.

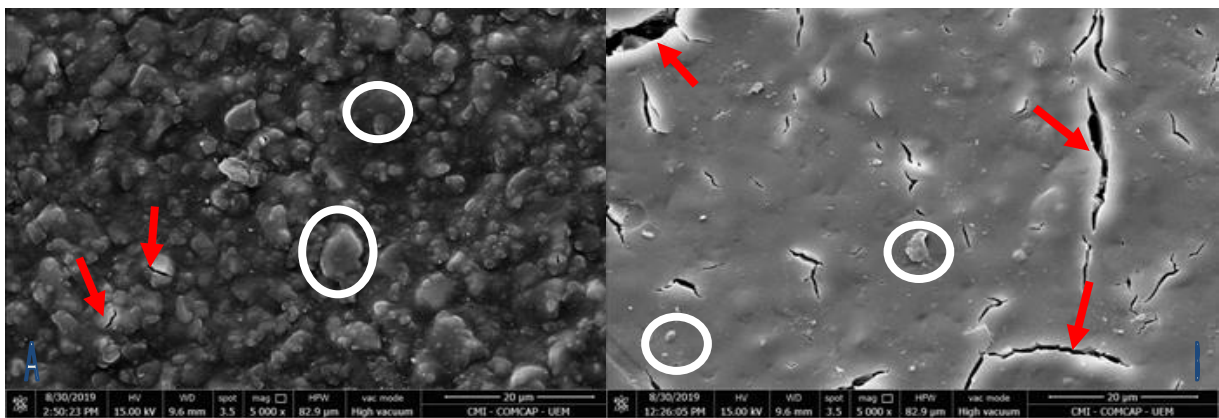


**Figura 06 – MEV CIVMR Riva Light Cure com 2% de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B).** Os círculos das duas imagens (Figura 06) representam as partículas fracamente unidas à matriz, onde pode ser observado nos dois tempos, porém as setas mostram a presença de fissuras, onde esse fato tornou-se marcante em 2 dias.



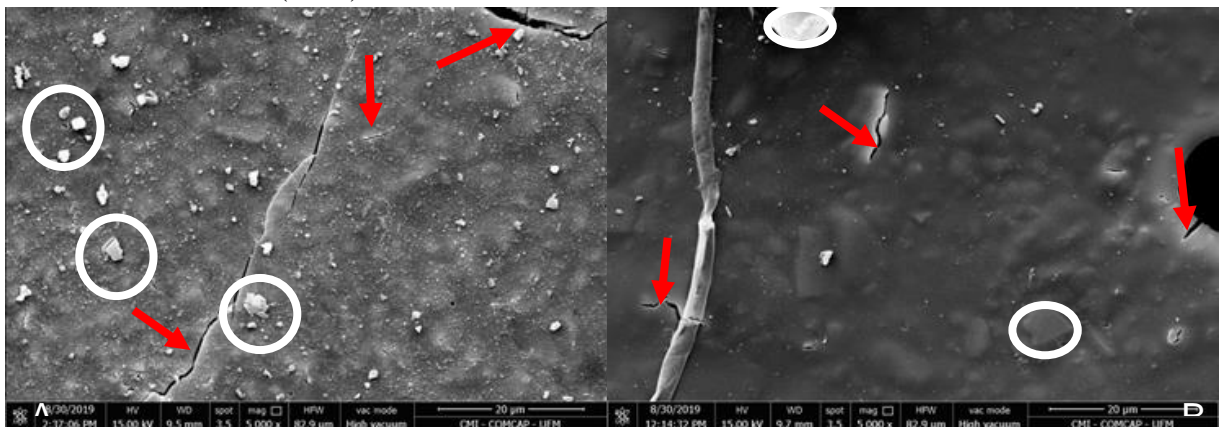
**Figura 07 – MEV CIVMR Vitremer sem adição de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B).**

O círculo na Figura 07, imagem (A) representa as partículas fracamente unidas. As setas mostram a presença de fissuras, onde esse fato tornou-se mais evidente em 30 dias.



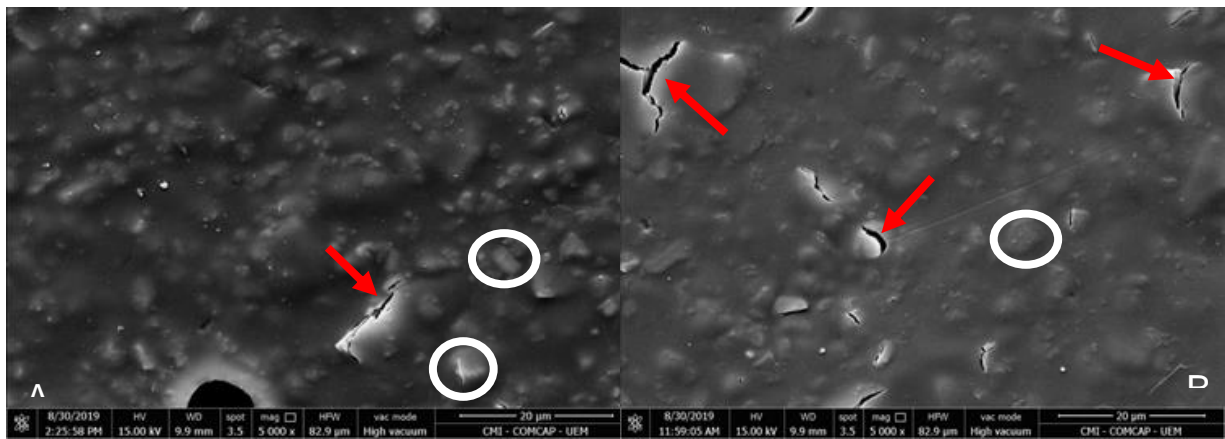
**Figura 08 – MEV CIVMR Vitremer com 05% de adição de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B).**

O círculo na Figura 08 da imagem (A), mostra superfície rugosa com as partículas envolvidas na matriz do material. Em (B) os círculos mostram partículas soltas na superfície e a presença marcante de fissuras (setas).



**Figura 09 – MEV CIVMR Vitremer com 1% de adição de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B).**

O círculo nas duas imagens da Figura 09, representam partículas fracamente unidas à matriz e as setas mostram a presença de fissuras, onde tem-se uma grande semelhança para os dois tempos.



**Figura 10 – MEV CIVMR Vitremer com 2% de adição de CHX em 2 dias (A) e 30 dias (B).**

O círculo nas duas imagens na Figura 10, representam partículas fracamente unidas à matriz e as setas mostram a presença de fissuras, tornando-se mais presente em 30 dias.

## DISCUSSÃO

A principal mudança ao longo do tempo nos cimentos de ionômero de vidro (CIVS), foi a adição de resina na sua composição para melhorar suas propriedades físicas e mecânicas, assim como as características de manuseio, eficácia e longevidade das restaurações, sem prejudicar sua liberação de flúor (SPAJIC et al., 2019). Este estudo avaliou o comportamento da microdureza de CIVMR com a incorporação de diferentes concentrações de CHX. Observou-se que essa incorporação não trouxe prejuízos aos valores de microdureza de superfície para ambos os materiais, aceitando a hipótese nula deste trabalho. Corroborando com nossos achados, SILVA., et al 2019, verificaram que a adição de CHX na concentração de 1,25% não influenciou as propriedades mecânicas de resistência a compressão e microdureza de superfície. Já o trabalho de Marti et al. (2014), mostrou que concentrações acima de 1% causa redução da microdureza de CIV. Estes autores usaram CIV convencional e talvez isso possa justificar os resultados contraditórios em relação a nossa pesquisa.

A CHX, é um antimicrobiano de amplo espectro, amplamente utilizado como agente tópico. Ele deve suas propriedades antimicrobianas à ruptura da membrana e é eficaz contra uma ampla variedade de microrganismos, incluindo aqueles envolvidos no processo carioso. Bellis et al. (2018) e Duque et al. (2017), afirmam que inclusão de CHX ao CIV, melhora a ação antimicrobiana/antibiofilme, sem causar efeitos prejudiciais sobre a citotoxicidade, propriedades mecânicas e liberação de flúor do material. Reforçando estes achados Mathew et al. (2013), verificaram que a inclusão de compostos antibacterianos elimina a recorrência da cárie nas margens das restaurações, inibe a formação de placa bacteriana nas superfícies restauradas, além de reduzir o número de microrganismos nos fluidos salivares e na cavidade oral.

A incorporação de CHX, pode ser realizada de diferentes formas: como diacetato (SILVA et al., 2019; MATHEW et al., 2013), em pasta concentrada de hexametáfosfato de clorexidina (BELLIS et al., 2018), ou ainda em digluconato de clorexidina como no presente estudo SHANMUGAAVEL et al., 2015; HOSZEK; ERICSON, 2008; FARRET et al., 2011; KORKMAZ et al., 2013; GULCE et al., 2013; YADIKI et al., 2016). Todas as formas tem o objetivo de melhorar significativamente as propriedades mecânicas e o efeito antibacteriano dos CIVS.

A utilização da CHX, na forma de digluconato e diacetato foi a de eleição devido à sua solubilidade, permitindo melhor dissipação no meio aquoso. É importante considerar que quanto maior a concentração de material, maior a probabilidade de um efeito adverso em propriedades como força (BELLIS et al., 2018). Duque et al. (2017) relatam que o CIV se deteriora após a adição de CHX em concentrações acima de 5%. Em nosso estudo a concentração máxima de CHX usada, foi de 2%. Sidhu et al. (2016) relatam que a água, é o terceiro componente essencial do CIV, o meio em que a reação de endurecimento ocorre. A água não ligada pode ser perdida da superfície de um CIV recém-colocado. Isso causa aparência irregular e desagradável à medida que rachaduras microscópicas se desenvolvem na superfície.

As diferenças na composição química dos CIV reforçados com resina podem determinar o comportamento desses materiais frente a sorção do solvente aos monômeros. Materiais como o Riva Light Cure têm baixa sorção de água por tomarem presa antes de entrarem em contato com a umidade (BROMBATTI et al., 2018). A presença do monômero hidrofílico HEMA (2-hidroxietilmetacrilato), no material Vitremer e suas interações pode ter contribuído para a maior absorção de água e expansão (ALMEIDA et al., 2017). Essa característica pode explicar o aparecimento de rachaduras mais evidentes na superfície do material Vitremer após a secagem na estufa.

A CHX, têm grande tendência em formar ligações de hidrogênio intra e intermoleculares porque possui vários grupos NH, essa característica pode estar associada a maior rigidez e resistência. Também apresenta porções apolares na molécula. Essa característica permite que haja interação tanto com substâncias *polares* (água) quanto com substância apolares, ou seja, apresenta propriedades hidrofílicas e hidrofóbicas.

O CIVMR Vitremer, foi menos comprometido pela à adição da CHX, isso pode ser devido à presença de HEMA, partículas de ácido ascórbico e persulfato de potássio em sua composição de secagem.

Spajic et al. (2019), relataram que a presença do HEMA melhorou as propriedades de resistência à compressão, dureza, maior módulo de elasticidade, maior resistência à solubilidade e resistência à adesão bacteriana. O que poderia justificar o menor afloramento de partículas na superfície do Vitremer quando verificados na MEV independente da concentração de CHX quando comparado ao Riva Light Cure.

Spajic et al. (2019) descreveram em seu estudo, que a reação ácido-base fundamental começa assim que o pó (base) e o líquido (ácido) são combinados, formando uma rede de polissais. Essa reação dura aproximadamente alguns minutos, porém a maturação continua por períodos prolongados, sendo que essa reação é suplementada pela polimerização mediada por radicais livres de monômeros de metacrilato, enquanto as duas reações ocorrem simultaneamente. A polimerização de monômeros pode ser induzido quimicamente ou fotoquimicamente, dependendo do sistema iniciador usado. Dessa forma os CIVMR disponíveis no mercado são de cura dupla no caso do Riva Light Cure (reação ácido-base + reação à luz de monômero ou reação ácido-base + autocura de monômero) ou cura tripla (reação à base de ácido + cura à luz de monômero+ autopolimerização de monômero) para o Vitremer. Possivelmente, a tripla polimerização possa ter contribuído para os altos valores encontrados pelo Vitremer. E pode ser visualizado nas imagens do MEV, ficando claro a presença de uma matriz orgânica mais coesa.

Por outro lado, o CIVMR Riva Light Cure não apresenta em sua composição o HEMA que é hidrofóbico, e foi mais susceptível à ação da CHX com o aumento de sua dureza nas concentrações de 1% e 2%. Talvez a característica mais hidrofílica do Riva Light Cure, tenha permitido melhor interação da CHX com a água presente neste material, isso se refletiu nas imagens do MEV para o período e 2 dias com maior afloramento de partículas e em 30 superfície mais uniforme. Moberg et al. (2019) citaram em seus estudos que os CIVS, são materiais restauradores que geralmente consistem em uma mistura de vários ácidos de polialquenoato (poliacrílico) e ácido tartárico que reagem com um fluoreto de silicato de alumínio com maturação adicional, produtos estes também encontrados na composição do Riva Light Cure.

Também foi observado no presente estudo, aumento nos valores de microdureza de superfície para o Riva Light Cure nas concentrações de 2% e 1% e manutenção dos valores para o Vitremer. Provavelmente este achado se deva a melhor polimerização e maior quantidade de partículas de carga presentes no Vitremer (Spajic et al. 2019). Resultados semelhantes foram encontrados por Duque et al. (2017), que as propriedades mecânicas dos CIVS não foram afetadas negativamente pela adição de CHX.

Dentro das limitações do presente estudo foi possível verificar a incorporação da CHX em CIVMR são dependentes da composição do material, tempo de armazenamento e

concentração do agente antimicrobiano. Mais estudos são fundamentais para assegurar os resultados encontrados.

## **CONCLUSÃO**

A adição de CHX não prejudicou as propriedades de microdureza de superfície dos CIVMR estudados. O Vitremer apresentou comportamento superior para a maioria das concentrações em comparação com o Riva Light Cure. A microscopia eletrônica de varredura mostrou que o tempo de imersão causou mais alterações na superfície que a adição de CHX.



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALMEIDA, et al. Avaliação de rugosidade, dureza e superfície dos cimentos de ionômero de vidro após diferentes sistemas de acabamento e polimento. **Rev Odontol UNESP**, v. 46, n. 6, p. 330-335, 2017.

BARBOUR, M. E. et al. Synthesis, characterization, and efficacy of antimicrobial chlorhexidine hexametaphosphate nanoparticles for applications in biomedical materials and consumer products. **International Journal Nanomedicine**, v. 8, p. 3507-3519, 2013.

BELLIS, C. A. et al. Glass ionomer cements with milled, dry chlorhexidine hexametaphosphate filler particles to provide long-term antimicrobial properties with recharge capacity. **Dental Materials**, v. 34, p. 1717-1726, 2018.

BRESCHI, L. et al. Chlorhexidine stabilizes the adhesive interface: a 2-year in vitro study. **Dental Materials**, v. 26, n. 4, p.320-325, 2010.

BROMBATTI, M. K. L. et al. Comparação *in vitro* da sorção e da solubilidade de quatro materiais restauradores provisórios em endodontia. **Rev Odontol Bras Central**, v. 27, n.80, p. 30-34, 2018.

CARRILHO, M. R. et al. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. **Journal of Dental Research**, v. 86, n.1, p. 90-94, 2007.

CASTILHO, A. R. et al. Mechanical and biological characterization of resin-modified glass-ionomer cement containing doxycycline hyclate. **Archives of Oral Biology**, v. 57, n. 2, p. 131-138, 2012.

CASTILHO, A. R. et al. In vitro and in vivo investigation of the biological and mechanical behaviour of resin-modified glass-ionomer cement containing chlorhexidine. **Journal of Dentistry**, v. 41, n. 2, p. 155-163, 2013.

CHAFFEE, B. W.; CHENG, A. Global Research Trends on Early-Life Feeding Practices and Early Childhood Caries: A Systematic Review. **Journal of Oral Diseases**, p. 1-8, 2014.

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, n. 5, p. 541-550, 2017.

FARRET, M. M. et al. Can we add chlorhexidine into glass ionomer cements for band cementation? **Angle Orthodontist**, v. 81, n. 3, p. 496-502, 2011.

FERREIRA, G. L. S. et al. Atividade antiaderente de cimentos de ionômero de vidro puros e associados á clorexidina 2% e á schinus terebinthifolius. **Revista Odontológica do Brasil Central**, v. 21, n. 56, p. 415-420, 2012.

FOOK, A. C. B. M.; et al. Materiais odontológicos: Cimentos de ionômero de vidro. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 3, n. 1, p. 40-45, 2008.

GULCE, S.; ERTUGRUL, F. Biocompatibility of glass ionomer cements with and without chlorhexidine. **European Journal Dentistry**, v. 7, n. 1, p. 89-93, 2013.

HOSZEK, A.; ERICSON, D. In vitro fluoride release and the antibacterial effect of glass ionomers containing chlorhexidine gluconate. **Operative Dentistry**, v. 33, p. 696–701, 2008.

KORKMAZ, F. M.; et al. Antibacterial activity, surface roughness, flexural strength, and solubility of conventional luting cements containing chlorhexidine diacetate/cetrimide mixtures. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 110, n. 2, p. 107-15, 2013.

MARTI, L. M. et al. Addition of chlorhexidine gluconate to a glass ionomer cement: a study on mechanical, physical and antibacterial properties. **Brazilian Dental Journal**, v. 25, n. 1, p. 33–37, 2014.

MATHEW, S. M. et al. Evaluation of the microleakage of chlorhexidine modified glass ionomer cement: an *in vivo* study. **International Journal of Clinical Pediatric Dentistry**, v. 6, n. 1, p. 7–11, 2013.

MATHUR, S. et al. Chlorhexidine: The gold standard in chemical plaque control. **National Journal of Physiology, Pharmacy and Pharmacology**, v. 1, n. 2, p. 45–50, 2011.

MOBERG, M. et al. Physical property investigation of contemporary glass ionomer and resin-modified glass ionomer restorative materials. **Clinical Oral Investigations**, v. 23, p. 1295-1308, 2019.

MOHAMMADI, Z. Chlorhexidine gluconate, its properties and applications in endodontics. **Iranian Endodontic Journal**, v. 2, n. 4, p. 113-125, 2008.

SEKHAR, A. et al. Effect of various dentin disinfection protocols on the bond strength of resin modified glass ionomer restorative material. **Journal Clinical and Experimental Dentistry**, v. 9, n. 7, p. 837-841, 2017.

SHANMUGAAVEL, A. K. et al. Effect of one percent chlorhexidine addition on the antibacterial activity and mechanical properties of sealants: an *in vitro* study. **Int J Clin Pediatr Dent**, v. 8, p. 196-201, 2015.

SIDHU, S. K. Glass-ionomer cement restorative materials: a sticky subject? **Australian Dental Association**, v. 56, n. 1, p. 23-30, 2011.

SIDHU, S. K, NICHOLSON, J. W. A review of glass-ionomer cements for clinical dentistry. **Journal of Functional Biomaterials**, v. 7, n. 3, p.1-15, 2016.

SILVA, M. E. R. et al. Incorporation of chlorhexidine and nano-sized sodium trimetaphosphate into a glass-ionomer cement: Effect on mechanical and microbiological properties and inhibition of enamel demineralization. **Journal of Dentistry**, v. 84, p. 81-88, 2019.

SPAJIC, J. et al. Effects of Curing Modes on the Microhardness of Resin-Modified Glass Ionomer Cements. **Acta Stomatologica Croatica**, v. 53, n. 1, p. 37-46, 2019.

STANISLAWCZUK, R. et al. Effects of chlorhexidine-containing adhesives on the durability of resin-dentine interfaces. **Journal of Dentistry**, v. 42, n. 1, p. 39-47, 2014.

TERADA, R. S. et al. In vitro fluoride release from glass-ionomercements and other materials. **Revista de Odontologia da Universidade de São Paulo**, v. 12, n. 1, p. 81-89, 1998.

YADIKI, J. V. et al. Comparative Evaluation of the Antimicrobial Properties of Glass Ionomer Cements with and without Chlorhexidine Gluconate. **International Journal of Clinical Pediatric Dentistry**, v. 9, n. 2, p. 99-103, 2016.

WIEGAND, A., BUCHALLA, W., ATTINA, T. Review on fluoride-releasing restorative materials Fluoride release and uptake characteristics, antibacterial activity and influence on caries formation. **Dental materials**, v. 23, n. 3, p. 343-62, 2007.