

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

ADRIANA SILVA DE CARVALHO /
Cirurgiã Dentista

AVALIAÇÃO DA LIBERAÇÃO DE FLÚOR DE /
MATERIAIS RESTAURADORES EM FUNÇÃO DOS
MEIOS DE IMERSÃO

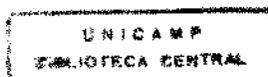
*Este exemplar foi devidamente
conferido conforme resolução
CC PG / 036 / 83
Piracicaba, 22 de junho de 1995*

Jaime
Dr. Jaime A. Cury
Prof. Titular de Bioquímica
FOP/UNICAMP

Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba da
Universidade Estadual de Campi-
nas para obtenção do título de
Mestre em Ciências: Área Mate-
riais Dentários.

PIRACICABA - SP

1995



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

ADRIANA SILVA DE CARVALHO
Cirurgiã Dentista

**AVALIAÇÃO DA LIBERAÇÃO DE FLÚOR DE
MATERIAIS RESTAURADORES EM FUNÇÃO DOS
MEIOS DE IMERSÃO**

Orientador: Prof. Dr. JAIME A. CURY

**Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba da
Universidade Estadual de Campi-
nas para obtenção do título de
Mestre em Ciências: Área Mate-
riais Dentários.**

PIRACICABA - SP

1995

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA
FOP - UNICAMP

Carvalho, Adriana Silva de
C253a Avaliação da liberação de flúor de materiais dentários res-
tauradores em função dos meios de imersão / Adriana Silva de
Carvalho. - Piracicaba, SP : [s.n.], 1995.
101 f. ; il.

Orientador : Jaime Aparecido Cury
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Flúor - Metodologia. 2. Materiais Dentários. I. Cury, Jaime
Aparecido. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
Odontologia de Piracicaba. III. Título.

19. CDD 546.731
617.695

Índices para Catálogo Sistemático:

1. Flúor - Metodologia 546.731
2. Materiais Dentários 617.695

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

PROVA DE: MESTRADO

CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

ÁREA DE: MATERIAIS DENTÁRIOS

CANDIDATO: ADRIANA SILVA DE CARVALHO

EXAMINADOR: Prof^o Dr^o JAIME APARECIDO CURY *Jaydy*

Maria Fidele
Prof^o Dr^o MARIA FIDELA DE LIMA NAVARRO

Mário Fernando
Prof^o Dr^o MÁRIO FERNANDO DE GOES

COMISSÃO POR DECISÃO UNÂNIME ATRIBUI A MENÇÃO

" DISTINÇÃO E LOUVOR "

Piracicaba, 20 de Junho de 1995.

Agradeço a Deus por me permitir mais uma vitória nesta vida, e fazendo-me compreender que os obstáculos devem ser enfrentados sempre com coragem e amor, a fim de que as nossas realizações sejam valorizadas corretamente.

Dedico

Aos meus pais, Tarcísio e Marília,
companheiros de todas as horas, que
me permitiram explorar o meu próprio
caminho, sobre bases sólidas e com
os mais nobres princípios deles
recebidos;

Aos meus irmãos Alexandre, Andréa,
Luís Gustavo e José Flávio pela
constante confiança e apoio;

Ao meu namorado Celso, cujo amor,
dedicação, compreensão e incentivo
foram indispensáveis;

Com Amor.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Prof. Dr. Jaime Aparecido Cury, professor Titular do Departamento de Ciências Fisiológicas - Área de Bioquímica da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela orientação e dedicação durante a realização deste trabalho, e pelo apoio e incentivo à minha formação científica, meu reconhecimento e gratidão.

Ao Prof. Dr. Mário Fernando de Góes, professor Livre Docente do Departamento de Odontologia Restauradora - Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP , pelo constante estímulo e ajuda em minha carreira acadêmica e pela participação marcante em minha formação.

Ao Prof. Dr. Simonides Consani, professor Titular do Departamento de Odontologia Restauradora - Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP , pela inestimável colaboração e apoio durante o curso de Pós - Graduação.

AGRADECIMENTOS

Aos Profs. Drs. José Ranali. Diretor, e Oslei Paes de Almeida, Diretor Associado da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pelo apoio e incentivo à pesquisa.

Aos Profs. Drs. Luiz Antônio Ruhnke, Wolney Luiz Stolf e Lourenço Correr Sobrinho, da Disciplina de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pelos conhecimentos transmitidos durante minha formação.

Aos funcionários da Disciplina de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP Selma A. Barbosa Segalla e Marcos Blanco Cangiani, pela agradável convivência e pela valiosa e prestativa ajuda oferecida no transcorrer do curso.

Ao ex-funcionário da Disciplina de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP Adário Cangiani pela colaboração na produção dos diapositivos.

Aos funcionários do Laboratório de Bioquímica Oral, FOP-UNICAMP, Waldomiro Vieira Filho e Mariza de Jesus Carlos Soares pelo indispensável auxílio laboratorial, paciência e disponibilidade com que sempre me atenderam.

Aos funcionários do CPD da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, Marcos Antônio Romano e Emílio Carlos Salles pela ajuda na confecção das figuras no computador.

À Sra. Sueli Duarte de Oliveira Soliani, bibliotecária da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela orientação nas referências bibliográficas.

À Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (PIC-CAPES), pela concessão da bolsa de estudos.

Às empresas DFL, 3M, Dentsply e Vivadent pelo fornecimento dos materiais.

Ao Angelo Celso Lopes da Cunha Júnior pela excelente digitação deste trabalho.

À Sra. Rosana Parente pela contribuição na elaboração da análise estatística.

Aos colegas de Pós - Graduação (mestrado e doutorado) pela amizade, emoções e conhecimentos trocados durante o curso.

Aos meus amigos com quem convivi durante o curso de Pós - Graduação, em particular, pela amizade e apoio que recebi.

E a todos que, direta ou indiretamente, participaram do meu desenvolvimento.

"Uma das glórias do trabalho científico é que qualquer teoria, mesmo quando firmemente estabelecida, está sempre sendo testada para saber se continua válida universalmente".

Isaac Asimov

ÍNDICE

ÍNDICE

1. Introdução.....	01
2. Revisão Bibliográfica.....	06
3. Proposição.....	35
4. Materiais e Método.....	37
4.1. Materiais.....	38
4.2. Meios de Imersão.....	40
4.3. Método.....	40
4.3.1. Obtenção dos corpos de prova.....	40
4.3.2. Tratamento das Amostras em diferentes soluções.....	43
4.3.3. Determinação da Concentração de Flúor.....	44
4.3.4. Análise Estatística.....	45
5. Resultados.....	46
6. Discussão.....	68
7. Conclusão.....	79
8. Resumo.....	81
9. Summary.....	83
10. Referências Bibliográficas.....	85
11. Apêndice.....	93

INTRODUÇÃO

1. INTRODUÇÃO

A mera presença de materiais restauradores e peças protéticas na cavidade oral altera o ambiente, aumentando o risco de um processo de doença³⁶. Existem vários motivos para substituição de restaurações, mas o principal é o aparecimento de cáries secundárias ao redor delas, por ação do binômio placa-açúcar na cavidade oral^{1,4}. A longevidade das restaurações, por sua vez, depende de uma série de fatores que inclui os cuidados do paciente, habilidade do profissional e características inerentes ao material restaurador. Uma propriedade importante que pode aumentar a longevidade da restauração, por diminuir ou eliminar as cáries recorrentes, é a liberação de flúor do material restaurador em pequenas concentrações, dispersando este íon na interface dente/restauração^{3,42}, tendo como base que a habilidade do flúor em prevenir cáries está bem estabelecida¹⁰, como tem sido demonstrado na fluoretação da água, aplicações tópicas, bochechos e dentifrícios fluoretados¹.

Os materiais restauradores que liberam flúor estão disponíveis na Odontologia por mais de cem anos⁴². Um clássico material liberador de flúor, portanto com propriedades anticariogênicas, é o cimento de silicato^{1,41,49}, introduzido na Odontologia em 1871, e largamente utilizado em restaurações de dentes anteriores⁴² antes do aparecimento das resinas compostas²¹. Seu pó é preparado com um fundente cerâmico de fluoreto de sódio, para diminuir a temperatura de fusão dos demais componentes^{21,26,42}. Porém o efeito de inibição de cáries do flúor só foi notado muitos anos após o cimento de silicato ter se tornado um material restaurador comumente utilizado²⁶, e tem sido bem estabelecido a partir de experiências clínicas por mais de 50 anos de estudo^{20,36}.

A partir de estudos realizados com os cimentos de silicato, tentou-se obter propriedades anticariogênicas com outros materiais restauradores através da adição de compostos fluoretados⁴⁵. Mas a disponibilidade do flúor em outros materiais, como amálgama, verniz, cimento silicofosfato e cimento de fosfato de zinco^{1,3,13,42}, é por tempo limitado⁴⁰, e a principal necessidade de liberação de flúor é após alguns anos²⁰. Além disso, a adição de compostos de fluoreto, em concentrações suficientes para atuar

como agente anticariogênico efetivo, pode interferir nas propriedades físicas do material^{35,36}.

Por isso, desde os anos 70 tem-se notado um aumento de interesse dos pesquisadores no que diz respeito a materiais dentários com propósitos preventivos³⁶. No início da década de 70 surgiu um novo material, o cimento de Ionômero de Vidro, desenvolvido por WILSON & KENT⁵² a partir do pó do cimento de silicato e líquido do cimento de poliacarboxilato de zinco⁴². Esse material apresenta propriedades desejáveis como a liberação de flúor, adesividade ao dente e biocompatibilidade^{26,33}. A atividade anticariogênica apresentada pelo material por liberar flúor, e este ser incorporado à estrutura dentária adjacente^{1,14,17,40}, confere ao dente maior resistência à cárie⁵¹, reduzindo sua solubilidade em meio ácido em 52%⁴², prevenindo, assim, sua desmineralização^{1,17,37}, tendo comportamento semelhante ao do cimento de silicato. Esta eficácia depende da quantidade e longevidade da liberação de flúor^{19,23}. Esta liberação se dá durante um período indefinido⁴⁰, apresentando-se em alta concentração nos primeiros dias, uma queda brusca em seguida e um decréscimo mais suave com o passar do tempo, até atingir um nível quase constante, ocorrendo também o recarregamento e rearmazenamento de flúor no material, se este permanecer em ambiente com alta concentração de flúor. Em acréscimo, a liberação de flúor dos cimentos ionoméricos e a adesão do material à estrutura dentária promove um excelente selamento marginal e um espaço mínimo entre dente/restauração, reduzindo a micro infiltração ao seu redor³⁷.

Mas esse cimento também apresenta desvantagens no que diz respeito aos valores de suas propriedades físicas⁷, por exemplo: altos valores de solubilidade e erosão¹⁸, principalmente em condições ácidas¹⁶ como ocorre freqüentemente no meio bucal, pois o cimento ionomérico é muito sensível à umidade, principalmente durante sua reação de geleificação, pois a maturação do cimento se dá após as primeiras 24 horas³⁸. Durante os últimos 15 anos, pesquisadores têm estudado algumas modificações nesse cimento para otimizar suas propriedades, melhorando sua formulação química (pó e líquido) e características de manipulação²⁶. Em alterações mais recentes, pesquisadores estudaram a adição de monômeros ao cimento ionomérico, melhorando suas

propriedades físicas e mantendo o material estético, denominado cimento de Ionômero de Vidro Modificado por Resina. Para isso, monômeros como o HEMA foram incorporados ao cimento de Ionômero de Vidro com seus sistemas de polimerização química ou física por luz visível^{24,38}. Para que a liberação de flúor ocorra nesses materiais híbridos, é necessária a difusão de água no interior do cimento, para sua ionização e liberação. A estabilidade estrutural do cimento é preservada devido ao seu baixo índice de solubilidade do agente fluoretado e pequena perda de volume³⁶.

Mc Lean et al.³⁰ sugeriram que estes cimentos ionoméricos fossem classificados como cimentos de ionômero de vidro modificados por resina, tais materiais devem conter uma significativa porcentagem de reação tipo ácido-base em sua formulação como parte de seu processo de geleificação. Alguns materiais contêm os componentes essenciais dos cimentos ionoméricos, mas em níveis insuficientes para promover a reação de geleificação tipo ácido-base na ausência de luz, setes materiais devem ser denominados resinas compostas modificadas por poliácidos.

Em acréscimo, durante as três últimas décadas, têm-se desenvolvido resinas experimentais fluoretadas^{3,42,43}, de onde o flúor pode ser liberado²¹ em pequenas concentrações, dispersando-se na interface dente/restauração, e, conseqüentemente, causando uma direta inibição de microrganismos cariogênicos, enriquecendo com flúor a estrutura dentária adjacente e limitando ou reduzindo cáries secundárias^{3,40,46,48} em aproximadamente 25 a 50%¹².

Por outro lado, a avaliação da liberação de íons flúor de materiais restauradores, na maioria dos estudos, tem sido realizada em água destilada^{6,14,23,32,36}, a qual não simula a composição inorgânica, força iônica, grau de saturação, interações na superfície e pH do meio bucal^{14,23}, fundamentais no equilíbrio de reações e, portanto, diretamente implicados com a velocidade de dissolução da parte inorgânica dos materiais. Poucos trabalhos avaliam a liberação de íons fluoreto de materiais quando imersos em saliva natural ou artificial⁶. Essa condição simula o meio bucal¹⁴, mas tem pouca relação a respeito de como e quando o flúor age para controlar ou inibir o desenvolvimento de lesões cariosas²³. Pois o flúor importante é aquele

presente no meio durante as ciclagens de pH, quando ocorrem os fenômenos de desmineralização e remineralização, inibindo o primeiro e potencializando o segundo, mantendo um equilíbrio de mineral das estruturas dentárias⁸. Assim, os estudos de liberação de flúor de materiais para comprovar seu potencial cariostático devem levar em consideração essa condição⁹.

Além do mais, ocorre uma inversão das propriedades dos materiais em trabalhos realizados em água e saliva artificial, pois, enquanto em água um material libera mais flúor que o outro, em saliva artificial o mesmo material libera menos flúor, além das diferenças numéricas apresentadas por estes trabalhos^{14,21,22,32}. O estudo da liberação de flúor, utilizando condições que simulam a situação *in vivo*, daria uma idéia mais real das condições intra orais que a simples suspensão estática dos materiais em meios aquosos^{9,32}. Assim, seria desejável encontrar um método de avaliação desta liberação que simulasse melhor a situação clínica²⁰.

Desse modo, julgamos válido analisar quantitativa e comparativamente a liberação de flúor de cimentos ionoméricos, tanto o convencional como os fotopolimerizáveis, e de resina composta em função do tempo de imersão nos convencionais meios de armazenamento, água desionizada e saliva artificial, e em condições simulando o processo de cárie através de ciclagens de pH (soluções desmineralizante e remineralizante).

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

De acordo com a bibliografia consultada, parece-nos de relevante importância as citações seguintes:

O flúor liberado de cimento de silicato e resinas acrílica e composta foi determinado por FORSTEN & PAUNIO²², em 1972. Amostras (2x2x12 mm) de cada material foram confeccionadas e após 24 horas imersas em soluções quase neutra (pH=6,8) e ácida (pH=5,8) com tampão fosfato, junto com 100 mg de hidroxiapatita sintética. Foi determinada a quantidade de flúor, proveniente das amostras, incorporado na hidroxiapatita. Observou-se inicialmente maior incorporação de flúor do cimento de silicato que das resinas, provavelmente pelo fato do flúor liberado inicialmente estar localizado na superfície do material que é mais firmemente fixado à matriz da resina que do silicato. A liberação de flúor é provavelmente devido à solubilidade dos compostos contendo fluoretos e da difusão do íon flúor através do material. Isso explica a pequena liberação de flúor de resinas compostas quase insolúveis. Foi observada também maior liberação de flúor do silicato em meio ácido, comparando com solução quase neutra, pois a dissolução do silicato aumenta com o decréscimo de pH.

Em 1972, WILSON & KENT⁵² desenvolveram um novo cimento, baseado na reação que ocorre entre vidros de íons lixiviáveis e uma solução aquosa de ácido poliacrílico. Este cimento, denominado ionômero de vidro, teria certas vantagens, se comparado ao cimento de silicato, por apresentar maior resistência à tração e menor solubilidade em ácidos fracos.

Em 1974, LEGRAND et al.²⁷ estudaram o conteúdo de flúor e sua liberação de materiais dentários para cimentação e restauração. Os materiais estudados foram os utilizados para restaurações estéticas Achatit, Syntrex, TD 71, Addent, Concise e Adaptic; para cimentação, Kryptex, OIS Adhesive, De Trey's Zink Cement e SS White; e para base e forramento Durelon, Dropsine, Kalsogen. O flúor do pó ou pasta de cada material foi determinado por fusão alcalina e destilação. Corpos de prova (2 cm³) dos materiais foram confeccionados e imersos em soro fisiológico. A concentração de flúor liberado

na solução foi medida 2, 4, 6 e 15 horas e 2, 10, 50 e 100 dias após 24 horas do início do experimento. A liberação de flúor foi muito rápida nas primeiras horas de incubação e decresceu progressivamente, tendendo a zero depois de cerca de dois dias, exceto para os materiais Kryptex e Dropsine com adição de flúor (2% NaF). Considerando a natureza química dos materiais, os autores verificaram uma concentração de flúor muito maior no pó do cimento de silicato que na resina composta. Em vista da alta concentração de flúor dos cimentos de silicato e outros materiais restauradores, essa pequena liberação de flúor é suficiente para explicar o decréscimo da solubilidade do esmalte e a possível ação na placa dental, portanto a baixa incidência de cáries recorrentes.

FORSTEN¹⁸, em 1977, comparou a liberação de flúor do cimento de Ionômero de Vidro ASPA com o cimento de Silicato Biocap. As amostras (2x2x12 mm) foram imersas em solução com hidroxiapatita por 7 semanas. Essa solução foi trocada semanalmente, onde o flúor liberado era verificado. Todas as amostras apresentaram maior liberação de flúor na primeira e segunda semanas (Ionômero de Vidro: 0,320 e 0,270 µg F/mg e cimento de Silicato: 0,280 e 0,220 µg F/mg, respectivamente), os valores da liberação de flúor decresceram bruscamente na terceira semana (Ionômero de Vidro: 0,120 µg F/mg e cimento de Silicato: 0,075 µg F/mg) atingindo um nível quase constante até o término do experimento. O cimento de Ionômero de Vidro liberou mais flúor que o cimento de Silicato. Essa diferença foi estatisticamente significativa durante a terceira, quarta e quinta semanas. Isso deve ter ocorrido pela maior concentração de flúor no pó do cimento ionomérico que do cimento de Silicato, apesar deste último ser mais solúvel. Os autores afirmaram que esta é a justificativa de se esperar um efeito cariostático do cimento de Ionômero de Vidro.

MALDONADO et al.³¹, em 1978, estudaram algumas propriedades do cimento de Ionômero de Vidro ASPA, comparando-o com o cimento de silicato M.Q. ou cimento de poliacrilato Durelon. Os autores verificaram liberação de flúor em água destilada por 21 dias com trocas diárias da solução, o efeito na solubilidade do esmalte, adesão ao esmalte e habilidade em selar cavidades,. Com os dois materiais, Ionômero de Vidro e Silicato, a liberação de flúor foi significativamente maior durante os primeiros dias,

diminuindo com o tempo até permanecer em um nível quase constante. Durante os 21 dias, o cimento de silicato liberou 710 $\mu\text{g F}$ e o cimento de Ionômero de Vidro 1800 $\mu\text{g F}$, o que indica seu efeito inibitório de cáries secundárias. O cimento de Ionômero de Vidro reduziu 52% a solubilidade do esmalte adjacente, enquanto o cimento de silicato reduziu 39%. Os autores comentaram que o total de flúor liberado do cimento depende também da proporção pó/líquido, quanto mais líquido, mais flúor é liberado, pois aumenta a solubilidade do cimento. O cimento de Ionômero de Vidro adere tanto ao esmalte quanto à dentina. Como o cimento de policarboxilato, esta adesão é superior ao esmalte. Os autores verificaram que o cimento de Ionômero de Vidro apresentou um eficiente selamento em cavidades classe III e V, como foi testado.

Em 1980, SWARTZ et al.⁴¹ realizaram um estudo, determinando a quantidade de flúor liberada em água e incorporada em esmalte de molares humanos hígidos, através de biópsias, antes e após restaurações com cimento de silicato, com e sem flúor, sílico-fosfato e ionômero de vidro. Após a confecção das restaurações, os dentes foram armazenados em água a 37°C por períodos de 1, 6 e 12 meses, com troca diária da água nos primeiros 14 dias e, após isso, troca semanal. As biópsias realizadas após as restaurações mostraram quantidades de flúor significativamente maiores que nas biópsias pré-restaurações, quando os dentes foram restaurados com os cimentos contendo flúor o que não ocorreu para os dentes restaurados com cimento de silicato sem flúor. As alterações nas porcentagens de flúor dos dentes restaurados com cimento de sílico fosfato e ionômero de vidro foram similares às do cimento de silicato: nos períodos de 1 e 6 meses os autores observaram um aumento da incorporação de flúor no esmalte, porém aos 12 meses a quantidade de flúor nas amostras foi bem menor que nos outros intervalos de tempo. A quantidade de flúor liberada na água onde os dentes foram armazenados foi determinada nas soluções dos primeiros 14 dias, e os autores observaram que era semelhante a concentração de flúor para os 3 materiais que continham flúor. Esta era alta durante os primeiros dias, depois diminuía, atingido um nível quase constante, e os autores ainda relatam que é reconhecido que este estudo *in vitro* não simula a situação *in vivo*.

Em 1981, TVEIT & GJERDET⁴⁹ determinaram a liberação de flúor de amálgama contendo flúor, cimento de ionômero de vidro e cimento de silicato em saliva artificial. Para isso, eles confeccionaram 5 corpos de prova cilíndricos de cada material, que foram armazenados por uma hora a 37°C e 100% de umidade relativa, depois receberam polimento e foram armazenados por 7 semanas em saliva artificial. A concentração de flúor liberada nesta solução foi medida por espectrofotometria. A liberação de flúor do cimento de silicato é cerca de cinco vezes maior que a do cimento de ionômero de vidro, que novamente mostra uma liberação deste íon quatro vezes maior quando comparado com amálgama que contém flúor. Os autores citam que esta liberação de flúor confere ao material uma atividade cariostática, e que este flúor presente no microespaço dente/restauração pode ser uma medida profilática direta contra o desenvolvimento de lesão de cárie nas paredes da cavidade.

Para conhecer melhor os fatores que afetam a liberação de flúor, em 1982, CRANFIELD et al.⁶ estudaram quatro diferentes cimentos de ionômero de vidro, comparando-os com cimento de silicato. Os autores confeccionaram corpos de prova cilíndricos (20 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura) e após uma hora da confecção colocaram-nos individualmente em água desionizada, que era trocada diariamente até o quarto dia, a cada três dias até o décimo dia, a cada quatro dias até o décimo quarto dia e, então, semanalmente até a décima terceira semana. Houve uma variação da relação pó:líquido (2:1 e 3:1), de espessura das amostras (1, 3, 5 e 10 mm) e de pH da solução (pH 9, 7 e 4) para alguns testes. A concentração de íon flúor foi medida em cada solução adicionando quantidades iguais de tampão TISAB II e utilizando um eletrodo específico para flúor. Os autores citam que trabalhos anteriores de liberação de flúor tiveram seus resultados diferindo entre si, provavelmente pela diferente metodologia utilizada, frequência de troca da solução que imerge a amostra, bem como seu volume. A maior quantidade de flúor foi liberada nos primeiros dias de experimento, decrescendo esses valores até atingir um patamar quase constante. Nas últimas semanas observou-se que existe maior liberação de flúor nas amostras mais espessas e nas soluções mais ácidas, que há uma relação linear entre o volume da amostra e o flúor liberado

e que o total de flúor liberado do cimento depende da proporção pó/líquido, quanto mais líquido, mais flúor é liberado, pois aumenta a solubilidade do cimento; eles notaram também que a agitação das soluções tanto a 29°C como 5°C não acelera a liberação de flúor. Há dois processos de difusão do flúor para sua liberação: o 1º é mais longo, indo o íon flúor do corpo do cimento para a superfície, e o 2º, mais rápido, é a troca iônica do flúor da superfície do cimento para a solução externa. Os autores concluíram que os fatores mais evidentes que afetam a liberação de flúor são: proporção de troca de água que imerge as amostras, tamanho das amostras e a concentração de flúor na solução.

DERKSON et al.¹⁰, em 1982, determinaram a liberação de flúor de cimento sílico fosfato com adição de flúor, cimento de ionômero de vidro e cimento sílico-fosfato convencional. Eles confeccionaram corpos de prova cilíndricos (10 mm de diâmetro e 6 mm de altura) que foram imergidos em água desionizada e soro fisiológico por 7 semanas; estas soluções eram trocadas diariamente nos primeiros dias e semanalmente até o final. A concentração de flúor liberada era medida usando eletrodo específico para flúor. Os autores ainda analisaram a porcentagem de flúor liberada pelo método de fusão alcalina: eles fundiam o cimento triturado com hidróxido de cálcio, dissolviam-no com água destilada e neutralizavam com ácido clorídrico, analisavam depois a porcentagem de flúor liberada. Eles observaram uma intensa liberação de flúor (mais da metade) nos primeiros dias, diminuindo essa quantidade até atingir um patamar quase constante para todas as situações. Para todos os materiais, a liberação de flúor em água foi superior que em soro fisiológico. E em todas as situações, o cimento sílico-fosfato com adição de flúor liberou mais flúor que o cimento de ionômero de vidro e este, mais que o cimento de sílico-fosfato convencional. Os autores concluíram que a adição de flúor a um cimento que já contenha flúor faz com que este libere quantidade de flúor significativamente maior *in vitro*.

A prevenção de cáries, adaptação do material, homogeneidade e microinfiltração de uma resina e selante experimentais que liberam flúor foram estudadas *in vitro* por TURPIN-MAIR et al.⁴⁸ em 1982. Para o teste de micro infiltração, eles utilizaram 14 molares humanos extraídos, nos quais

fizeram uma pequena cavidade oclusal, que foi resturada com a resina experimental ou resina Concise (controle) e o restante da oclusal era selado com o selante experimental ou selante Concise (controle). Esses dentes foram divididos em dois grupos. O primeiro grupo foi submetido a ciclagens térmicas com corante por 36 horas e o segundo grupo permaneceu a 37°C por 3 meses, as amostras em seguida foram seccionadas e observadas no microscópio para verificar a micro infiltração. Para os testes de prevenção de cárie, adaptação do material e homogeneidade, os autores utilizaram caninos humanos, com duas restaurações na face vestibular, uma feita com a resina contendo flúor e a outra com a resina Concise. Esses dentes permaneceram 3 semanas imersos em um gel acidulado, depois foram seccionados e examinados. Os autores observaram: 1- que a profundidade da lesão cáriosa ao redor da restauração com resina contendo flúor era menos da metade que a encontrada ao redor da resina Concise; 2- que a homogeneidade da resina experimental era muito superior quando comparada com a da Concise; 3- um melhor resultado de micro infiltração da resina e selante experimentais nos dentes submetidos a ciclagens térmicas, mas não houve diferença estatisticamente significativa para aqueles mantidos a 37°C comparando os dois tipos de resina e selante; 4- que não houve diferença significativa entre a adaptação das resinas. Os autores concluíram que a resina e o selante que contêm flúor apresentaram propriedades mais desejadas quando comparados com a resina e selante Concise.

Em 1984, MERYON & SMITH³² compararam o flúor liberado de 3 marcas comerciais de cimento de ionômero de vidro e um cimento de poliacrilato com flúor; para isso eles utilizaram uma modificação no método de modelo de um sistema de cavidade, que consistia em simular uma restauração utilizando uma placa de Petri, um filtro milipore permeável, em alguns casos raspas de dentina e água destilada em contato com o material geleificado. Esse conjunto era mantido a 37° C por 1, 2, 4, 7 e 14 dias. O flúor da solução era medido com eletrodo específico, bem como a quantidade de flúor do cimento geleificado utilizado. Os autores encontraram maior quantidade de flúor liberado nos casos onde não se utilizaram raspas de dentina, pois estas dificultam sua difusão, protegendo o tecido pulpar. Não foi

encontrada uma correlação entre concentração de flúor no pó do cimento e liberação de flúor. Os autores acreditam que a liberação de flúor envolve vários fatores, como solubilidade e retenção do flúor do cimento, proporção pó/líquido (quanto mais líquido, mais flúor é liberado, pois aumenta a solubilidade do cimento), composição do material. O material que liberou mais flúor foi o cimento de Ionômero de Vidro Chem-Fil, seguido pelo ASPA e por último com valores semelhantes o cimento de Ionômero de Vidro Chem Bond e o cimento Policarboxilato Poly-F Plus (em 2 proporções pó : líquido - 5:1 e 10:1).

Em 1984, PHILLIPS³⁵ relatou que o pó do cimento ionomérico convencional é um vidro de silicato de alumínio, preparado com fundentes a base de fluoretos, e o líquido é uma solução aquosa (cerca de 50% em peso) de ácido poliacrílico, ou é um copolímero de ácidos acrílico e itacônico. Quando o pó e o líquido são unidos para formar uma pasta, o vidro é atacado pelo ácido, sendo liberados íons Al^{+++} , Ca^{++} , Na^{+} , bem como de flúor, provavelmente como complexos. Formam-se polissais de cálcio e de alumínio, que constituem cadeias cruzadas de poliânions. Os sais hidratam-se para formar uma matriz de gel, e a partícula vítrea que não reagiu é coberta pelo gel de sílica, que se desenvolve pela remoção de cátions da superfície das partículas. Por liberar flúor o cimento ionomérico apresenta propriedades anticariogênicas. Pesquisou-se a adição de compostos de fluoreto em outros materiais, mas em concentrações suficientes para atuar como agente anticariogênico efetivo, poderia interferir nas propriedades físicas do material

Em 1984, SWARTZ et al.⁴⁰ realizaram um estudo sobre a liberação de flúor de 6 marcas comerciais de cimento ionomérico, comparando-as com cimento de silicato, sílico-fosfato e policarboxilato contendo flúor. Seis corpos de prova cilíndricos (10 mm de diâmetro e 2,25 mm de altura) de cada material foram confeccionados, armazenados por 1 hora a 37°C e imersos em água destilada. Essa solução era trocada e depois analisada sua concentração de flúor. No primeiro mês essa solução foi trocada diariamente, a partir do segundo mês esta troca era feita no vigésimo quinto dia de cada mês e mais 5 dias de trocas diárias até completar o mês, durante 11 meses. A quantidade de flúor liberado foi verificada com auxílio de eletrodo específico, adicionando-se tampão TISAB. A liberação de flúor dos cimentos ionoméricos

foi similar tanto em padrão quanto em quantidade, ao cimento de silicato por um longo período de tempo, indicando semelhança também nas propriedades anticariogênicas.

WILSON et al.⁵¹, em 1985 avaliaram a liberação de flúor, Sódio e Óxido de Silício do cimento de Ionômero de Vidro Chembond durante 598 dias. Para isso eles confeccionaram corpos de prova cilíndricos (6 mm de diâmetro e 12 mm de altura) e em forma de disco (20 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura), que foram imersos em água destilada e mantidos a 37° C. A água foi trocada periodicamente durante o estudo. A troca de água foi feita aos 15, 45, 105, 225 minutos, 24, 48 e 72 horas do início da espatulação dos cimentos e intervalos semanais até a conclusão do estudo. O flúor liberado foi determinado através de eletrodo específico e o Sódio e Óxido de Silício por espectrometria de plasma. Observaram que no início do experimento a quantidade de íons liberada era muito superior que no final, mas que ainda estavam sendo liberados em quantidades mensuráveis.

FEATHERSTONE et al.¹⁵, em 1986, utilizaram resultados de experimentos *in vivo* para desenvolver um modelo de ciclagens de desmineralização e remineralização *in vitro* e utilizaram este modelo para avaliar o efeito do flúor no aumento da remineralização. Para estudar o efeito de dentifrício fluoretado associado a bochechos de fluoreto de sódio a 0,05% ou aplicações tópicas de flúor fosfato acidulado, pacientes com extrações indicadas por razões ortodônticas submeteram-se a um mês de tratamento, e após esse período, a desmineralização foi avaliada, por medidas de microdureza, nos dentes extraídos. O dentifrício fluoretado permitiu perda mineral de apenas 5 a 15% em volume. Esse dentifrício, associado a bochechos com fluoreto de sódio, promoveu completa proteção contra desmineralização. Esses resultados foram reproduzidos em um modelo de ciclagens de desmineralização e remineralização *in vitro*, incluindo tratamentos diários com produtos contendo flúor. A adição de flúor (0,03 a 0,5 mg/l) à saliva artificial aumentou significativamente a remineralização, sendo esse efeito dependente da concentração de flúor. Estes estudos confirmam o conceito da importância de aplicações frequentes de produtos de concentração de flúor relativamente

baixa para diminuição de cáries, mesmo em situações de altos desafios cariogênicos.

Em 1986, THORNTON et al.⁴⁷ avaliaram a liberação de flúor e resistência à tração dos cimentos ionoméricos Ketac Fil e Ketac Silver de esmalte e dentina. Para determinação da liberação de flúor, as amostras em forma de disco (20 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura) dos materiais foram imersas em água destilada, que era trocada diariamente por 14 dias. A concentração de flúor liberado na água era medida em eletrodo específico. Para verificação da resistência à tração, amostras dos materiais aderidos a dentes foram submetidos à carga de uma máquina Instron. Os autores observaram uma grande liberação de flúor dos materiais durante os primeiros dias. Após um dia o material Ketac-Fil liberou 0,40 $\mu\text{g F/mm}^2$ e o Ketac Silver 0,13 $\mu\text{g F/mm}^2$. Diferença estatística de liberação de flúor foi encontrada até o sétimo dia. O nível de liberação de flúor dos materiais decresceu e atingiu uma constante. Isso mostra que o cimento de Ionômero de Vidro apresenta propriedades anticariogênicas. A resistência à tração do cimento Ketac Silver à dentina foi significativamente menor que do Ketac Fil ao esmalte e dentina, mas não foi significativamente diferente da resistência à tração do cimento Ketac Silver ao esmalte.

ARENDS & RUBEN³, em 1988, determinaram a liberação de flúor da resina composta Heliomolar durante 4 semanas, comparando-a com a resina composta P-30 (sem flúor) e o cimento ionomérico Ketac Bond. Para isso, os autores deixaram as amostras em forma de disco (30 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura) submersas em água ou solução saturada de fosfato de cálcio (pH=5,0). Essas soluções eram trocadas semanalmente ou permaneciam constantes até a quarta semana. O flúor liberado nessas soluções foi determinado através de eletrodo específico para íon flúor. Os autores observaram que a resina Heliomolar libera pequenas quantidades de flúor, no mínimo, por um mês. A quantidade de fluoreto liberada foi semelhante em água e em solução com pH=5,0. O cimento de Ionômero de Vidro liberou mais flúor que as resinas. A liberação de pequenas quantidades de flúor e propriedades mecânicas da resina composta Heliomolar permanecem constante por vários anos, indicando que o flúor é liberado em pequenas quantidades através de

difusão e não por dissolução do material, pois o grau de solubilidade deste material é muito baixo; já, a liberação de flúor dos cimentos ionoméricos se dá por dissolução do material nos primeiros dias e por troca iônica. Os autores concluem que a resina composta com flúor inibe os microrganismos cariogênicos e aumenta a resistência à solubilidade do esmalte e dentina em meio ácido, reduzindo ou limitando o aparecimento de cáries secundárias.

Em 1988, o Conselho de Materiais Dentários da A.D.A.¹ fez um relato sobre materiais restauradores que contêm flúor. Foi relatado que a causa mais comum de falhas de quase todos os materiais restauradores é o aparecimento de cáries secundárias. Se o material apresentasse propriedades anticariogênicas, minimizaria o potencial de cáries na interface dente-restauração. O método mais óbvio para se conseguir isso é a incorporação de fluoretos na estrutura do material, pois a habilidade do flúor na prevenção de cáries já é bem estabelecida. O cimento de silicato é um material tradicional que contém flúor (cerca de 12 a 15% do pó). O cimento de Ionômero de Vidro apresenta a mesma propriedade anticariogênica. Seu pó é composto de cerca de 22% de flúor, por isso o esmalte em contato com o cimento ionomérico apresenta um aumento de seu conteúdo de flúor e redução em sua solubilidade ao ácido, quando comparado com o ocorrido após o contato com o cimento de silicato. O flúor também foi adicionado ao amálgama dental, verniz cavitário, cimento fosfato de zinco e resinas. O mecanismo básico de ação do flúor é sua reação com a estrutura dentária adjacente, quando é liberado dos materiais, diminuindo a solubilidade do esmalte em ácido. Parece que a liberação de flúor dos cimentos de Silicato e Ionômero de Vidro persiste por toda a vida útil da restauração, oferecendo uma proteção contínua contra a cárie.

Em 1988, COOLEY et al.⁵ estudaram a liberação de flúor e estabilidade de cor da resina composta Fluor Ever, que é indicada para restaurações anteriores e posteriores. As amostras em forma de disco (15 mm de diâmetro e 1 mm de altura) foram imersas em água destilada, e foi verificado o flúor liberado nesta solução e a alteração colorimétrica das amostras. Essa solução foi trocada diariamente até o sétimo dia, semanalmente até a oitava semana e mensalmente até o sexto mês, término do experimento. Os autores observaram um decréscimo considerável da quantidade de flúor liberada nos

primeiros dias, principalmente nas primeiras 48 horas. A liberação de flúor foi observada até o término do experimento, exibindo um leve decréscimo. Essa troca diária da solução de imersão das amostras simularia as condições bucais, onde existe um escoamento contínuo da saliva sobre as restaurações, que resultaria em um rápido decréscimo na liberação de flúor. Foi observado um aumento na luminosidade e no amarelamento das amostras durante o período testado.

MUZYNSKI et al.³³, em 1988, avaliaram a liberação de flúor de 4 marcas comerciais de cimento de Ionômero de Vidro Tipo I. Eles simularam a cimentação de uma restauração indireta metálica com os cimentos de Ionômero de Vidro Biocem, Everbond, Fiji Type I e Ketac-cem. O conjunto foi imerso em saliva artificial, que era trocada periodicamente (4, 8, 24, 48, 120, 148 e 170 horas) e mantida a 37° C. A concentração de flúor da solução era medida com eletrodo específico. Os autores observaram quantidade maior de flúor liberado pelos materiais Everbond e Fiji Type I, quando comparados com os outros, pois estes apresentavam uma proporção pó:líquido menor. Confirmaram estudos anteriores que mostram uma maior quantidade de flúor liberado durante as primeiras horas, diminuindo depois a uma taxa relativamente constante.

Para estudar o efeito do flúor de materiais dentários na desmineralização do esmalte, STANNARD & VIAZIS³⁹, em 1988, investigaram o processo de desintegração dos materiais sob condições de formação de cárie em contato com esmalte e determinaram a medida de liberação de flúor desses materiais. Eles utilizaram cimentos com flúor (Tylok-policarboxilato; Ketac-Silver - Ionômero de Vidro CERMET; Ketac Fil - Ionômero de Vidro Tipo II; HyBond - Policarboxilato) comparando-os com cimentos livres de flúor (Zinc cement - fosfato de zinco e Brilliant - resina composta). Foi verificada a proteção dada aos dentes por esses materiais e sua resistência à desmineralização, quando colocados em meio ácido (pH 3,0) por 21 dias; foi feito teste de solubilidade dos materiais em meio ácido; e a liberação de flúor foi determinada diariamente em água e solução ácida (pH 3,0) por 7 dias através de eletrodo específico. Os resultados indicaram que a liberação de flúor pode reduzir a solubilidade do esmalte e dissolução do material. A liberação de flúor foi superior para o cimento de Ionômero de Vidro

Tipo II e foi observada uma alta taxa de liberação de flúor para todos os materiais nos primeiros dias, que diminuiu com o tempo, até atingir um nível quase constante. Os autores observaram comportamento semelhante dos materiais quando comparada a liberação de flúor em água e solução ácida, ainda que esta última apresentasse resultados mais elevados.

SWIFT⁴², em 1988, fez um relato sobre os materiais restauradores que continham flúor. O primeiro material desenvolvido com flúor foi o cimento de Silicato (1871), que era usado para restauração de dentes anteriores e preparado em um fluxo de fluoretos, o que foi responsável pelo decréscimo de cáries recorrentes, reduzindo a solubilidade do esmalte. A liberação de flúor do material começava em altas concentrações e rapidamente diminuía, atingindo com o tempo um nível constante. O cimento de Ionômero de Vidro foi desenvolvido no início dos anos 70, utilizando o pó do cimento de silicato, portanto este também contém flúor em sua composição. Apesar do cimento de Ionômero de Vidro ser menos solúvel que o cimento de silicato na cavidade oral, ele libera mais flúor, provavelmente por ter em sua composição maior quantidade deste. O cimento de Ionômero de Vidro reduz em 52% a solubilidade do esmalte e o cimento de silicato, 39%. O íon flúor também foi adicionado ao cimento de fosfato de zinco (1957), cimento de óxido de zinco e eugenol e cimento de silicofosfato, em forma de fluoretos. Durante os anos 60 houve a tentativa de adicionar flúor ao amálgama a fim de melhorar sua capacidade cariostática, mas diminuiu sua resistência à compressão e à tração. A liberação de flúor de amálgama se restringe às primeiras semanas após sua inserção. A adição de flúor em resinas experimentais tem sido mencionada na literatura por muitos anos. O sal de fluoreto está ligado covalentemente dentro das cadeias poliméricas; e por suas propriedades, o suprimento de flúor da resina para o meio oral não se dá por dissolução do material e sim pelo mecanismo de troca iônica. A cárie recorrente é a principal causa de falhas de restaurações, por essa razão clínicos e pesquisadores estão em busca do desenvolvimento e aumento do uso de cimentos ionoméricos e outros materiais que contêm flúor, que atuam indicando uma progressão vagarosa de cáries e remineralização de certas áreas.

A difusão do íon flúor de cimentos ionoméricos foi estudada por TAY & BRADEN⁴⁴ em 1988. Amostras retangulares (3,0x2,0x0,2 cm) foram confeccionadas dos seguintes cimentos ionoméricos: ASPA, ChemFil, AquaCem, Fuji I, Fuji II, Ketac Cem e do cimento de silicato MQ, usado como controle. Essas amostras foram imersas em água, que foi trocada 8 vezes no primeiro dia, diariamente até o quarto dia, semanalmente até a oitava semana e mensalmente até o trigésimo mês. Para aumentar a força iônica e liberar qualquer íon flúor ligado a outros íons, como Al^{3+} , as soluções foram tratadas com tampão TISAB II (1:1), para posterior determinação de sua concentração de flúor utilizando eletrodo específico. Os autores concluíram que os cimentos ionoméricos liberam flúor por um longo período de tempo, e que, possivelmente, existem dois processos de liberação. O primeiro é uma rápida liberação do flúor da superfície do material e o outro é mais vagaroso, ocorrendo a difusão do flúor do corpo do cimento. Um coeficiente de difusão estimado indica que valores na ordem de aproximadamente $4 \times 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{s}$ podem ser esperados.

Em 1988, TEMIN & CSUROS⁴⁵ estudaram a liberação de flúor de resina composta, por 4 anos. Os autores confeccionaram amostras da resina Vitacap (contém 11,2 mgF/g), e de uma resina experimental (22,6 mgF/g), metade com proteção superficial com agente de união sem flúor, e a outra metade sem. As amostras em forma de disco (20 mm de diâmetro e 1,75 mm de altura) foram imersas em água e o flúor liberado foi determinado nos dias 8, 30, 72, 115, 246, 410 e 1551, quando ocorreram as trocas das soluções. Os autores observaram que no início do experimento houve uma grande liberação de flúor, que diminuiu com o tempo, atingindo um valor baixo e constante após 246 dias. Para a remineralização de lesões de cárie incipiente, é sabido que a presença de baixa concentração de flúor constante é mais benéfico que aplicações periódicas de alta concentração de flúor; portanto o padrão de liberação de flúor da resina estudada é altamente desejável. As amostras com proteção superficial também apresentaram o mesmo padrão de liberação de flúor, mas valores numericamente inferiores. Os resultados também mostraram que a dureza da resina não foi afetada pela exposição à água por longo período de tempo ou perda de flúor.

Em 1989, LYNCH & TAY²⁸ se propuseram a estudar a liberação de flúor de cimentos ionoméricos fotopolimerizados. Foram confeccionadas amostras (3,0 x 2,0 x 0,2 cm) de 4 Ionômeros de Vidro Fotopolimerizáveis, uma resina fotopolimerizável para forramento, um cimento ionomérico convencional para base, dois cimentos ionoméricos com óxido de zinco e um cimento ionomérico com partículas de prata. Essas amostras foram imersas em 20 ml de água destilada a 37°C, a qual foi trocada em intervalos pré-determinados. Foi determinado com eletrodo específico o flúor liberado nas soluções. Todos os materiais testados apresentaram diferentes níveis cumulativos de flúor liberado, 8,4 a 270 ppm nos 5 dias testados. Os cimentos ionoméricos fotopolimerizáveis apresentaram valores altos de liberação de flúor, enquanto a resina fotopolimerizável apresentou o menor valor. Os resultados apresentados pelos dois cimentos de Ionômero de Vidro com óxido de zinco foram diferentes entre si. Os autores concluíram que alguns cimentos de Ionômero de Vidro fotopolimerizáveis apresentam a liberação de flúor inicial comparável à dos cimentos convencionais.

A liberação de flúor de 2 marcas comerciais de resina composta foi estudada por SWIFT⁴³, em 1989, comparando-a com a liberação de flúor de um cimento de Ionômero de Vidro. Para isso ele imergiu corpos de prova em forma de disco (10 mm de diâmetro e 2,5 mm de altura) dos materiais (resinas: Flúor Ever e Heliomolar Radiopaque; Cimento de Ionômero de Vidro: Ketac Fill) individualmente em água desionizada, que era trocada diariamente durante 2 semanas. Foi medido o flúor liberado na água em eletrodo específico. O padrão de liberação de flúor foi similar para os 3 materiais; a concentração de flúor liberada foi maior nas primeiras 24 horas, houve um brusco declínio no segundo dia, que gradualmente diminuiu a um nível quase constante, mas ele observou que o material que liberou maior quantidade de flúor foi o cimento de Ionômero de Vidro Ketac Fill, seguido da resina composta Flúor Ever e por último, com diferença marcante, a resina composta Heliomolar, que deve ter uma atividade de inibição de cárie muito pequena ou quase nenhuma. Entretanto ele afirma que, para inibir cárie, é necessária baixa concentração de flúor constante no meio bucal.

ARENDS & CHRISTOFFERSEN², em 1990, discutiram sobre o desempenho do flúor fracamente ligado em cáries dentais ou prevenção destas. Esse flúor fracamente ligado é o flúor adsorvido aos cristais do esmalte. Vários estudos recentes indicam que uma alta concentração de flúor no esmalte não garante a proteção contra cáries, pois a maior parte do flúor presente no esmalte em fase sólida não é ativo na prevenção. O flúor ativo na prevenção é aquele na fase líquida que é adsorvido ao esmalte, atingindo um equilíbrio dinâmico. Quando o cristal do esmalte é completamente coberto pelo flúor adsorvido, ocorre a máxima inibição da dissolução. A taxa de dissolução do mineral depende do pH, da concentração de cálcio e fosfato no líquido em contato com os cristais, e da fração da superfície coberta por flúor adsorvido. O fluoreto de cálcio pode ser formado sobre ou no interior do esmalte. Dependendo das condições, esse fluoreto de cálcio formado *in vivo* não é puro, pois é altamente contaminado por fosfato, proteínas e outros componentes, e é uma fonte de liberação de flúor. Quando este é dissolvido, estes íons são parcialmente adsorvidos ao esmalte. O nível de flúor (adsorvido) necessário para uma potente inibição da desmineralização do esmalte *in vitro* corresponde à concentração de flúor na fase líquida entre os cristais de 1 ppm. Essa concentração *in vivo* parece ser substancialmente maior. Os autores ainda relatam que baixas concentrações de flúor, porém freqüentes, são muito mais benéficas na prevenção da cárie que poucos tratamentos com soluções de alta concentração de flúor.

Em 1990, ARENDS et al.⁴ investigaram a efetividade do flúor liberado da resina composta Heliomolar - Ro (Vivadent Inc.) na redução de cáries secundárias em um modelo de estudo *in vitro*. Para isso eles utilizaram 17 terceiros molares recém-extraídos de humanos, que foram submetidos a um desgaste nas superfícies linguais com broca diamantada (315 µm de espessura e cerca de 3 mm de profundidade) sob refrigeração a água. A cavidade foi restaurada com a resina composta Heliomolar - Ro, seguindo as instruções do fabricante. Após a polimerização, as amostras foram polidas com discos para polimento de resina sob refrigeração a água. O experimento foi repetido utilizando-se um polimetil metacrilato que não liberasse flúor, que serviria para controle externo. Após a confecção das amostras, essas foram imersas

individualmente em 50 ml de um gel acidulado (6% carboximetil celulose + ácido láctico - sódio lactato 0,1 M, pH 5) por 3 semanas. Após essa formação de cárie artificial, as amostras foram lavadas em água corrente e delas foram seccionadas 3 a 5 camadas transversais de aproximadamente 90 µm de espessura para a determinação da profundidade da lesão (µm) e perda de mineral (% volume) através da técnica da microrradiografia. A análise das microrradiografias foi feita em locais previamente estipulados (o mais próximo possível da restauração, bem como a 4 mm dela). Em todas as amostras estudadas a microrradiografia mostrou que, após formação de cárie artificial, houve menor desmineralização na área perto da restauração que liberava flúor, quando comparada com a área a 4 mm da restauração; e os autores concluíram que a resina composta Heliomolar - Ro reduziu a profundidade de lesão em cerca de 35% e a perda de mineral cerca de 25% quando comparado com controle.

HÖRSTED-BINDSLEV & LARSEN²³, em 1990, determinaram a liberação de flúor de cimentos ionoméricos convencionais e reforçados com prata. Os materiais utilizados foram Fuji Ionomer Type II, G-C Fuji II, Chelon Silver, Ketac Silver e Fuji II + Lumialloy (miracle mix); e a liberação de flúor foi determinada em água destilada nos períodos 15, 30 e 45 minutos, 24 horas e 100 dias após espatulação. Essa liberação de flúor foi determinada com eletrodo específico; e foi achado que a concentração de flúor ao redor dos corpos de prova variou entre 2-3 ppm após 15 minutos e 3-5 ppm após 45 minutos, e a liberação máxima de 15 a 21 ppm foi obtida em 24 horas. Entretanto a liberação de flúor diminuiu com o tempo para todos os cimentos, resultando em uma quantidade total de flúor após 100 dias de 2-12 mgF/ml de Ionômero de Vidro. Os autores admitem que a determinação da liberação de flúor de cimentos ionoméricos em água desionizada não representa o que realmente acontece no ambiente oral, e que nem mesmo a saliva artificial é ideal para isso, pois assim não há o efeito da película e placa, que podem agir como uma barreira de difusão.

Para estudar a prevenção da desmineralização de esmalte adjacente a restaurações de cimentos ionoméricos, FORSS & SEPPÄ¹⁷, em 1990, determinaram a liberação de flúor, incorporação de flúor no esmalte e

microdureza superficial deste, em dentes restaurados com cimentos ionoméricos Ketac-Fill, Fuji II F, Ketac Silver e Resina Composta Silar (controle). Os dentes utilizados no estudo foram restaurados com os materiais, armazenados em solução salina por 24 horas para a maturação do material, receberam polimento e então foram submetidos a uma ciclagem de desmineralização durante 9 dias, ou seja, os dentes eram submersos em solução de saliva artificial, trocada diariamente e uma vez ao dia eles eram imersos por 30 minutos em solução desmineralizante. O flúor liberado foi medido na saliva artificial nos dias 1, 3, 5 e 9 com eletrodo específico, o flúor incorporado no esmalte foi determinado através de biópsias e a microdureza, utilizando aparelho específico com carga de 200 g. O pico de liberação de flúor foi observado nos primeiros dias, diminuindo até atingir um patamar quase constante a partir do 5º dia. Os autores relatam que o padrão de liberação de flúor em água e saliva artificial foi semelhante, diferindo na quantidade. Parte do flúor liberado foi incorporado ao esmalte, o que levou a uma maior resistência à penetração no esmalte, observado pelo teste de microdureza. Estes resultados sugeriram que os cimentos ionoméricos restauradores ajudam a prevenir a desmineralização do esmalte adjacente.

FORSTEN²⁰, em 1990, avaliou a liberação de flúor de cimentos ionoméricos, amálgama e resina composta com flúor. Amostras cilíndricas (10,7 mm de diâmetro e 2,8 mm de altura) foram confeccionadas dos seguintes materiais: ASPA, Fuji II, Fuji III, ChemFil II, Ketac Fil, Ketac Silver, Miracle Mix, Fuji II + Sybralloy, Fluor Alloy e Heliomolar RO, protegidas com vaselina e após a geleificação inicial foram armazenadas em água por 24 horas, quando receberam polimento e então foram deixadas em água corrente por 2 anos. Durante este período, a liberação de flúor das amostras foi medida periodicamente após armazená-la em água (pH 6,1) por 24 horas ou 1 semana; e após 8 meses as amostras foram armazenadas por uma semana em pH 5,0, após uma semana de armazenamento em pH 6,1. A liberação de flúor dos cimentos ionoméricos é alta nos períodos iniciais, diminuindo com o tempo, até atingir um nível constante; essa liberação aumentava quando o pH diminuía. O autor relata que uma taxa baixa de liberação de flúor é suficiente para inibir cáries secundárias. A liberação de flúor dos cimentos ionoméricos é

bem maior que a do amálgama e resina composta; essa liberação varia muito entre os materiais nos tempos iniciais, para os cimentos ionoméricos. Essa diferença diminuiu com o tempo, a taxa de liberação de flúor da resina é mínima, apesar de ser um pouco mais elevada que a do amálgama. O autor admite que este experimento não simula corretamente a situação clínica.

Em 1990, LAMBERT²⁶ fez um relato sobre cimentos de Ionômero de Vidro, que foi introduzido no mercado em 1972. Sua grande vantagem é que reunia em um só material duas características desejáveis: a liberação de flúor (proveniente do pó do cimento de silicato) e adesividade à estrutura dentária (proveniente do líquido do cimento de poliacrilato de zinco). A reação de geleificação do cimento ionomérico atinge seu grau de maturação após 24 horas da espatulação, com a formação de poliacrilato de alumínio. O íon flúor é um componente do material que é liberado da partícula do pó junto com íons Cálcio e Alumínio quando atacados por íons Hidrogênio do poliácido, o flúor forma um sal poliacrilato de flúor alumínio como parte de sua reação de geleificação. Os íons flúor fracamente ligados na matriz são liberados continuamente, e são responsáveis pelas propriedades anticariogênicas do material, persistindo por toda sua vida útil. Os cimentos de Ionômero de Vidro são classificados em vários tipos, conforme sua indicação: cimento ionomérico para forramento ou base, cimento ionomérico para cimentação e cimento ionomérico restaurador.

EL MALLAKH & SARKAR¹⁴, em 1990, compararam a liberação de flúor de cimentos de Ionômero de Vidro em água desionizada e saliva artificial por 60 dias. A maioria dos estudos anteriores verificou essa liberação de flúor em água desionizada, o que não representa a complexidade química do meio bucal. Os autores utilizaram os seguintes cimentos ionoméricos: Ketac-Fill, Ketac Silver, Fuji Type II e Miracle Mix. Corpos de prova dos materiais em forma de disco (2 cm de diâmetro e 0,1 cm de altura) foram imersos em saliva artificial e água desionizada individualmente. As soluções foram trocadas diariamente no primeiro mês e a cada 2 dias no segundo e o flúor liberado foi medido utilizando-se eletrodo específico. Os autores observaram maior liberação de flúor em água que em saliva artificial, pois a última apresenta pH mais elevado, vários cátions na solução e é um meio que deixa o cimento de

Ionômero de Vidro menos solúvel; os cimentos de Ionômero de Vidro Convencionais liberam mais flúor que aqueles reforçados com prata; comparando tanto o flúor total liberado quanto o flúor diário notou-se uma inversão de comportamento dos cimentos ionoméricos, diferença na quantidade e padrão da liberação de flúor em saliva artificial e água desionizada, enquanto o material Ketac Fil liberou 22% mais flúor que o Fuji II em saliva artificial, este último liberou 40% mais flúor que o Ketac Fil em água desionizada. Os autores concluem que a liberação de flúor estudada em água desionizada não representa sua liberação real no ambiente bucal.

Em 1990, SMITH³⁸ publicou um relato sobre composição e características dos cimentos de Ionômero de Vidro. Esse cimento foi desenvolvido no início dos anos 70, juntando em um mesmo material as propriedades de resistência, rigidez e liberação de flúor do cimento de silicato com as características de biocompatibilidade e adesividade ao dente do cimento de poliacrilato de zinco. Desde então, pesquisadores vêm modificando os componentes do pó ou líquido do cimento, em uma tentativa de se obter melhores propriedades. Foi observada uma grande sensibilidade dos cimentos ionoméricos à água. Por essa razão, foram adicionados polímeros ao pó do Ionômero de Vidro e monômeros, como o HEMA (hidroxiethyl metacrilato), foram incorporados em sistemas de polimerização química e/ou física (por luz) desses cimentos. Esses materiais apresentam um mecanismo de presa dual, envolvendo uma reação química tipo ácido-base do poliácido com o vidro e uma reação física de polimerização da resina por luz visível. A estrutura desse cimento reforçado com polímero apresenta-se como uma interpenetração da cadeia polimérica na matriz do Ionômero de Vidro, diminuindo seu tempo de presa e solubilidade e aumentando os valores de suas propriedades físicas.

Em 1990, TEN CATE⁴⁶ pesquisou na literatura os efeitos do flúor sobre des/remineralização *in vitro*. Ele encontrou na literatura muitos trabalhos que descrevem a importância de um meio fluoretado na des e remineralização do esmalte dental. A presença de flúor constante e em baixa concentração é efetiva para promover uma deposição do esmalte (remineralização) e inibição da dissolução de minerais (desmineralização). Isso provavelmente ocorre devido à precipitação concomitante de mineral rico em flúor que inibe futuras

dissoluções. Este processo fundamental resulta em uma inibição da desmineralização do esmalte e um aumento da remineralização da lesão de esmalte. O autor afirma que para o estudo de padrões e efeitos de substâncias que previnem a cárie, como o flúor, a metodologia de ciclagens de pH (des/remineralização) é o método laboratorial que melhor simula as oscilações de pH que ocorrem na cavidade oral.

Para estudar a liberação e aquisição de flúor dos cimentos ionoméricos, em 1991 FORSTEN¹⁹ determinou a liberação de flúor de amostras de 7 a 15 meses de idade após tratamento com flúor; de amostras recém confeccionadas comparando-as com as maturadas e de amostras armazenadas por 29 meses em água corrente. Os materiais estudados foram os cimentos de Ionômero de Vidro Ketac Fill, Ketac Silver, Fuji Cap II, Chem Fill II, comparados com a resina composta Heliomolar RO. As amostras cilíndricas (6,7 mm de diâmetro e 2,7 mm de altura) testadas, que permaneceram sob água corrente, foram tratadas com solução fluoretada (50 ppm) após 7 e 15 meses do início da pesquisa, depois elas permaneceram novamente sob água corrente por 24 horas, e então o flúor liberado em água por uma semana de imersão foi medido. As amostras de Ionômero de Vidro tratadas com flúor liberaram mais flúor que as não tratadas (controle). Isto não ocorreu com as amostras de resina composta. O flúor liberado de amostras recém confeccionadas foi superior àquele de amostras que permaneceram sob água corrente por 29 meses e também foi comparado com aquele de amostras anteriores. A quantidade de flúor liberado pelas amostras de cimentos ionoméricos foi muito superior àquela das amostras da resina composta. Foi observado que, com o tempo, a liberação de flúor atinge um nível constante.

Para comparar a quantidade e padrão de flúor liberado de cimentos de Ionômero de Vidro, em 1991, De SCHEPPER et al.¹¹ utilizaram os seguintes materiais: Ketac Silver, Ketac Cem, Ketac Fil, Ketac Bond Applicap, GC dentin cement, Fuji I Ionomer, Fuji II Ionomer, GC lining cement, Miracle Mix, Old Fuji II Ionomer e Shofu lining cement. Amostras cilíndricas (2 mm de diâmetro e 3 mm de altura) foram confeccionadas e imediatamente colocadas em saliva artificial a 37° C. A solução foi trocada depois de 1, 4, 7, 14, 24, 56 e 84 dias, e então foi medida a concentração de flúor de cada solução. O padrão

de liberação de flúor foi o mesmo para todos os materiais, liberando uma quantidade relativamente alta de flúor (27% a 49% do total) nas primeiras 24 horas, seguido de um rápido declínio entre as primeiras 24 e 48 horas, pois o cimento de Ionômero de Vidro é mais solúvel durante a presa inicial que após a maturação com o tempo; entretanto a liberação de flúor não necessariamente corresponde à degradação clínica do material. Os autores sugerem que a diferença de liberação de flúor entre os materiais deve ser devido à diferença de composição. Eles ainda encontraram diferença dentro do mesmo material nos primeiros dias, e citam que a redução do tempo antes da exposição das amostras ao meio úmido causa um aumento da liberação de flúor de cimentos ionoméricos. Os autores observaram que a Mistura Milagrosa liberou a maior quantidade de flúor ($7,0 \mu\text{g F/mm}^2$) e o material Shofu lining liberou a menor ($0,23 \mu\text{g F/mm}^2$). E ainda relatam que a liberação de flúor pode ser determinada por vários fatores como solubilidade, conteúdo de flúor no material, porosidade, natureza do meio de imersão, entre outros.

HATIBOVIC-KOFMAN & KOCH²², em 1991, estudaram o flúor liberado de cimentos de Ionômero de Vidro *in vivo* e *in vitro*, utilizando os materiais Vitrebond, Ketac Fil e Chem Fil II. A primeira parte, o estudo *in vivo*, foi realizado medindo a liberação de flúor de restaurações um ano após a sua colocação. Os resultados dos materiais foram similares (0,2 a 0,3 ppm F) e de 5 a 6 vezes superiores que a medida feita antes das restaurações. A segunda parte, o estudo *in vitro*, foi realizado com a imersão de corpos de prova dos materiais em água destilada a $36,5 \pm 0,5^\circ\text{C}$, que foi trocada após 24 horas, semanalmente até a décima semana, diariamente na décima primeira semana, no início da décima segunda semana houve o recarregamento de flúor dos corpos de prova com dentifrício fluoretado e foram novamente imersos em água redestilada, trocada semanalmente até a décima sexta semana. O autor relata que quantidade maior de flúor é liberada de Fluoreto de Sódio (geralmente achado em cimentos ionoméricos) quando comparado com YbF_3 (comumente achado em resinas) e que esta liberação de flúor está relacionada com a porcentagem de flúor dos materiais, meio de imersão (acelera em condições ácidas e altas temperaturas) e que, geralmente, para cimentos ionoméricos o tempo de espatulação mais curto libera mais flúor. A quantidade de flúor

liberada foi alta nos períodos iniciais, decrescendo até chegar a um nível quase constante (10 ppm F) a partir da 4ª semana. Depois do recarregamento de flúor observaram um pico de liberação e comportamento semelhante ao anterior até o final do experimento para todos os materiais. Nos períodos de maior liberação de flúor houve uma superioridade nos resultados do cimento Vitrebond (37,211 ppm F) em relação aos outros (Ketac Fil: 18,9 a 19,1 ppm F; Chem Fill II: 14,0 a 15,1 ppm F), e os autores acham que deve ser devido à adição de partículas de resina composta em sua composição de cimento de Ionômero de Vidro.

Em 1991, HÖRSTED-BINDSLEV & LARSEN²⁴ determinaram a liberação de flúor de materiais para base fotopolimerizados (LCL8, Ionoseal, Cavalite, XR Ionomer, Vitrebond). A liberação de flúor dos materiais foi medida em 15, 30 e 45 minutos, 24 horas e 100 e 200 dias de imersão das amostras em água desionizada. O pico de liberação de flúor foi em torno de 24 horas, diminuindo esta taxa com o tempo, mas mantendo um nível de liberação quase constante até o final. A liberação de flúor de materiais de sistema pó-líquido (XR Ionomer e Vitrebond) foi significativamente maior que o terceiro material pó-líquido (LCL8) e materiais com componente único (Ionoscal e Cavalite). Os autores concluem que a presença de partículas de cimento de Ionômero de Vidro em materiais fotopolimerizados não é uma garantia da liberação de flúor em concentrações terapêuticas.

Em 1991, RAWLS³⁶ fez um relato dos sistemas de liberação de flúor e outros agentes terapêuticos de materiais odontológicos preventivos. Ele relata que a mera presença de restaurações ou próteses pode alterar o meio intra-oral e desencadear um processo de cárie. A solução seria usar materiais restauradores que tivessem agentes preventivos e terapêuticos, como o flúor, pois assim esse agente pode ser liberado diretamente ou perto do local da cárie, a dosagem sistêmica pode ser minimizada, enquanto o nível da terapêutica local é otimizado, o agente deve estar presente continuamente durante um longo período, a dosagem do agente pode ser mantida em um nível constante, o envolvimento direto de profissionais da saúde pode ser minimizado e a necessidade da submissão do paciente é eliminada ou reduzida. Ele diz ainda que o flúor de cimento de Ionômero de Vidro e Resina Composta é liberado

por dispersão, para isso a água deve se difundir no interior destes materiais, dissolver o agente fluoretado e este é difundido para o exterior. Entretanto, devido à forma concentrada deste agente e sua baixa solubilidade, a perda de volume é muito suave; conseqüentemente, a estabilidade estrutural é preservada.

Em 1992, CURY⁸ explicou o mecanismo de ação do flúor relatando que o flúor importante é aquele presente no meio durante as ciclagens de pH, quando ocorrem os fenômenos de desmineralização e remineralização, inibindo o primeiro e potencializando o segundo, mantendo um equilíbrio de mineral das estruturas dentárias; o que mostra a importância da presença constante de íons flúor na cavidade oral em pequenas concentrações (cerca de 0,05 ppm).

Em 1992, SERRA & CURY³⁷ avaliaram o efeito *in vitro* de restauração de cimento de ionômero de vidro em esmalte submetido ao modelo de desmineralização e remineralização. Os autores verificaram as diferenças na inibição e progressão de lesões de cárie ao redor dessas restaurações. Para induzir cáries secundárias experimentais ao redor das cavidades restauradas com cimento ionomérico ou resina composta, os autores utilizaram um modelo de ciclagens de desmineralização e remineralização¹⁵. A liberação de flúor dos cimentos ionoméricos e a adesão do material à estrutura dentária promove um excelente selamento marginal e um espaço mínimo entre dente/restauração, reduzindo a micro infiltração ao seu redor. Os resultados obtidos, através de análise da dureza, indicaram que o cimento ionomérico é um material restaurador com alto potencial preventivo e capacidade de reverter cáries em esmalte adjacente às restaurações, até mesmo em situações de alto desafio cariogênico.

McKNIGHT-HANES & WHITFORD²⁹, em 1992, relacionaram a liberação de flúor de cimentos ionoméricos com o tratamento superficial (com verniz, sem verniz e com verniz mais polimento) e a proporção pó:líquido. Eles utilizaram corpos de prova em forma de disco (1,0 cm de diâmetro e 2,5 mm de altura) dos cimentos Miracle Mix, Ketac Silver e Ketac Bond, imersos em saliva artificial por 3 semanas. Esses corpos de prova foram tratados superficialmente com verniz ou com verniz mais polimento e comparados com

o controle (sem verniz). A concentração de flúor liberada foi medida em 1 hora, 24 horas, 6 dias, 2 e 3 semanas. Outras amostras foram confeccionadas variando a taxa pó:líquido (1:2, 1:1 e 2:1) do material Miracle Mix. Os autores observaram que o material que mais liberou flúor foi o Miracle Mix, seguido do Ketac Bond e por último o Ketac Silver. Isto ocorreu porque muitos fatores (composição, proporção pó:líquido, manipulação) influenciam a taxa de liberação de flúor, inclusive diferenças na energia superficial dos materiais e sua porosidade. Para todos os materiais, essa taxa foi alta nos primeiros dias e decresceu rapidamente em função do tempo, atingindo depois um nível constante, para todas as situações. Para todos os materiais, as amostras sem o verniz liberaram mais flúor; o uso do verniz reduziu esta liberação em 61 a 76%; e o polimento sobre o verniz produziu um aumento na taxa de liberação de flúor só para o material Miracle Mix. Foi determinado que a taxa de liberação de flúor é inversamente proporcional à taxa pó:líquido usada.

Em 1993, CURY et al.⁹ avaliaram a liberação de flúor de selante em água, saliva e soluções desmineralizante e remineralizante. Amostras cilíndricas (área=188,5 mm²) foram imersas individualmente em 1,5 ml de água destilada e desmineralizada, ou saliva artificial (pH=7,0), ou ciclagens de pH em soluções desmineralizante (pH=4,3) e remineralizante (pH=7,0). As soluções foram trocadas diariamente (água e saliva a cada 24 h, nas ciclagens de pH as amostras permaneciam 6 h na Des- e 18 h na Re-), durante 14 dias. A concentração de flúor nas soluções foi determinada através do eletrodo específico Orion 96-09 e analisador de íons Orion EA 940. Os resultados mostraram liberação maior em Des-Re do que em água e saliva. Os autores concluíram que a liberação de flúor foi diferente nos meios estudados, sendo observadas concentrações cariostáticas significantes.

Em 1993, DIJKMAN et al.¹³ determinaram a liberação de flúor de resinas compostas fotoativadas *in vitro* por um ano e correlacionaram-na à desmineralização *in situ*. Eles utilizaram as resinas Helioprogress, Heliomolar-Ro, X (Resina Experimentalmente Fluoretada), Y (Resina Experimentalmente com alto conteúdo de flúor) comparando-as com a resina Helioser (sem flúor). As amostras cilíndricas (12,7 mm de diâmetro e 4,5 mm de altura) foram imersas em água desionizada a 37°C. Os autores também verificaram a perda

de mineral e profundidade de lesão *in situ* de dentes restaurados com essas resinas com acúmulo de placa por um mês. Todas as resinas testadas, exceto Helioprogress, liberaram grande quantidade de flúor no início, decrescendo esse valor gradualmente até perto do 100º dia, quando atinge um nível quase constante. A resina Y apresentou liberação de flúor muito elevada porque o íon flúor tem que ser extraído de regiões mais profundas do corpo do material. O sal YbF_3 (encontrado nas resinas Heliomolar e X) é quase insolúvel, sua solubilidade é uma ou duas vezes menor que a do flúor alumino silicato (encontrado na resina Y e cimentos ionoméricos). Comparando as resinas compostas com cimentos ionoméricos, os autores relataram que estes últimos liberam inicialmente cerca de 50 a 100 vezes mais flúor que a resina Heliomolar, mas após 8 semanas somente cerca de uma a três vezes, mas tanto os cimentos ionoméricos como as resinas fluoretadas não liberam flúor suficiente para inibir completamente cáries secundárias, mas ajudam em sua prevenção. Os autores observaram que, quanto maior a quantidade de flúor liberada, menor a desmineralização do esmalte.

Em 1993, FORSS¹⁶ verificou a liberação de flúor, sódio, sílica, cálcio, estrôncio e alumínio de cimentos de Ionômero de Vidro em condições neutra (água desionizada) e ácida (ácido láctico pH 4,0). Os materiais utilizados foram Baseline VLC (mistura viscosa), Baseline VLC (mistura fluida), Fuji LC, Vitrebond e XR Ionomer. As amostras cilíndricas (10 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura) foram armazenadas por 24 horas a 37°C e 100 % de umidade relativa antes de serem deixadas 16 dias em água e 16 dias em ácido, com trocas nos dias 1, 2, 3, 6, 9, 13, 16, e depois até o 122º dia em água com trocas nos dias 62, 92, 122. O flúor foi determinado através de eletrodo específico, e os outros elementos por métodos específicos para tal. A liberação de flúor foi maior em água que em ácido láctico, mas seguiu o mesmo padrão para todas as amostras, uma alta taxa inicial de liberação, diminuindo em seguida até atingir um nível quase constante. Isso sugere que os materiais fotopolimerizados são susceptíveis à erosão como os ionômeros convencionais.

Em 1993, VERBEECK et al.⁵⁰ estudaram a liberação de flúor de cimento de Ionômero de Vidro restauradores espatulados manualmente (Fuji II) e encapsulados (Fuji Cap II). Os corpos de prova dos materiais em forma de

disco (3 mm de diâmetro e 3 mm de altura) foram confeccionados e imersos em água destilada e desionizada a 37° C, sob agitação. Essa água foi trocada nos dias 1, 2, 3, 7 e 14, nessas soluções os autores mediram o flúor liberado. Para os dois cimentos os autores observaram uma alta taxa de flúor liberado no início e uma drástica queda tendendo à estabilização. O material Fuji Cap II liberou mais flúor (variando de 106 ppm F no 1º dia à 31,6 ppm F no 14º dia) que o material Fuji II (variando de 47 ppm F no 1º dia à 20,0 ppm F no 14º dia). Os autores observaram que no processo de liberação de flúor ocorrem duas reações: a primeira é uma erosão que ocorre rapidamente a curto prazo, cessando após certo tempo, e a segunda é através de troca iônica, mais vagarosa e prolongada. Eles concluem que o processo de mistura do cimento de Ionômero de Vidro influencia drasticamente em sua liberação de flúor, tanto a curto como a longo prazo.

Em 1994, CREANOR et al.⁷ estudaram as características de liberação e aquisição de flúor de cimentos de Ionômero de Vidro. Amostras em forma de disco (6,0 mm diâmetro e 1,5 mm de altura) foram preparadas dos materiais Ketac Fil, Chem Fil Superior, Fuji II LC, Aquacem e Vitrebond, seguindo as instruções dos fabricantes e submersas em água desionizada, que foi trocada a cada 6 horas no primeiro dia, diariamente até o décimo quinto dia, e a cada 3 ou 4 dias até o final do experimento. Foi quantificado em eletrodo específico o flúor liberado em cada solução. Para verificar a aquisição de flúor pelo cimento, as amostras após 60 dias de imersão em água desionizada foram tratadas diariamente com solução de 1000 ppm F por 2 minutos, e depois mantidas em água, onde foi medida a concentração de flúor. Todos os materiais liberaram quantidades mensuráveis de flúor durante o período testado, com alta taxa de liberação no primeiro dia (15,3 - 155,2 ppm F), que diminuiu bruscamente no segundo dia (taxa de 6,3 - 44,3 ppm F) atingindo um nível quase constante a partir do décimo dia (3,9 - 30,1 ppm F) e no sexagésimo dia os materiais continuaram a liberar flúor (0,9 - 3,99 ppm F). O material que liberou mais flúor foi o Vitrebond, seguido do Ketac Fil e Fuji II LC e por último Chemfil Superior e Aquacem. No teste de aquisição/liberação de flúor, os autores observaram que as amostras tratadas liberaram mais flúor iônico que

o controle em todas as leituras, indicando que o flúor pode ser readquirido e armazenado no cimento de Ionômero de Vidro para futura liberação.

Em 1994, DIJKMAN & ARENDS¹² estudaram a correlação de dados de liberação de flúor, durante um mês, de 5 resinas compostas *in vitro* e *in situ*, pois resinas fluoretadas têm mostrado reduzir em 25 a 50% as cáries secundárias. No experimento *in vitro* as amostras de resina foram armazenadas em 2 ml de água desionizada a 37° C, e a concentração de flúor foi determinada com auxílio de um eletrodo específico em vários tempos. *In situ*, a quantidade de desmineralização do esmalte perto das resinas foi verificada por microrradiografia após um mês. Os resultados mostraram que as resinas estudadas liberaram quantidades consideráveis de flúor em solução. A quantidade total de flúor liberado de 3 resinas foi proporcional ao logaritmo do tempo, enquanto uma resina apresentou ser proporcional ao tempo. Tanto a profundidade da lesão quanto a perda de mineral *in situ* são linearmente correlacionadas com o logaritmo da quantidade de flúor liberado *in vitro*. A extrapolação desses dados revelou que a liberação de flúor de aproximadamente 250 µg/cm² em um mês inibiria completamente a desmineralização do esmalte sob a placa. Como o efeito de inibição de cárie de resinas fluoretadas depende do logaritmo de flúor, cárie secundária é efetivamente reduzida por um longo período de liberação de baixa concentração de flúor.

Em 1994, McLEAN et al.³⁰ propuseram uma nomenclatura para os cimentos ionoméricos e materiais relacionados. Os autores sugeriram que os cimentos ionoméricos híbridos fossem classificados como cimentos de ionômero de vidro modificados por resina, tais materiais devem conter uma significativa porcentagem de reação tipo ácido-base em sua formulação como parte de seu processo de geleificação. Alguns materiais contêm os componentes essenciais dos cimentos ionoméricos, mas em níveis insuficientes para promover a reação de geleificação tipo ácido-base na ausência de luz, estes materiais devem ser denominados resinas compostas modificadas por poliácidos. Estes termos mostram que existe um espectro de materiais que se estende desde um verdadeiro cimento ionomérico convencional até a verdadeira resina composta, e entre eles os materiais que contêm diferentes

proporções de reações tipo ácido-base e de radicais livres de metacrilato em sua reação de presa.

PROPOSIÇÃO

3. PROPOSIÇÃO

Pela revisão da literatura podemos constatar a necessidade de avaliar comparativamente a liberação de flúor de materiais restauradores. Portanto propusemo-nos a avaliar quantitativa e comparativamente a liberação de flúor, nas variáveis:

1- Material: cimentos ionoméricos (convencional e modificado por resina) e resina composta (convencional e modificada por poliácidos);

2- Meio de imersão: meios convencionais de armazenamento, água desionizada e saliva artificial, e em condições simulando o processo de cárie através de ciclagens de pH (soluções desmineralizante e remineralizante);

3- Tempo: 15 dias.

MATERIAIS E MÉTODO

4. MATERIAIS E MÉTODO

4.1. MATERIAIS

Para a realização deste trabalho foram utilizados materiais restauradores (cimentos ionoméricos e resinas compostas) que liberam flúor com diferentes porcentagens das reações tipo ácido-base e de polimerização (Tabela I).

Tabela I - Cimentos Ionoméricos Convencional e Resinosos e Resina Composta utilizados no presente estudo:

MATERIAL	FABRICANTE	CODIFICAÇÃO PARA ANÁLISE
Chelon-Fil Lote nº (pó/líquido) 0031/0042	ESPE - Fab. Pharmazeutischer Präparate GMBH & Co., N., Seefeld Germany, DFL Ind. e Com.Ltda.	CHE
Vitremer Lote nº (pó/líquido) 312/322	3M - Dental Products Division, St. Paul, Minn., USA.	VIT
Variglass Lote nº (pó/líquido) 920602/587010	DeTrey Division, Dentsplay Ltda, Weybridge, UK.	VAR
Dytract Lote nº 9311627	DeTrey Division, Dentsplay Ltda, Weybridge, UK.	DYR
Tetric Lote nº 560385	Vivadent Schaan-Liechtenstein	TET

Para que houvesse um parâmetro para comparação, todos os materiais utilizados são restauradores, mas com diferentes porcentagens de resina em sua composição e diferentes sistemas de geleificação e/ou polimerização.

O material **CHE** é um cimento de Ionômero de Vidro de composição convencional, quimicamente ativado por uma reação ácido-base, onde o pó é composto por partículas de vidro silicato de alumínio e o líquido por solução aquosa de ácido maleico.

O material **VIT** é um cimento de Ionômero de Vidro de ativação tripla, ou seja, em sua reação de presa ocorre uma reação física que é a polimerização foto iniciada de radicais livres de metacrilato e duas reações químicas, uma reação ácido-base de geleificação do cimento ionomérico e uma reação de oxi-redução de polimerização de radicais livres de metacrilato. Seu pó é composto por partículas de vidro de silicato de alumínio e persulfato de potássio e ácido ascórbico microencapsulados, e o líquido por solução aquosa de ácido policarboxílico modificado com grupos metacrilatos suspensos, copolímeros, HEMA e foto iniciadores.

O **VAR** é um material utilizado para múltiplos propósitos, como restaurador, forramento, base e núcleo de preenchimento. Sua reação de presa é dual, ocorrendo uma reação química e uma física.

O **DYR** é um material restaurador composto por partículas de vidro flúor-silicato em uma matriz de monômeros ácidos fotopolimerizáveis.

O material **TET** é uma resina composta híbrida (com tamanho de partículas de 0,04 a 3 μm) polimerizada por luz visível, o monômero é composto por UDMA, Bis-GMA e TEGMA; contém partículas YbF_3 (cerca de 15,4% em peso) como carga radiopaca.

4.2.MEIOS DE IMERSÃO

Os meios de imersão utilizados com suas respectivas codificações foram os seguintes:

- I - Água destilada desmineralizada (H_2O);
- II - Solução de saliva artificial (S.A.), contendo somente componentes minerais, cálcio 1,5 mM, fosfato 0,9 mM, cloreto de potássio 150 mM e tampão Tris 20 mM em pH 7,0.
- III - Ciclagens de pH¹⁵: soluções desmineralizante (Des-) e remineralizante (Re-)(Des-Re), cuja composição é a seguinte:
 - Des-: cálcio 2,0 mM, fosfato 2,0 mM e tampão acetato 75 mM em pH 4,3;
 - Re-: mesma solução descrita acima como saliva artificial .

4.3.MÉTODO:

Foram estimados de acordo com análise estatística sendo utilizados 6 repetições de corpos de prova de cada material testado em cada meio de imersão, totalizando 90 corpos de prova (5 materiais, 3 meios de imersão).

4.3.1.OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

I - Confecção da matriz: para obtenção dos corpos de prova cilíndricos foi necessário confeccionar 90 matrizes de polietileno em forma circular, medindo 8,6 mm de diâmetro interno e 1,8 mm de altura, área de 1,65 cm²;

II - Posicionamento da matriz para receber os materiais restauradores: sobre uma placa de vidro foi colocada uma tira de poliéster e sobre esta, a matriz. Um pedaço de fio dental, isolado com cera nº 7 foi

posicionado com uma de suas extremidades no interior da matriz, para posterior manuseio do corpo de prova. Depois da inserção do material no interior da matriz, uma tira de poliéster, uma placa de vidro e um peso foram posicionados sobre os corpos de prova do material CHE e uma tira de poliéster e uma lamínula sobre os outros materiais;

III - Manipulação e inserção dos materiais: os materiais restauradores foram proporcionados, manipulados e polimerizados seguindo as recomendações dos fabricantes (Tabela II) em um ambiente laboratorial controlado, à temperatura de $23 \pm 1^\circ\text{C}$ e umidade relativa de $50 \pm 5\%$, seguindo especificação nº 7489 da ISO.

Tabela II: Proporcionamento e manipulação dos materiais restauradores estudados.

MATERIAL	PROPORÇÃO P/L (PESO)	TEMPO POLIMERIZAÇÃO	TEMPO ESPATULAÇÃO
CHE	0,1296/0,0381	-	60 s
VIT	0,1258/0,0447	40 s	45 s
VAR	0,2862/0,0333	40 s	30 s
DYR	-	40 s	-
TET	-	40 s	-

O peso do pó e do líquido de cada material foram padronizados em Balança Analítica Chyo, modelo JK - 180 com precisão de 0,0001 g.

Os materiais CHE, VIT e VAR foram inseridos na matriz com auxílio de uma seringa Centrix. Para inserção do material DYR foi utilizada a seringa própria fornecida pelo fabricante, e a inserção do material TET foi feita com o auxílio de espátulas próprias para inserção de resina.

Os corpos de prova do material CHE foram deixados sob carga durante dez minutos após sua espatulação. Para a polimerização dos materiais VIT, VAR, DYR e TET, foi utilizado o aparelho de luz visível Visilux II (3M), com intensidade de luz de 520 mW/cm^2 , expondo o corpo de prova por 40 segundos à ação da luz.

Após a remoção do corpo de prova e matriz do interior das tiras de poliéster foi feita a proteção das superfícies de cada amostra com duas camadas do verniz protetor de restaurações de Ionômero de Vidro, Vidrion V (SS White), à base de nitro-celulose.

Os corpos de prova foram levados a uma estufa a 37° C e 100% de umidade relativa, onde permaneceram por 24 horas, para que houvesse uma maturação da reação de geleificação dos cimentos de Ionômero de Vidro e polimerização da resina.

Depois de 24 horas, os corpos de prova foram codificados aleatoriamente para os tratamentos, polidos com discos de lixa Soflex (3M) sob refrigeração a água, para remoção da camada de verniz superficial, retirados do interior das matrizes e então submetidos aos diferentes tratamentos. Todos os corpos de prova utilizados apresentaram condições ideais, sem bolhas e com as superfícies lisas (Fig. 1).

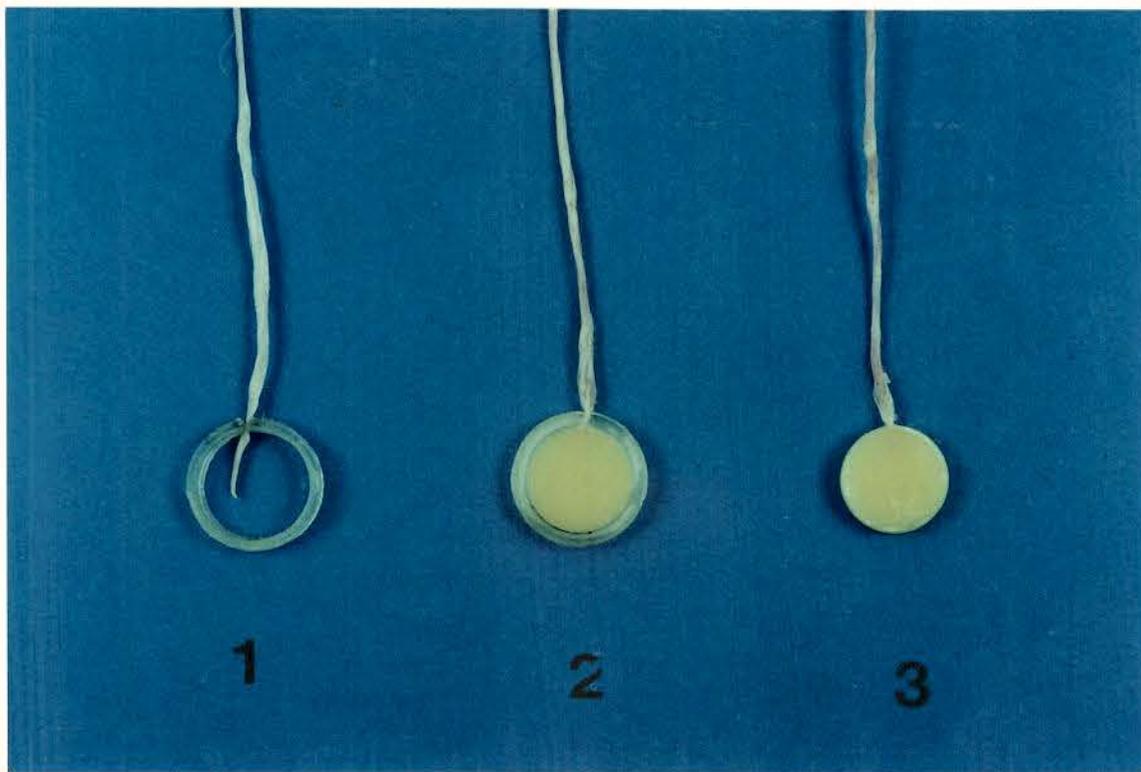


Fig. 1- Confeção das amostras: 1- matriz e fio para manuseio; 2- material inserido na matriz; 3- amostra.

4.3.2. TRATAMENTO DAS AMOSTRAS EM DIFERENTES SOLUÇÕES

I - Liberação de flúor: os corpos de prova foram imersos individualmente em 2 ml das soluções de tratamento contidas em tubos de ensaio plásticos e fechados. Foram deixados sob agitação por um período de 15 dias, no aparelho agitador circular Nova Técnica modelo NT 145 (Fig. 2), à temperatura média de 23,5°C, sendo que as soluções foram trocadas diariamente nas seguintes condições: 1) quando em água desionizada e saliva artificial, a cada 24 horas; 2) quando em ciclagens de pH, os corpos de prova permaneceram 6 horas na solução Des- e 18 horas na solução Re-, cujos resultados *in vitro* apresentam correlação clínica com o desenvolvimento de cárie em pacientes usando "brackets" ortodônticos por um mês¹⁵.



Fig. 2- Amostras deixadas sob agitação no aparelho agitador circular Nova Técnica modelo NT 145.

Após a remoção diária dos corpos de prova das soluções, eles eram lavados com água destilada desionizada e transferidos para um novo recipiente contendo 2 ml da solução original, onde permaneciam por mais um período até a próxima troca;

II - Armazenamento das soluções: as soluções recolhidas diariamente foram codificadas e armazenadas em tubos de ensaio plásticos a 4°C para posterior leitura do flúor liberado. As soluções dos dias 1, 2, 3, 4, 5, 7, 9, 11, 13 e 15 foram armazenadas e as dos dias 6, 8, 10, 12 e 14 desprezadas, pois neste período a liberação de flúor já atingiu um nível quase constante, podendo ser estimada.

4.3.3.DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE FLÚOR

A dosagem da concentração de flúor das soluções armazenadas foi obtida com a adição de igual volume de solução TISAB II (tampão de acetato 1,0 M, pH 5,0, contendo NaCl 1,0 M e CDTA* a 0,4%), utilizando-se eletrodo específico Orion 96-09, acoplado a um analisador de íons Orion EA-940, previamente calibrados com padrões de 0,5 a 5,0 ou de 1,0 a 10,0 µg F/ml em TISAB II, em função da concentração de flúor da amostra. A exatidão dos resultados foi avaliada utilizando soluções de concentrações conhecidas de flúor. Os resultados da concentração de flúor obtidos nos meios de imersão foram transformados em quantidade liberada por área de material (µg F/cm²). As concentrações de flúor das soluções (água desionizada, saliva artificial, Des-, Re) foram determinadas separadamente. Posteriormente os resultados das soluções Des- e Re- foram somados, pois juntos completam um período de 24 horas e um ciclo da metodologia utilizada (ciclagens de pH).

*CDTA - Ácido 1,2-ciclohexanodiaminotetracético.

4.3.4. ANÁLISE ESTATÍSTICA

I - Delineamento: cada uma das 06 amostras foi tomada como bloco, e utilizou-se o modelo de parcelas subdivididas, sendo consideradas parcelas subdivididas no tempo. É interessante notar que a caracterização das subparcelas leva a uma sistematização, pois na grande maioria das vezes não é possível casualizá-las dentro de cada parcela.

II - Testes: para efeito de análise estatística, os seguintes fatores foram considerados: material (CHE, VIT, VAR, DYR e TET), meio de imersão (H₂O, S.A. e Des-Re) e tempo (1, 2, 3, 4, 5, 7, 9, 11, 13 e 15). Foi utilizado o teste de Tukey ao nível de 5 % de significância²⁵ para a análise das médias de material e meio dentro de cada material estudado. E para avaliar o fator dias dentro de meio e material foi utilizado um ajuste de modelo de regressão proposto por PEREIRA & ARRUDA³³, para que se encontrasse a equação que melhor ajustasse às médias de quantidade de flúor liberado, nos dias estudados em cada combinação de material e meio, pois tem-se um fator com níveis quantitativos.

RESULTADOS

5. RESULTADOS

Avaliando-se a variável quantidade de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$), os seguintes fatores foram considerados para efeito de análise estatística:

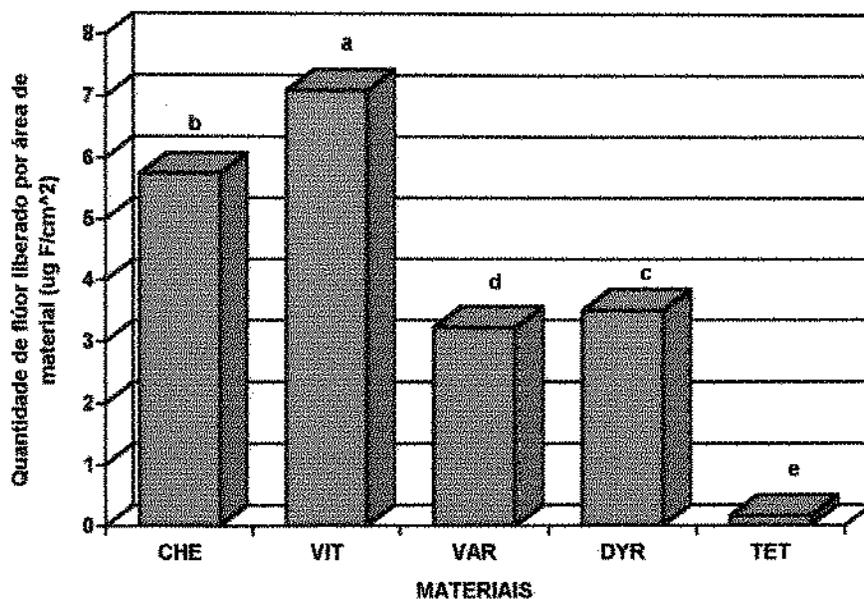
- Material: CHE, VIT, VAR, DYR e TET;
- Meio: água desionizada;
saliva artificial;
ciclagem de pH: Des + Re;
- Tempo: 1, 2, 3, 4, 5, 7, 9, 11, 13 e 15.

Cada uma das 06 amostras foi tomada como bloco, e utilizou-se o modelo de parcelas subdivididas, sendo consideradas parcelas subdivididas no tempo. É interessante notar que a caracterização das subparcelas leva a uma sistematização, pois na grande maioria das vezes não é possível casualizá-las dentro de cada parcela.

O resultado da análise de variância apresentou significância estatística para as variáveis material ($p < 0,01$), meio ($p < 0,01$), e para as interações material * meio, material * tempo, meio * tempo, material * tempo * meio ($p < 0,01$). Portanto, as médias de material e meio foram analisadas pelo Teste de Tukey ao nível de 5 % de significância.

Para o fator tempo dentro de meio e material, ajustou-se um modelo de regressão, objetivando encontrar a equação que melhor ajustasse às médias de quantidade de flúor liberado, nos dias estudados, e em cada combinação de material e meio.

As médias foram comparadas pelo método de Tukey para as médias de materiais, para as médias de meios dentro de materiais e para as médias de materiais dentro de meios, cujos resultados estão apresentados nas figuras 3, 4, 5.



Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%

Fig.3 - Gráfico comparativo dos valores médios da quantidade de flúor liberado, referentes aos materiais estudados.

Os resultados das comparações acima indicam que o material que apresentou maior média de flúor liberado foi VIT, que diferiu significativamente dos demais, sendo seguido por CHE, DYR, VAR e TET todos apresentando diferença significativa entre si ($P < 0,05$).

As médias dos meios dentro de cada material estudado foram comparadas, e os resultados estão apresentados na tabela III e figura 4.

Tabela III - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios dentro de cada material estudado.

Material	Meio	Média de flúor liberado
CHE	Des + Re	8,3472±0,5132 a
	Água	7,6170±0,7319 b
	Saliva Artificial	1,2605±0,0842 c
VIT	Des + Re	12,2727±1,1577 a
	Água	5,9095±0,7939 b
	Saliva Artificial	3,1330±0,3601 c
VAR	Des + Re	6,1725±0,2447 a
	Água	2,7154±0,2463 b
	Saliva Artificial	0,7997±0,0981 c
DYR	Des + Re	7,8196±0,6534 a
	Água	1,4973±0,1699 b
	Saliva Artificial	1,2001±0,0519 b
TET	Des + Re	0,2777±0,0234 a
	Água	0,1361±0,0162 a
	Saliva Artificial	0,0741±0,0038 a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

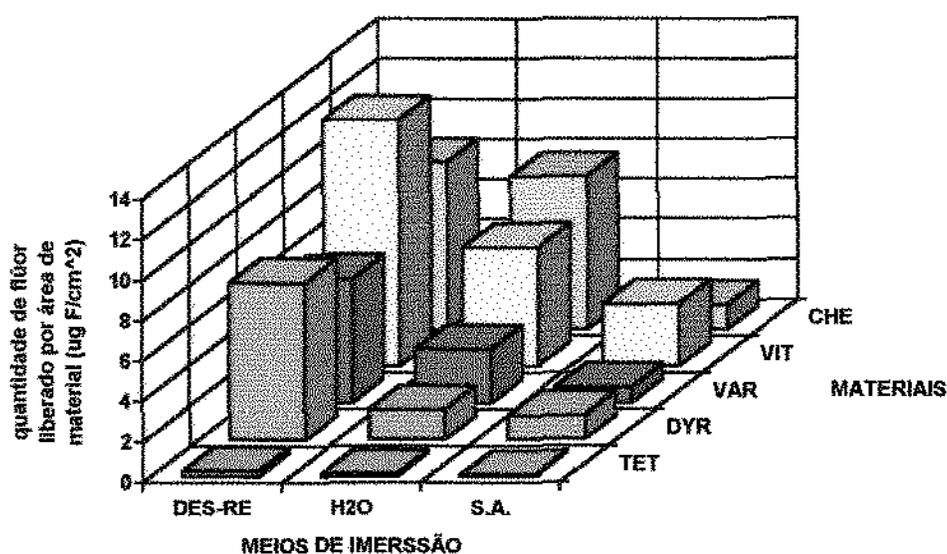


Fig. 4 - Representação gráfica dos valores médios de flúor liberado referentes aos meios dentro de cada material estudado.

Os resultados das comparações anteriores indicam que:

- Em todos os materiais a maior média de liberação de flúor foi sempre encontrada com o meio Des + Re ($P < 0,05$), exceto para o material TET ($P > 0,05$);
- Nos materiais CHE, VIT, VAR, os três meios apresentaram diferença significativa entre si ($P < 0,05$), sendo a maior média a obtida com o meio Des + Re e a menor obtida com Saliva Artificial;
- No material DYR a maior média de flúor liberado foi obtido com o meio Des + Re, que diferiu significativamente dos demais meios ($P < 0,05$), e esses dois outros meios (água e saliva artificial) não diferiram entre si ($P > 0,05$);
- No material TET, os três meios utilizados não apresentaram diferença significativa entre si ($P > 0,05$), apesar da maior média numérica ter sido obtida com o meio Des + Re;
- Em todas as combinações de material x meio, a maior média de flúor liberado foi obtida com o material VIT no meio Des + Re ($P < 0,05$);
- Em todas as combinações de material x meio as menores médias foram obtidas com o material TET ($P < 0,05$), sendo a maior média numérica neste grupo obtida com o meio Des + Re, seguida por água e saliva artificial ($P > 0,05$).

As médias de materiais dentro de cada meio estudado foram comparadas, e os resultados estão apresentados na Tabela IV e Figura 5.

Tabela IV - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos materiais dentro de cada meio estudado.

Meio	Material	Média de flúor liberado
DES-RE	Che	8,3472+0,5132 b
	Vit	12,2727+1,1577 a
	Var	6,1725+0,2447 d
	Dyr	7,8196+0,6534 c
	Tet	0,2777+0,0234 e
ÁGUA	Che	7,6170+0,7319 a
	Vit	5,9095+0,7939 b
	Var	2,7154+0,2463 c
	Dyr	1,4973+0,1699 d
	Tet	0,1361+0,0162 e
SALIVA ARTIFICIAL	Che	1,2605+0,0842 b
	Vit	3,1330+0,3601 a
	Var	0,7997+0,0981 c
	Dyr	1,2001+0,0519 b
	Tet	0,0741+0,0038 d

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

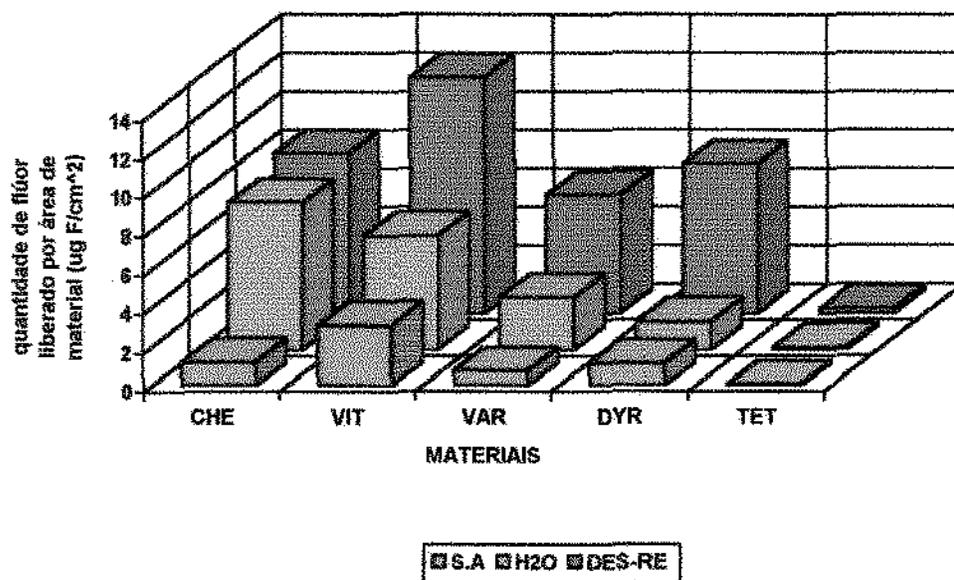


Fig. 5 - Representação gráfica dos valores médios de flúor liberado referentes aos materiais dentro de cada meio estudado.

Os resultados das comparações anteriores indicam que:

- No meio água desionizada a maior média de flúor liberado foi obtida com o material CHE, seguida de VIT, VAR, DYR e TET, todos os materiais apresentaram diferença significativa entre si ($P < 0,05$);
- No meio saliva artificial a maior média de flúor liberado foi obtida com o material VIT, que diferiu significativamente dos demais ($P < 0,05$), seguida de CHE e DYR, que não diferiram entre si ($P > 0,05$), seguida por VAR, estatisticamente diferente ($P < 0,05$) e por último TET, que diferiu significativamente dos materiais anteriores ($P < 0,05$);
- No meio Des - Re a maior média de flúor liberado foi obtida com o material VIT, seguida de CHE, DYR, VAR e TET, todos os materiais apresentaram diferença significativa entre si ($P < 0,05$);
- A seqüência dos materiais liberadores de flúor foi invertida quando considerados dentro dos meios estudados.

Os meios dentro de cada material foram comparados em cada dia do período de duração do experimento e os resultados estão apresentados nas tabelas V a XIV.

Tabela V - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios de cada material estudado, no primeiro dia.

Material	Meio	Média de Flúor liberado
CHE	Des+Re	17,4573 \pm 1,1784 b
	Água	20,5070 \pm 2,8880 a
	Saliva Artificial	2,9371 \pm 0,2137 c
VIT	Des+Re	36,4004 \pm 1,1639 a
	Água	22,9876 \pm 1,0219 b
	Saliva Artificial	9,7962 \pm 0,2719 c
VAR	Des+Re	8,0283 \pm 0,3917 a
	Água	7,2275 \pm 0,3751 a
	Saliva Artificial	2,4511 \pm 0,3155 b
DYR	Des+Re	20,8088 \pm 1,0122 a
	Água	5,3247 \pm 0,1433 b
	Saliva Artificial	2,2434 \pm 0,0783 c
TET	Des+Re	0,6868 \pm 0,0679 a
	Água	0,3642 \pm 0,0982 a
	Saliva Artificial	0,1337 \pm 0,0088 a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

Tabela VI - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios dentro de cada material estudado, no segundo dia.

Material	Meio	Média de Flúor liberado
CHE	Des+Re	11,8978 \pm 0,5732 a
	Água	12,0594 \pm 1,5173 a
	Saliva Artificial	1,5586 \pm 0,1167 b
VIT	Des+Re	18,1840 \pm 0,6089 a
	Água	8,8839 \pm 0,3238 b
	Saliva Artificial	6,6377 \pm 0,1951 c
VAR	Des+Re	6,1767 \pm 0,5605 a
	Água	4,7308 \pm 0,2330 b
	Saliva Artificial	1,4822 \pm 0,2974 c
DYR	Des+Re	11,2211 \pm 0,3675 a
	Água	1,4693 \pm 0,0815 b
	Saliva Artificial	1,4758 \pm 0,0807 b
TET	Des+Re	0,4738 \pm 0,0298 a
	Água	0,2451 \pm 0,0543 a
	Saliva Artificial	0,1072 \pm 0,0043 a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

Tabela VII - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios de cada material estudado, no terceiro dia.

Material	Meio	Média de Flúor liberado
CHE	Des+Re	10,1413 \pm 0,5054 a
	Água	8,8961 \pm 0,8515 b
	Saliva Artificial	1,2544 \pm 0,0631 c
VIT	Des+Re	13,4491 \pm 0,2957 a
	Água	5,8701 \pm 0,2454 b
	Saliva Artificial	3,5714 \pm 0,2505 c
VAR	Des+Re	7,3362 \pm 0,6772 a
	Água	3,3896 \pm 0,2175 b
	Saliva Artificial	0,9292 \pm 0,1763 c
DYR	Des+Re	8,8480 \pm 0,2842 a
	Água	1,2556 \pm 0,0852 b
	Saliva Artificial	1,0504 \pm 0,0491 b
TET	Des+Re	0,3297 \pm 0,0234 a
	Água	0,1399 \pm 0,0352 a
	Saliva Artificial	0,0861 \pm 0,0044 a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

Tabela VIII - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios dentro de cada material estudado, no quarto dia.

Material	Meio	Média de Flúor liberado
CHE	Des+Re	8,8379 \pm 0,4291 a
	Água	7,9992 \pm 0,7624 a
	Saliva Artificial	1,3154 \pm 0,0916 b
VIT	Des+Re	10,9282 \pm 0,5772 a
	Água	4,8758 \pm 0,2528 b
	Saliva Artificial	2,7492 \pm 0,1897 c
VAR	Des+Re	7,6982 \pm 0,6036 a
	Água	2,4563 \pm 0,1844 b
	Saliva Artificial	0,7203 \pm 0,1530 c
DYR	Des+Re	7,8752 \pm 0,2390 a
	Água	1,1328 \pm 0,0408 b
	Saliva Artificial	1,0476 \pm 0,0398 b
TET	Des+Re	0,2784 \pm 0,0136 a
	Água	0,0924 \pm 0,0130 a
	Saliva Artificial	0,0765 \pm 0,0045 a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

Tabela IX - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios dentro de cada material estudado, no quinto dia.

Material	Meio	Média de Flúor liberado
CHE	Des+Re	7,7511 \pm 0,3721 a
	Água	6,0357 \pm 0,5526 b
	Saliva Artificial	1,1857 \pm 0,0820 c
VIT	Des+Re	9,7647 \pm 0,1225 a
	Água	4,1006 \pm 0,4285 b
	Saliva Artificial	2,1953 \pm 0,1100 c
VAR	Des+Re	7,8861 \pm 0,4202 a
	Água	2,4329 \pm 0,1187 b
	Saliva Artificial	0,6205 \pm 0,1172 c
DYR	Des+Re	7,3197 \pm 0,1278 a
	Água	1,0173 \pm 0,1025 b
	Saliva Artificial	1,0342 \pm 0,0547 b
TET	Des+Re	0,2327 \pm 0,0161 a
	Água	0,0980 \pm 0,0097 a
	Saliva Artificial	0,0807 \pm 0,0048 a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

Tabela X - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios de cada material estudado, no sétimo dia.

Material	Meio	Média de Flúor liberado	
CHE	Des+Re	6,4192 \pm 0,4037	a
	Água	5,1752 \pm 0,3590	b
	Saliva Artificial	1,0140 \pm 0,0660	c
VIT	Des+Re	8,1729 \pm 0,1883	a
	Água	2,9835 \pm 0,1667	b
	Saliva Artificial	1,6209 \pm 0,0495	c
VAR	Des+Re	7,1464 \pm 0,2935	a
	Água	1,7590 \pm 0,1119	b
	Saliva Artificial	0,4468 \pm 0,0789	c
DYR	Des+Re	6,2588 \pm 0,3461	a
	Água	1,1336 \pm 0,1359	b
	Saliva Artificial	0,8908 \pm 0,0377	b
TET	Des+Re	0,2048 \pm 0,0185	a
	Água	0,0896 \pm 0,0159	a
	Saliva Artificial	0,0528 \pm 0,0029	a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

Tabela XI - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios dentro de cada material estudado, no nono dia.

Material	Meio	Média de Flúor liberado
CHE	Des+Re	5,5833 \pm 0,2193 a
	Água	4,4318 \pm 0,3392 b
	Saliva Artificial	0,8597 \pm 0,0601 c
VIT	Des+Re	7,0538 \pm 0,1212 a
	Água	2,5868 \pm 0,1232 b
	Saliva Artificial	1,3017 \pm 0,0324 c
VAR	Des+Re	5,5978 \pm 0,2160 a
	Água	1,4523 \pm 0,0922 b
	Saliva Artificial	0,3291 \pm 0,0496 c
DYR	Des+Re	4,6411 \pm 0,1790 a
	Água	1,0241 \pm 0,0835 b
	Saliva Artificial	1,0237 \pm 0,0305 b
TET	Des+Re	0,1489 \pm 0,0048 a
	Água	0,1009 \pm 0,0130 a
	Saliva Artificial	0,0575 \pm 0,0028 a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

Tabela XII - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios de cada material estudado, no décimo primeiro dia.

Material	Meio	Média de Flúor liberado	
CHE	Des+Re	5,2160 \pm 0,2807	a
	Água	3,8541 \pm 0,2057	b
	Saliva Artificial	0,8072 \pm 0,0401	c
VIT	Des+Re	6,6369 \pm 0,1146	a
	Água	2,3421 \pm 0,1206	b
	Saliva Artificial	1,2919 \pm 0,0574	c
VAR	Des+Re	4,6888 \pm 0,1291	a
	Água	1,3384 \pm 0,1265	b
	Saliva Artificial	0,3042 \pm 0,0451	c
DYR	Des+Re	4,0182 \pm 0,1773	a
	Água	0,8819 \pm 0,0496	b
	Saliva Artificial	1,1199 \pm 0,0481	b
TET	Des+Re	0,1516 \pm 0,0090	a
	Água	0,0806 \pm 0,0105	a
	Saliva Artificial	0,0428 \pm 0,0022	a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

Tabela XIII - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios de cada material estudado, no décimo terceiro dia.

Material	Meio	Média de Flúor liberado	
CHE	Des+Re	5,1405 \pm 0,2284	a
	Água	3,6481 \pm 0,2915	b
	Saliva Artificial	0,7926 \pm 0,0323	c
VIT	Des+Re	6,0527 \pm 0,1807	a
	Água	2,2749 \pm 0,1134	b
	Saliva Artificial	1,0953 \pm 0,0691	c
VAR	Des+Re	3,8044 \pm 0,1495	a
	Água	1,2419 \pm 0,0526	b
	Saliva Artificial	0,2958 \pm 0,0399	b
DYR	Des+Re	3,7984 \pm 0,1374	a
	Água	1,1106 \pm 0,0932	b
	Saliva Artificial	0,9308 \pm 0,0626	b
TET	Des+Re	0,1399 \pm 0,0047	a
	Água	0,0691 \pm 0,0114	a
	Saliva Artificial	0,0594 \pm 0,0055	a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

Tabela XIV - Comparação de médias e desvio padrão de flúor liberado ($\mu\text{g F/cm}^2$) referentes aos meios dentro de cada material estudado, no décimo quinto dia.

Material	Meio	Média de Flúor liberado
CHE	Des+Re	5,0278 \pm 0,2460 a
	Água	3,5633 \pm 0,2437 b
	Saliva Artificial	0,8803 \pm 0,0880 c
VIT	Des+Re	6,0842 \pm 0,1461 a
	Água	2,1900 \pm 0,0711 b
	Saliva Artificial	1,0734 \pm 0,0375 c
VAR	Des+Re	3,3617 \pm 0,1354 a
	Água	1,1255 \pm 0,0550 b
	Saliva Artificial	0,4182 \pm 0,1391 b
DYR	Des+Re	3,4065 \pm 0,1048 a
	Água	1,0048 \pm 0,0408 b
	Saliva Artificial	0,8027 \pm 0,0857 b
TET	Des+Re	0,1304 \pm 0,0040 a
	Água	0,0814 \pm 0,0068 a
	Saliva Artificial	0,0446 \pm 0,0025 a

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5 %.

Os resultados das comparações indicam que, no primeiro dia, com os materiais VIT e DYR as maiores médias ($P < 0,05$) de flúor liberado foram encontradas com o meio Des+Re. Com o material CHE a maior média foi obtida com o meio Água, que diferiu significativamente dos demais meios ($P < 0,05$). Com o material VAR as maiores médias foram obtidas com os meios Des-Re e água, que não diferiram significativamente entre si ($P > 0,05$), mas são estatisticamente diferentes da média no meio S.A. ($P < 0,05$). A maior média de

flúor liberado foi obtida com o meio Des+Re no material VIT ($P < 0,05$). E, as menores médias de liberação de flúor foram obtidas com o material TET ($P < 0,05$), e os três meios neste material, não apresentaram diferença significativa ($P > 0,05$).

No segundo dia, com os materiais VIT, VAR e DYR, a maior média de liberação de flúor foi obtida com o meio Des+Re que diferiu significativamente ($P < 0,05$) de Água e Saliva Artificial. No material CHE, a maior média foi obtida com Água, mas este meio não diferiu ($P > 0,05$) de Des+Re e ambos diferiram ($P < 0,05$) de Saliva Artificial. O comportamento dos meios no material TET foi semelhante àquele obtido no primeiro dia.

No terceiro dia, em todos os materiais, a maior média ($P < 0,05$) de flúor liberado foi obtida com o meio Des+Re que, apenas no material TET, não diferiu significativamente dos demais ($P > 0,05$). A maior média de flúor liberado foi obtida com o meio Des+Re no material VIT ($P < 0,05$).

No quarto dia, em todos os materiais, a maior média ($P < 0,05$) foi obtida com o meio Des+Re, que não diferiu significativamente ($P > 0,05$) de Água com o material CHE, e com o material TET também não diferiu ($P > 0,05$) dos outros meios. Com os materiais VIT, VAR e DYR o meio Des+Re diferiu significativamente ($P < 0,05$) dos demais meios. E, novamente, a maior média de flúor liberado foi obtida com Des+Re com o material VIT ($P < 0,05$).

No quinto dia, em todos os materiais utilizados, as maiores médias ($P < 0,05$) de flúor liberado foram obtidas com o meio Des+Re, que apenas com o material TET, não diferiu significativamente ($P > 0,05$) dos demais meios.

Os resultados obtidos no sétimo, nono e décimo primeiro foram semelhantes àqueles obtidos no quinto dia.

No décimo terceiro dia, o comportamento para o meio Des+Re foi semelhante aos observados do sétimo ao décimo primeiro dia. O que se observou de diferente é que no décimo terceiro dia, o material VAR passou a ter o comportamento semelhante ao material DYR, ou seja, os meios Água e Saliva Artificial passaram a não apresentar diferença significativa ($P > 0,05$), o que até então só se observava com DYR.

E, finalmente, no décimo quinto dia os resultados foram semelhantes aos do décimo terceiro dia.

Em todos os dias, foi observado que a seqüência dos materiais foi invertida, quando considerados dentro de cada meio estudado. Essa inversão foi observada nos 1º, 5º, 7º, 9º, 11º, 13º dias para os meios Des+Re e Saliva Artificial; e em todos os dias para os meios Des+Re e Água, e Saliva Artificial e Água.

A quantidade de flúor liberada em cada dia dentro de cada material foi comparada em cada meio de imersão utilizado no experimento, e os resultados estão apresentados nos figuras seguintes de dias versus flúor liberado nos meios dentro de cada material.

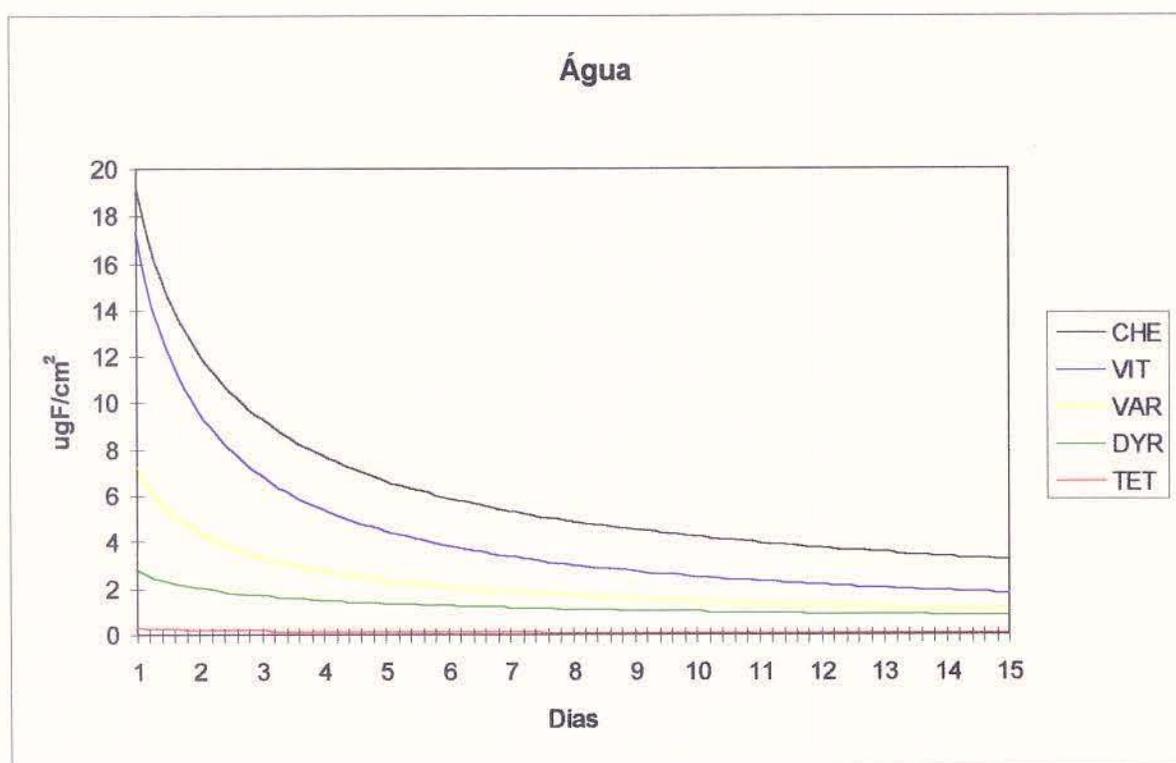


Fig. 6 - Representação gráfica dos valores médios de flúor liberado referentes aos dias dentro de cada material estudado, imerso em água desionizada.

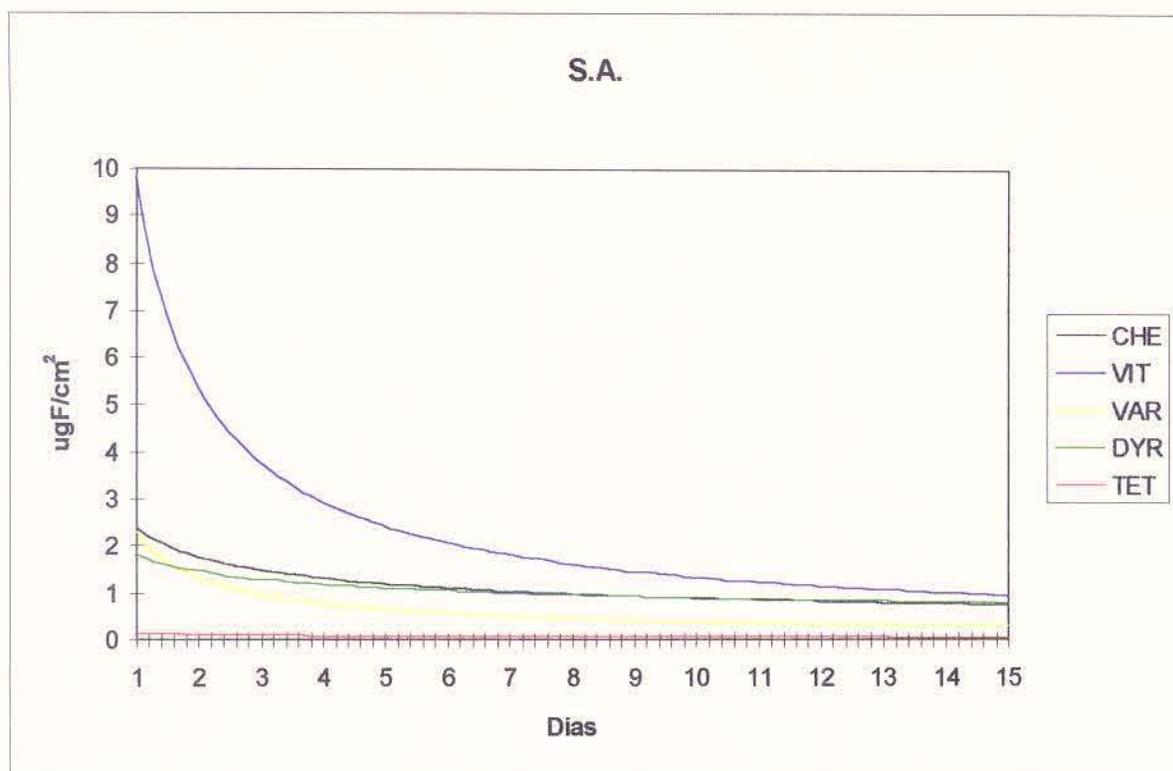


Fig. 7 - Representação gráfica dos valores médios de flúor liberado referentes aos dias dentro de cada material estudado, imerso em Saliva Artificial.

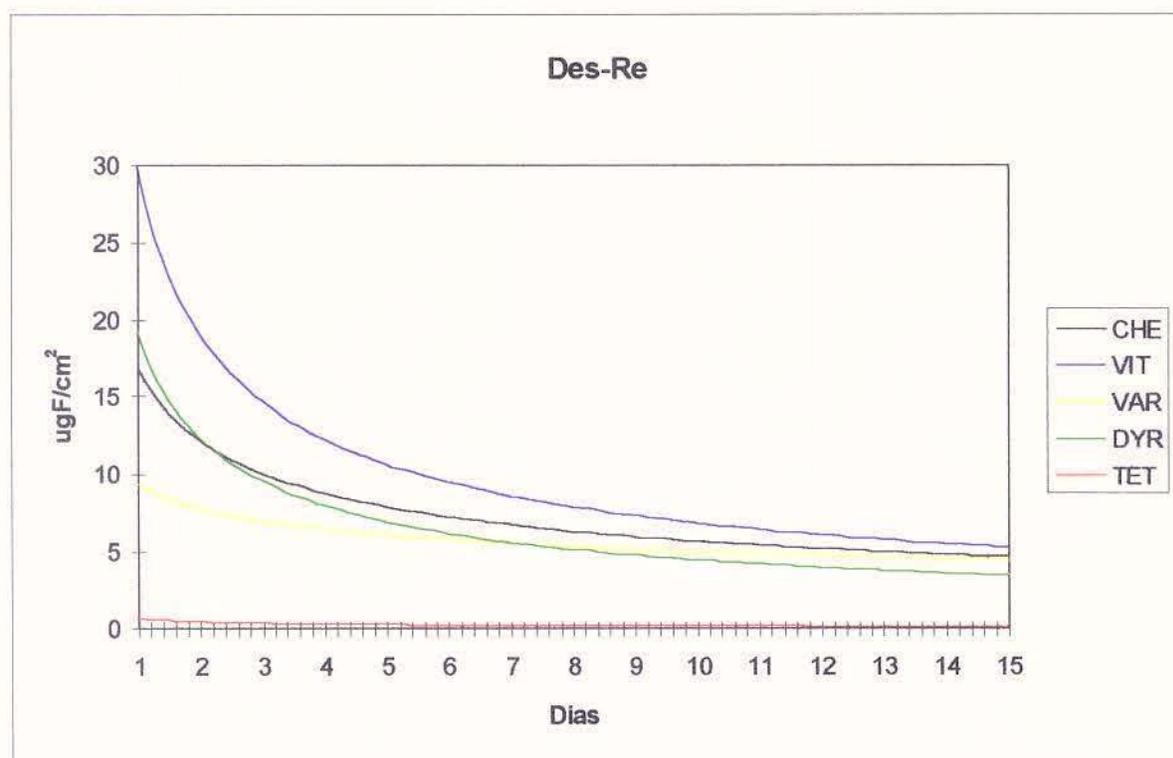


Fig. 8 - Representação gráfica dos valores médios de flúor liberado referentes aos dias dentro de cada material estudado, imerso em Des+Re.

Os resultados das comparações indicam que dentro dos meios Água, Saliva Artificial e Des+Re todos os materiais seguiram o mesmo padrão de liberação de flúor, as maiores médias de flúor liberado dentro de cada

material foram encontradas no 1º dia, decrescendo bruscamente no 2º e 3º dia, a quantidade de flúor liberado apresentou um decréscimo com o passar dos dias até atingir um nível quase constante.

Dessa forma, como a dispersão dos pontos mostrou uma tendência curvilínea, ajustou-se o modelo $Y = a x^b$ que, como se sabe, por transformações simples (anamorfose), torna-se linear e cujos parâmetros podem então ser estimados por regressão linear³⁴.

A tabela a seguir apresenta os ajustes para cada meio em cada material estudado e o valor de R^2 .

Tabela XV - Equações para o fator tempo, dentro de cada nível dos fatores material e meio, e os respectivos valores de R².

Material	Meio	Equação	R ² (%)
CHE	Des+Re	$Y=16,9062 X^{-0,4767}$	99,02
	Água	$Y=19,1558 X^{-0,6570}$	99,01
	Saliva Artificial	$Y=2,3874 X^{-0,4349}$	91,29
VIT	Des+Re	$Y=29,8607 X^{-0,6413}$	96,62
	Água	$Y=17,3041 X^{-0,8397}$	95,89
	Saliva Artificial	$Y=9,8518 X^{-0,8714}$	97,94
VAR	Des+Re	$Y=9,3324 X^{-0,2740}$	57,67
	Água	$Y=7,2337 X^{-0,7037}$	99,24
	Saliva Artificial	$Y=2,2844 X^{-0,7859}$	93,79
DYR	Des+Re	$Y=19,2469 X^{-0,6364}$	98,56
	Água	$Y=2,7799 X^{-0,4460}$	60,82
	Saliva Artificial	$Y=1,8201 X^{-0,3128}$	81,96
TET	Des+Re	$Y=0,6829 X^{-0,6347}$	98,81
	Água	$Y=0,2983 X^{-0,5660}$	85,35
	Saliva Artificial	$Y=0,1362 X^{-0,4055}$	90,17

Observamos que apenas para o meio Des+Re no material VAR o valor de R² foi, o que se pode considerar, baixo, indicando a possibilidade do ajuste de um outro modelo que não este proposto, o mesmo acontecendo com o meio Água no material DYR.

DISCUSSÃO

6. DISCUSSÃO

Uma das grandes preocupações a respeito de materiais restauradores é o aparecimento de cáries secundárias ao seu redor, por existir um microespaço entre o material restaurador e o tecido dental³. Atualmente existe um grande interesse na pesquisa de materiais liberadores de flúor, pois este íon tem propriedade anticariogênica^{10,43,47}, inibindo a desmineralização do esmalte e potencializando sua remineralização^{16,46}, o que poderia compensar o não auto-uso de flúor pelo paciente. Esse efeito anticariogênico se deve à liberação lenta e em pequenas concentrações do flúor incorporado no pó do material^{3,21,27,45}, reduzindo a solubilidade do esmalte^{5,27,42}. Em acréscimo, o acúmulo de placa sobre restaurações que liberam flúor é menor que sobre restaurações que não liberam, diferindo também a estrutura desta placa⁴⁰.

Os resultados das tabelas V a XIV, ilustrados pelas figuras 6, 7, 8, mostram o comportamento de cada material quanto à liberação de flúor em função do tempo, imersos nas diferentes soluções estudadas. Quanto ao padrão de liberação de flúor dos materiais, nossos resultados estão de acordo com todos os trabalhos da literatura que avaliaram a liberação de flúor de cimentos ionoméricos restauradores e resina composta em função do tempo. Observa-se uma quantidade alta de flúor liberado inicialmente, um decréscimo brusco nos primeiros dias, e um decréscimo mais lento em função do tempo, até obter-se uma concentração de flúor liberado quase constante^{17,18,47}. Embora haja decréscimo da liberação, o flúor destes materiais pode ser readquirido e rearmazenado se os mesmos forem tratados com flúor tópico⁷. Observa-se também a diferença quantitativa de flúor liberado entre os 3 meios de imersão, os valores mais altos foram observados nas ciclagens de pH (Des-Re) (Fig. 8), seguidos pela água (Fig. 6) e por último em saliva artificial (Fig. 7). Os resultados do presente estudo estão de acordo com os trabalhos encontrados na literatura que avaliaram a liberação de flúor de cimentos ionoméricos, como os de MALDONADO et al.³¹, FORSTEN¹⁸, DERKSON et al.¹⁰ e SWARTZ et al.⁴¹, apresentando padrões semelhantes de liberação de flúor dos materiais, sendo que as médias da concentração de flúor nos meios de imersão foram altas durante os primeiros dias, depois diminuíram bruscamente até atingir um valor

quase constante; segundo DERKSON et al.¹⁰, mais da metade do flúor é liberado até o final da primeira semana; SWARTZ et al.⁴¹ encontraram valores baixos de flúor liberado da 18ª à 50ª semana, mas sempre apresentado em quantidades mensuráveis.

Este decréscimo da liberação de flúor do presente trabalho está de acordo com os estudos que comparam diferentes tipos de cimentos ionoméricos e diferentes marcas comerciais, como os de THORNTON et al.⁴⁷, FORSS¹⁶, CREANOR et al.⁷, VERBEECK et al.⁵⁰ HATIBOVIC-KOFMAN & KOCH²², DE SCHEPPER et al.¹¹, FORSS & SEPPÄ¹⁷, HÖRSTED-BINDSLEV & LARSEN²³ e CRANFIELD et al.⁶. FORSS¹⁶ encontrou que a liberação de flúor de cimentos ionoméricos é controlada também pela liberação de sódio para que a eletroneutralidade seja preservada. No estudo de DE SCHEPPER et al.¹¹ os cimentos ionoméricos liberaram de 27 a 49 % do total de flúor nas primeiras 24 horas, e sugerem que o ocorrido foi devido à maior solubilidade do cimento antes de sua total maturação, concordando com FORSTEN¹⁹ que afirma que cimentos ionoméricos recém preparados parecem liberar mais flúor que o material maturado. Segundo EL-MALLAKH & SARKAR¹⁴ e MUZYNSKI et al.³³ em trabalhos distintos, essa alta liberação de flúor nas primeiras 24 horas se dá pela alta taxa de erosão dos cimentos ionoméricos recém-aglutinados.

Os resultados apresentados pela resina composta no presente estudo estão de acordo com LEGRAND et al.²⁷, COOLEY et al.⁵, SWIFT⁴³ e STANNARD & VIAZIS³⁹, pois ela também apresenta uma maior liberação de flúor nos primeiros dias, diminuindo bruscamente em seguida. Segundo LEGRAND et al.²⁷, esta liberação decresce em um padrão exponencial, atingindo valores perto de zero após 48 horas. Em seu trabalho, COOLEY et al.⁵ observaram que as resinas compostas liberam flúor por mais de 6 meses.

Embora o presente estudo tenha avaliado a liberação de flúor por 15 dias, as curvas de liberação podem ser ajustadas a um modelo matemático de equação do tipo $Y = ax^b$ (Tab. XV), podendo assim ser estimada a liberação de flúor dos materiais por períodos mais prolongados. Assim sendo, SWARTZ et al.⁴⁰ afirmaram que o flúor está disponível para ser liberado de cimentos ionoméricos por longos períodos de tempo, conferindo-lhes propriedades anticariogênicas prolongadas. Segundo WILSON et al.⁵¹, o cimento ionomérico

apresentaria liberação de flúor por tempo indefinido, apesar de decrescer após algumas semanas, pois esta liberação foi constatada até o 598º dia do estudo. LAMBERT²⁶ concorda que a liberação de flúor de cimentos ionoméricos persiste por toda a vida do cimento, ocorrendo continuamente a liberação deste íon ao redor da restauração, promovendo proteção contra as cáries. TEMIN & CSUROS⁴⁵ encontraram liberação de flúor de resinas compostas fotopolimerizáveis por mais de 4 anos, apresentando o mesmo padrão descrito anteriormente, que é altamente desejável. Os resultados do estudo de DIJKMAN & ARENDS¹² mostraram que as resinas compostas estudadas liberaram quantidades consideráveis de flúor na solução, e que a quantidade total de flúor liberado de 3 resinas foi proporcional ao logaritmo do tempo, enquanto da outra foi proporcional ao tempo.

O decréscimo da quantidade de flúor liberado neste estudo está de acordo com TAY & BRADEN⁴⁴, que explicam que a liberação de flúor de cimentos ionoméricos ocorre possivelmente por 2 processos, um inicial rápido por erosão superficial e outro mais vagaroso pela contínua difusão de íons flúor do corpo do cimento. O coeficiente estimado dessa difusão é aproximadamente 4×10^{-11} cm²/s. O decréscimo da liberação de flúor de resinas compostas com o passar do tempo é provavelmente devido ao fato do flúor ser extraído de partes cada vez mais profundas do interior da matriz, que está de acordo com DIJKMAN et al.¹³, que ainda afirmam que esta liberação é garantida no mínimo por 5 anos em certas resinas, obtendo-se uma liberação constante e de baixa concentração. No presente estudo foi observado que a liberação de flúor dos materiais estudados após um dia de imersão em água é cerca de 15 a 64 vezes maior que da resina Tetric, porém após 15 dias observa-se uma pequena diminuição nessa diferença, os materiais estudados liberaram cerca de 12 a 45 vezes mais flúor que a resina. Nossos resultados não estão de acordo com FORSTEN²⁰ que, comparando a liberação de flúor de cimentos ionoméricos e resina composta com o passar do tempo, notou que a liberação de cimentos ionoméricos, após um dia de imersão, é cerca de 50 a 100 vezes maior que da resina, porém após 8 semanas somente 1 a 3 vezes, mas está de acordo com DIJKMAN¹³, que afirma que a diferença de liberação de flúor entre os materiais dentários diminui com o tempo.

Ao se comparar a liberação de flúor dos materiais estudados (Fig. 3), o Vitremer liberou mais flúor que os demais, seguido pelos materiais Chelon-fil, Dyract, Variglass e por último, com resultado bem inferior, o material Tetric. Todos os materiais apresentam diferença estatística entre si ao nível de 5% de significância. Essa grande diferença dos resultados provavelmente ocorreu pela diferença de composição dos materiais¹¹, portanto com diferentes concentrações e fonte de flúor, solubilidade dos materiais³² e difusão do íon flúor através do material^{18,21}, diferença na energia superficial e porosidade do material e na proporção pó:líquido utilizada, quanto mais líquido, mais flúor liberado, pois aumenta a solubilidade do material^{6,31,32}. Esses resultados estão de acordo com ARENDS & RUBEN³, que explicam que a liberação de flúor dos cimentos ionoméricos se dá por dissolução do material nos primeiros dias e por troca iônica; já nas resinas essa liberação se dá apenas por troca iônica, pois o grau de solubilidade deste material é muito baixo; entretanto a liberação de flúor não necessariamente corresponde à degradação clínica do material¹¹. Os resultados do presente estudo estão de acordo com HÖRSTED-BINDSLEV & LARSEN²⁴, que, em seu estudo, encontraram maior liberação de flúor de cimentos ionoméricos fotopolimerizáveis que dos convencionais. Os resultados do presente estudo estão de acordo com LYNCH & TAY²⁸ que avaliaram a liberação de flúor de diferentes cimentos ionoméricos e de resinas compostas e observaram que o melhor resultado foi encontrado com um cimento de ionômero de vidro fotopolimerizável, e o pior, com a resina composta, existindo uma diferença muito grande entre eles (270 e 8,4 ppm F). Os resultados do presente estudo também concordam com outros trabalhos, como ARENDS & RUBEN³ e FORSTEN²⁰, que compararam a liberação de flúor da resina composta Heliomolar com cimentos ionoméricos e observaram que a quantidade de flúor liberado pela resina era inferior à liberada pelo ionômero. Isto é explicado pelo fato do cimento ionomérico conter NaF, que é mais solúvel que o YbF₃ utilizado na resina estudada para deixá-la radiopaca, e contido na resina Tetric testada no presente estudo. DIJKMAN et al.¹³ afirmaram que o sal YbF₃, uma partícula de carga radiopaca fluoretada quase insolúvel, é uma ou duas vezes menos solúvel que a do flúor silicato de alumínio. O mesmo padrão de comparação entre a liberação de flúor de resina e

cimento ionomérico foi encontrado por FORSTEN¹⁹ e STANNARD & VIAZIS³⁹ em trabalhos distintos. Podemos correlacionar os resultados do presente trabalho com os de FORSTEN & PAUNIO²¹, comparando o cimento de silicato utilizado por eles com o cimento de ionômero de vidro deste trabalho. Eles obtiveram resultados superiores de liberação de flúor do cimento de silicato quando comparado com resina, e explicam que provavelmente o flúor liberado inicialmente está localizado na superfície do material, que é mais firmemente fixado à matriz da resina que do silicato.

No presente trabalho foi observado que o cimento ionomérico fotopolimerizável testado liberou mais flúor que o convencional, que está de acordo com CREANOR et al.⁷. O cimento ionomérico é um produto de reação ácido-base entre um íon lixiviável e um ácido polialcenóico, sendo que o sal desse material é susceptível à erosão em condições ácidas. Espera-se que um cimento ionomérico com alta concentração de flúor em sua composição, libere mais flúor que um com baixa concentração. Já SWIFT⁴³ observou uma grande liberação de flúor do cimento ionomérico Ketac-fil seguido da resina Fluor Ever (esta contém alta concentração de flúor em sua composição) e uma pequena liberação de flúor da resina Heliomolar.

Entretanto, DIJKMAN¹³ et al. afirmaram que as resinas compostas liberam flúor por mais de cinco anos, e, por liberarem flúor constantemente em concentrações muito baixas, reduzem o aparecimento de cáries secundárias, mas não são suficientes para inibir completamente a desmineralização *in situ*. HÖRSTED-BINDSLEV & LARSEN²³ relatam que 1-3 ppm de flúor em solução parece ser suficiente para um considerável efeito preventivo, enquanto DIJKMAN & ARENDS¹², explorando seus dados de um estudo da liberação de flúor de resinas compostas imersas em água desionizada *in vitro*, afirmam que para haver a completa inibição da desmineralização do esmalte sob placa dental *in situ* é preciso que o material libere 250 µg F/cm² em um mês. Explorando os resultados do presente trabalho e comparando-os com o trabalho citado anteriormente, observa-se que nenhum material teria potencial para inibir totalmente a cárie. Assim, em água desionizada, o material Chelon-fil liberou mais flúor, podendo inibir cárie em 89%, e o Tetric foi o material que menos liberou, com potencial de inibição de cárie de 16,8%. Isto está de acordo com o

conhecimento de que o flúor isoladamente é capaz de reduzir o desenvolvimento de cárie, mas não impedir totalmente a sua progressão.

Pelo flúor ter se revelado um dos principais elementos no combate à cárie dentária, há um grande interesse em pesquisas a respeito do seu mecanismo de ação. ARENDS & CHRISTOFFERSEN² relataram que, quando ele é liberado dos materiais, permanece em fase líquida adjacente à estrutura dentária e passa a ser adsorvido ao esmalte, impedindo que nesta região ocorra desmineralização. Um alto nível total de flúor no esmalte não garante sua proteção contra as cáries, pois o flúor presente no interior do esmalte em fase sólida não é ativo na prevenção; é muito provável que exista um equilíbrio dinâmico entre o flúor em solução e flúor adsorvido à superfície dos cristais de esmalte, que irá atuar inibindo a dissolução. Essa taxa de dissolução de minerais depende do pH do meio, da concentração de cálcio e fosfato no líquido em contato com os cristais e da fração da superfície do esmalte coberta pelo flúor adsorvido. Isto está de acordo com MERYON & SMITH³² e TEN CATE⁴⁶ que relataram que, com a presença do flúor em fase líquida, ocorre a formação de fluorapatita e fluoreto de cálcio, que são menos solúveis à dissolução em meio ácido. O flúor acelera a deposição de mineral em lesões, que é determinada também pela disponibilidade dos cristais e grau de supersaturação, pH e fluxo iônico. Além do mais, o flúor liberado de materiais altera a atividade metabólica da placa formada em contato com a restauração⁴¹, reduzindo a produção de ácido de bactérias cariogênicas^{1,32}. Os materiais que liberam flúor permitem que esse íon fique diretamente em contato ou perto da lesão, compensando ou reduzindo a necessidade de auto-uso pelo paciente³⁶. Segundo ARENDS et al.⁴ e ARENDS & CHRISTOFFERSEN², é importante a presença constante de íons flúor na cavidade oral em pequenas concentrações (abaixo de 0,05 ppm). Isso mostra a importância da utilização de materiais odontológicos que apresentam esta propriedade.

Quando se comparam as médias de liberação de flúor nos meios de imersão estudados, água desionizada, saliva artificial e ciclagens de pH (Des-Re), dentro de cada material (Fig. 4), observa-se que em todos os materiais a maior média de liberação de flúor foi sempre encontrada com as ciclagens de pH, sendo seguida pela água desionizada, e por último saliva artificial; com o

material Tetric não foi encontrada diferença estatisticamente significativa entre os meios, mas foram observadas diferenças numéricas, pois os valores de liberação foram muito baixos, ficando próximos ao limite de sensibilidade do método de análise, o que aumenta a margem de erro.

Uma grande variedade de métodos tem sido utilizada para estudar a liberação de flúor de materiais dentários, sendo que a maioria destes utiliza água desionizada, como relata MERYON & SMITH³². Alguns trabalhos foram realizados com saliva artificial, mas todos em condições desvinculadas das propriedades físico-químicas do meio bucal ou do conhecimento atual do mecanismo de ação do flúor. SWARTZ⁴¹ et al. afirmaram que o estudo *in vitro* não duplica a situação *in vivo*. DE SCHEPPER et al.¹¹ realizaram seus estudos de liberação de flúor de cimentos ionoméricos em saliva artificial ao invés de utilizar água desionizada, em uma tentativa de simular as condições orais. A liberação de flúor de cimentos ionoméricos em água desionizada não representa o que realmente ocorre no ambiente oral, seja em condições fisiológicas ou patológicas. EL-MALLAKH & SARKAR¹⁴ encontraram diferentes valores, quando compararam essa liberação em saliva artificial e água desionizada, sendo os valores deste último meio consistentemente superiores, devido à presença de vários cátions na solução de saliva artificial e porque o cimento ionomérico é menos solúvel em saliva artificial que em água. Maior quantidade de flúor é liberada em meios mais ácidos; a solução de saliva artificial apresenta pH mais elevado, portanto menos flúor é liberado, o que está de acordo com nossos resultados. A solução de saliva artificial simula as condições fisiológicas do ambiente oral, mas em condições estáticas, não simulando a dinâmica do processo de cárie (Des-Re-) que ocorre constantemente.

Já ARENDS & RUBEN³ não encontraram muita diferença nos valores de liberação de flúor de resina composta quando imersos em água ou solução saturada de fosfato de cálcio (pH 5,0). Essa solução foi utilizada porque a saliva se mantém saturada de cálcio e fosfato durante as quedas de pH que frequentemente ocorrem na cavidade oral.

No presente estudo foi encontrada uma maior liberação de flúor de materiais quando das ciclagens de pH que a liberação em água, e estas diferem da liberação em saliva artificial em todos os diferentes produtos, que se

comportam de maneiras diferentes, que está de acordo com os resultados dos estudos de FORSTEN²⁰, e STANNARD & VIAZIS³⁹. Os resultados também estão de acordo com FORSS & SEPPÄ¹⁷, que utilizaram uma metodologia de ciclagens de pH para verificar a liberação de flúor de materiais restauradores e encontraram que a taxa de liberação de flúor provavelmente aumentava em condições ácidas. Essa liberação depende da solução. Deve-se destacar que esta metodologia *in vitro* de ciclagens de pH, utilizada pelos autores citados, não apresenta correlação clínica com o efeito anticariogênico de materiais. Ainda relatam que o padrão de liberação de flúor deste estudo é similar ao de corpos de prova imersos em água desionizada e saliva artificial, mas valores inferiores são encontrados em saliva artificial, o que está de acordo com DERKSON et al.¹⁰.

De acordo com FORSS¹⁶, a liberação de elementos químicos dos materiais pode ser afetada pela mudança de pH, mas esse não é o único fator que pode alterar a liberação de flúor de cimentos ionoméricos, deve-se levar em consideração as proteínas salivares e sistemas tampão. O pH da placa muda constantemente no ambiente oral, e por essa placa crescer sobre os materiais restauradores, e através da micro-infiltração, tanto materiais restauradores como para base e forramento estão sujeitos à alteração de pH.

Os resultados do presente estudo estão de acordo com FORSTEN & PAUNIO²¹, que estudaram o flúor liberado de cimento de silicato e resinas acrílica e composta e observaram maior liberação do flúor do silicato em meio ácido, comparando com solução neutra, pois a dissolução do silicato aumenta com o decréscimo de pH; podemos comparar os resultados do cimento de silicato com o cimento de Ionômero de Vidro utilizado em nosso estudo.

A figura 5 mostra a comparação da liberação de flúor dos materiais estudados dentro de cada meio utilizado. Os resultados encontrados com a solução de Saliva Artificial e ciclagens de pH (Des-Re), não considerando o fator tempo, apresentam o mesmo padrão, embora haja uma superioridade quantitativa nos valores encontrados com a ciclagens de pH (Des-Re); o material que liberou mais flúor nesses dois meios foi o Vitremer, seguido pelo Chelon-Fil, Dyract, Variglass e, por último, o material Tetric. Quando estes resultados (Saliva artificial e ciclagens de pH) são comparados com os

apresentados com água desionizada, pode-se observar uma inversão no comportamento dos materiais. Neste último meio, o material que liberou mais flúor foi o Chelon-Fil, seguido pelo Vitremer, Variglass, Dyract e por último o material Tetric, apresentando diferença estatisticamente significativa. Nossos resultados estão de acordo com EL-MALLAKH & SARKAR¹⁴, que, comparando tanto o flúor total liberado quanto o flúor diário de materiais imersos em água desionizada e saliva artificial, notaram uma inversão de comportamento dos cimentos ionoméricos, diferença na quantidade e padrão de liberação de flúor nos dois meios estudados. Enquanto em saliva artificial o material Ketac-Fil liberou 22% mais flúor que o material Fuji-II, este último material em água desionizada liberou 40% mais flúor que o Ketac-Fil, concluindo que a água desionizada não representa a liberação real no ambiente bucal, pois, além da quantidade de flúor liberada depender do material, depende também do meio de imersão. Isso sugere que água desionizada não é o meio adequado para avaliar comparativamente a liberação de flúor de materiais.

Por outro lado, quando foi comparado no presente estudo a liberação de flúor dos materiais dentro de cada meio estudado, levando em consideração os dias (Tab. V a XIV), observou-se inversão de comportamento dos materiais também nas comparações entre saliva artificial e ciclagens de pH, exceto nos dias 2, 3 e 4. Assim sendo, apesar da saliva artificial representar fisiologicamente o meio bucal, ela não simula a dinâmica do processo de cárie, parecendo também não ser o meio mais adequado para avaliar comparativamente a liberação de flúor em termos de potencial cariostático. Nossos resultados estão de acordo com TEN CATE⁴⁶, quando ele afirma que, para simular o padrão *in vivo* e estudar o efeito de substâncias que previnem cárie, o sistema de ciclagens de pH, utilizando soluções desmineralizante e remineralizante, é o mais indicado, pois as alternâncias de pH que ocorrem no ambiente oral são imitadas em um modelo laboratorial. Em acréscimo, o modelo de ciclagens de pH por 15 dias utilizado no presente trabalho mostra correlação clínica com o desenvolvimento de cárie em pacientes que utilizaram "brackets" ortodônticos por 30 dias¹⁵.

Assim sendo, os resultados deste experimento deixam evidente o potencial anticariogênico de ionômero de vidro e resina composta com flúor,

porém enfatiza a necessidade de se utilizar uma metodologia para verificação da liberação de flúor de materiais dentários que simule o máximo possível o ambiente oral, levando em consideração o mecanismo de ação do flúor e a dinâmica do processo de cárie.

CONCLUSÃO

7. CONCLUSÃO

A análise dos resultados permite-nos concluir que em relação a:

1- MATERIAL: o Vitremer apresentou maior liberação de flúor, seguido do Chelon-fil, Dyract, Variglass e Tetric, sendo as diferenças estatisticamente significantes ($P < 0,05$).

2- MEIO DE IMERSÃO:

a) Houve sempre uma tendência de liberação de flúor maior em ciclagens de pH (Des-Re) do que em água, e desta em relação à saliva artificial;

b) A água não parece ser o meio mais adequado para avaliar a liberação de flúor de materiais dentários, ocorrendo inclusive inversão da quantidade liberada pelos mesmos ($P < 0,05$) quando os meios são considerados;

c) Considerando que a liberação de flúor na saliva artificial em relação às soluções Des-Re é diferente quantitativa e qualitativamente e, embora a primeira represente fisiologicamente o meio bucal, a segunda seria mais indicada para avaliar o potencial anticariogênico dos materiais, pois simula melhor a dinâmica do processo cárie.

3- TEMPO: Para todos os materiais, independente dos tratamentos, o padrão de liberação de flúor em função do tempo foi semelhante, houve uma maior liberação nos primeiros dias, com decréscimo brusco desta, atingindo um decréscimo mais lento até chegar a um nível quase constante.

RESUMO

8. RESUMO

A maior parte dos estudos realizados a respeito da avaliação da liberação de flúor de materiais restauradores tem sido feita em água destilada ou saliva artificial, que não simulam a dinâmica do meio bucal, ocorrendo até inversão de resultados, quando comparados com os resultados *in vivo*. Por isso resolvemos avaliar a liberação de flúor de diferentes cimentos de ionômero de vidro e resinas compostas em função do tempo de imersão em diferentes soluções, considerando a dinâmica do processo de cárie (des-remineralização). Para isso utilizamos os seguintes materiais restauradores: Chelon-fil (ESPE), Vitremer (3M), Variglass (Dentsply), Dyract (Dentsply) e Tetric (Vivadent). Confeccionamos 18 amostras cilíndricas (área=1,65 cm²) de cada material, essas amostras foram imersas individualmente em 2 ml de cada solução estudada (6 amostras para cada solução). As soluções utilizadas foram água desionizada, saliva artificial e ciclagens de pH, deixando as amostras 6h na solução desmineralizante (Ca e P 2,0 mM, pH 4,3) e depois por 18h na solução remineralizante (Ca 1,5 mM, P 0,9 mM, pH 7,0). Essas soluções foram trocadas diariamente e armazenadas durante 15 dias. A liberação de flúor foi determinada após adição de volume igual de tampão TISAB II às soluções. Para a análise da concentração de flúor foi utilizado um eletrodo específico para flúor Orion 96-09, acoplado a um analisador de íons Orion EA-940. A liberação de flúor (média e desvio padrão) em µg F/cm² foi: em água desionizada- **CHE**=7,6170±0,7619 a, **VIT**=5,9095±0,7939 b, **VAR**=2,7154±0,2463 c, **DYR**=1,4973±0,1699 d, **TET**=0,1361±0,0162 e; em saliva artificial- **VIT**=3,1330±0,3601 a, **CHE**=1,2605±0,0842 b, **DYR**=1,2001±0,0519 b, **VAR**=0,7997±0,0981 c, **TET**=0,0741±0,0038 d; e nas ciclagens de pH- **VIT**=12,2727±1,1577 a, **CHE**=8,3472±0,5132 b, **DYR**=7,8196±0,6534 c, **VAR**=6,1725±0,2447 d, **TET**=0,2777±0,0234 e. Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%. Os dados sugerem que a comparação de liberação de flúor de materiais dentários pode mudar quando os meios de imersão são considerados.

SUMMARY

9. SUMMARY:

Most of data reported on release of fluoride from dental materials cements are based upon measurements made in de-ionized water and artificial saliva, which do not simulate the dynamic of caries development. So, the purpose of this study was to determine the levels of fluoride release from different glass ionomer cements and composite in function of the time and different storage solutions, considering the dynamic of caries process (pH-cycling). The materials used were: Chelon Fil-ESPE (CHE), Vitremer-3M (VIT), Variglass-DENTSPLY (VAR), Dyract-DENTSPLY (DYR) and Tetric-VIVADENT (TET). Eighteen cylindrical samples (area=1.65 cm²) of each material were prepared; each sample was then suspended individually in a plastic tube containing 2 ml of each studied solution (6 samples for each solution). The studied solutions were deionized water, artificial saliva and pH cycling, remaining 6h in desmineralization solution (Ca and P 2.0 mM, pH 4.3) and then for a period of 18h in remineralization solution (Ca 1.5mM, P 0.9mM, pH 7.0). All solutions were changed daily during 15 days. Fluoride releasing was determined after buffering the solution with equal volume of TISAB. For the fluoride analysis it was used a fluoride electrode, Orion 96-09, and an ionalyser Orion EA 940. The fluoride released (mean \pm standard error) in $\mu\text{gF}/\text{cm}^2$ were: in de-ionized water- CHE=7.6170 \pm 0.7319 a, VIT=5.9095 \pm 0.7939 b, VAR=2.7154 \pm 0.2463 c, DYR=1.4973 \pm 0.1699 d, TET=0.1361 \pm 0.0162 e; in artificial saliva- VIT=3.1330 \pm 0.3601 a, CHE=1,2605 \pm 0.0842 b, DYR=1.2001 \pm 0.0519 b, VAR=0.7997 \pm 0.0981 c, TET=0,0741 \pm 0.0038 d; and in pH cycling- VIT=12.2727 \pm 1.1577 a, CHE=8.3472 \pm 0.5132 b, DYR=7.8196 \pm 0.6534 c, VAR=6.1725 \pm 0.2447 d, TET=0.2777 \pm 0.0234 e. Means followed by different letters were significant (5%). **The data suggest that the comparison of fluoride releasing from dental materials can change when the media are considered.**

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Restorative materials containing fluoride: Council on Dental Materials, Instruments and Equipment. J. Am. Dent. Ass., Chicago, v.116, n.6, p.762-763, May, 1988.
2. ARENDS, J., CHRISTOFFERSEN, J. Nature and role of loosely bound fluoride in dental caries. J. dent. Res., Washington, v.69, p.601-605, Feb.1990 [Special Issue].
3. _____, RUBEN, J. Fluoride release from a composite resin. Quintess. Int., Berlin, v.19, n.7, p.513-514, July, 1988.
4. _____, _____, DIJKMAN, A.G. The effect of fluoride release from a fluoride-containing composite resin on secondary caries: an *in vitro* study. Quintess. Int., Berlin, v.21, n.8, p.671-674, Aug. 1990.
5. COOLEY, R.L., SANDOVAL, V.A., BARNWELL, S.E. Fluoride release and color stability of a fluoride-containing composite resin. Quintess. Int., Berlin, v.19, n.12, p.899-903, Dec. 1988.
6. CRANFIELD, M., KUHN, A.T., WINTER, G.B. Factors relating to the rate fluoride-ion release from glass ionomer cement. J. Dent., Bristol, v.10, n.4, p.333-341, Dec. 1982.
7. CREANOR, S.L. et al.. Fluoride uptake and release characteristics of glass ionomer cements. Caries Res., Basel, v.28, n.5, p.322-328, Sep./Oct. 1994.
8. CURY, J.A. Uso do flúor. In: BARATIERI, L.N. et al.. Dentística - procedimentos preventivos e restauradores. Rio de Janeiro: Ed. Santos; Quintessence, 1992. p.43-67.

9. CURY, J.A., SAAD, J.R.C., RODRIGUES JUNIOR., A.L. Liberação de flúor do selante na água, saliva e soluções desmineralizante - remineralizante. RGO, Porto Alegre, v.41, n.5, p.273-275, set./out.1993.
10. DERKSON, G.D., POON, P.J., RICHARDSON, A.S. Fluoride release a silicophosphate cement with added fluoride. J. dent. Res., Washington, v.61, n.5, p.660-664, May, 1982.
11. DE SCHEPPER, E.J. et al.. A comparative study of fluoride release from glass-ionomer cements. Quintess. Int., Berlin, v.22, n.3, p.215-220, Mar. 1991.
12. DIKMAN, G.E.H.M., ARENDS, J. Fluoride release from composites; a correlation with in situ data. J. dent. Res., Washington, v.74, n.4, p.950, 1994. [abstract, 90]
13. _____. et al.. Long-term fluoride release of visible light-activated composites *in vitro*: a correlation with *in situ* demineralisation data. Caries Res., Basel, v. 27, n.2, p.117-123, Mar./Abr. 1993.
14. EL MALLAKH, B.F., SARKAR, N.K. Fluoride release from glass-ionomer cements in de-ionized water and artificial saliva. Dent. Mater., Washington, v.6, n.2, p.118-122, Apr. 1990.
15. FEATHERSTONE, J.D.B., et al.. Enhancement of remineralization *in vitro* and *in vivo*. In: LEACH, S.A. Factors relating to demineralization and remineralization of the teeth. Oxford: IRL Pr.,1986. p.23-34.
16. FORSS, H. Release of fluoride and other elements from light-cured glass ionomers in neutral and acidic conditions. J. dent. Res., Washington, v.72, n.8, p.1257-1262, Aug. 1993.

17. FORSS, H., SEPPÄ, L. Prevention of enamel demineralization adjacent to glass ionomer filling materials. Scand. J. dent. Res., Copenhagen, v.98, n.2, p.173-178, Apr. 1990.
18. FORSTEN, L. Fluoride release from a glass ionomer cement. Scand. J. dent. Res., Copenhagen, v.85, n.6, p.503-504., Nov. 1977.
19. _____. Fluoride release uptake by glass ionomers. Scand. J. dent. Res., Copenhagen, v.99, n.3, p.241-245, June, 1991.
20. _____. Short and long term fluoride release from glass ionomers and other fluoride containing filling material *in vitro*. Scand. J. dent. Res., Copenhagen, v.98, n.2, p.179-185, Apr. 1990.
21. _____, PAUNIO, I.K. Fluoride release by silicate cements and composite resins. Scand. J. dent. Res., Copenhagen, v.80, n.6, p.515-519, Nov. 1972.
22. HATIBOVIC-KOFMAN, S., KOCH, G. Fluoride release from glass ionomer cement *in vivo* and *in vitro*. Swed. dent. J., Stockholm, v.15, n.6, p.253-258, Dec. 1991.
23. HÖRSTED-BINDSLEV, P., LARSEN, M.J. Release of fluoride from conventional and metal-reinforced glass-ionomer cements. Scand. J. dent. Res., Copenhagen, v.98, n.5, p.451-455, Oct. 1990.
24. _____, _____. Release of fluoride from light cured lining materials. Scand. J. dent. Res., Copenhagen, v.99, n.1, p.86-88, Feb. 1991.
25. JONES, B., KENWARD, C. Design and analysis of cross over trials. London: Chapman and Hall, 1989. 340 p.

26. LAMBERT, R.L. Glass ionomer cements. J. Coll. dent. Ass., Denver, v.69, n.2, p.14-18, Oct. 1990.
27. LEGRAND, M., CARLINI, C., CIMASONI, G. Fluoride content and liberation from dental cements and filling materials. Helv. odont. Acta, Zurich, v.18, p.114-118, Oct. 1974.
28. LYNCH, E., TAY, W.M. Fluoride release from light cured glass-ionomer cements. J. dent. Res., Washington, v.68, p.1014, 1989. [abstract, 1179]
29. McKNIGHT-HANES, C., WHITFORD, G.M. Fluoride release from three glass ionomer materials and the effect of varnishing with or without finishing. Caries Res., Basel, v.26, n.5, p.345-350, Nov./Dec. 1992.
30. McLEAN, J.W., NICHOLSON, J.W., WILSON, A.D. Proposed nomenclature for glass-ionomer dental cements and related materials. Quintess. Int., Berlin, v.25, n.9, p.587-589, Sept. 1994.
31. MALDONADO, A., SWARSTZ, M.L., PHILLIPS, R.W. An *in vitro* study of certain properties of a glass ionomer cements. J. Am. dent. Ass., Chicago, v.96, n.5, May, 1978.
32. MERYON, S.D., SMITH, A.J. A comparison of fluoride release from three glass ionomer cements and a polycarboxylate cement. Int. Endod., Oxford, v.17, n.1, p.16-24, Jan. 1984.
33. MUZYNSKI, B.L. et al. Fluoride release from glass ionomers used luting agents. J. prost. Dent., St. Louis, v.60, n.1, p.41-44, July, 1988.
34. PEREIRA, A.R., ARRUDA, H.V. Ajuste prático de curvas na pesquisa biológica. São Paulo: Fundação Cargill, 1987.

35. PHILLIPS, R.W. Cimentos para restaurações. In: SKINNER, E.W. Materiais dentários de Skinner. 8. ed., Rio de Janeiro: Interamericana, 1984. cap.30, p.351-366.
36. RAWLS, H.R. Preventive dental materials: sustained delivery of fluoride and other therapeutic agents. Adv. dent. Res., Washington, v.5, p.50-55, Dec. 1991.
37. SERRA, M.C., CURY, J.A. The *in vitro* effect of glass-ionomer cement restoration on enamel subjected to a demineralization and remineralization model. Quintess. Int., Berlim, v.23, n.2, p.143-147, Feb. 1992.
38. SMITH, D.C. Composition and characteristics of glass ionomer cements. J. Am. dent. Assoc., Chicago, v.120, n.1, p.20-22, Jan. 1990.
39. STANNARD, J.G., VIAZIS, A.D. Effect of fluoride from dental materials on acid demineralization of enamel. Operative. dent., Seattle, v.13, n.2, p.58-65, Spring, 1988.
40. SWARTZ, M.L., PHILIPS, R.W., CLARK, H.E. Long-term fluoride release from glass ionomer cements. J. dent. Res., Washington, v.63, n.2, p.158-160, Feb. 1984.
41. SWARTZ, M.L., et al.. Fluoride distribution in teeth using a silicate model. J. dent. Res., Washington, v.59, n.10, p.1596-1603, Oct. 1980.
42. SWIFT, E.J.J. Fluoride-containing restorative materials. Clin. prev. Dent., Philadelphia, v.10, n.6, p.19-24, Nov.-Dec. 1988.
43. _____. Fluoride release from two composite resins. Quintess. Int., Berlim, v.20, n.12, p.895-897, Dec. 1989.

44. TAY, W.M., BRADEN, M. Fluoride ion diffusion from polyalkenoate (glass ionomer) cement. Biomaterials, Surrey, v.9, n.5, p.454-456, Sept. 1988.
45. TEMIN, S.C., CSUROS, Z. Long-term fluoride release from a composite restorative. Dent. Mater., Washington, v.4, n.4, p.184-186, Aug. 1988.
46. TEN CATE, J.M. *In vitro* studies on the effect of fluoride on de- and remineralization. J. dent. Res., Washington, v.69, p.614-619, Feb.1990. [Special Issue]
47. THORNTON, J.B.; RETIEF, D.H.; BRADLEY, E.L. Fluoride release from and tensile bond strenght of ketac-fil and ketac-silver to enamel end dentin. Dent. Mater., Washington, v.2, n.6, p.241-245, Dec. 1986.
48. TURPIN-MAIR, J.S., RAWLS, H.R., CHRISTENSEN, L.V. An *in vitro* study of caries prevention, cavity adaptation, homogeneity and microleakage of a new fluoride-releasing resin. J. oral Rehabil., Oxford, v.9, n.6, p.523-530, Nov. 1982.
49. TVEIT, A.B., GJERDET, N.R. Fluoride release from a fluoride-containing amalgam, a glass ionomer cement and a silicate cement in artificial saliva. J. oral Rehabil., Oxford, v.8, n.3, p.237-241, May, 1981.
50. VERBEECK, R.M.H. et al.. The short-term fluoride release of a hand-mixed vs.capsulated system of a restorative glass-ionomer cement. J. dent. Res., Washington, v.72, n.3, p.577-581, Mar. 1993.
51. WILSON, A.D., GROFFMAN, D.M., KUHN, A.T. The release of fluoride and other chemical species from a glass-ionomer cement. Biomaterials, Surrey, v.6, n.6, p.431-433, Nov. 1985.

52. WILSON, A.D., KENT, B.E. A new translucent cement for dentistry. The glass ionomer cement. Br. dent. J., v.132, n.4, p.133-135, 1972.

APÊNDICE

QUADRO I - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) da água desionizada, liberado pelo material Chelon-fil.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	20,16	13,52	14,88	27,4	12,84	12,72	16,92	4,932921
2	11,52	8,94	9,8	15,12	7,94	6,38	9,95	2,591783
3	6,82	6,54	7,96	10,54	6,36	5,82	7,34	1,454333
4	7,76	5,76	7,1	8,82	4,98	5,18	6,6	1,302217
5	6,74	4,82	5,82	4,18	4,62	3,7	4,98	0,943912
7	4,64	3,8	4,5	5,44	3,56	3,68	4,27	0,613165
9	4,24	3,26	3,9	4,56	3,2	2,78	3,6566	0,579400
11	3,64	2,92	3,4	3,6	2,7	2,82	3,18	0,351324
13	3,64	2,54	3,32	3,64	2,56	2,36	3,01	0,497967
15	3,34	2,36	3,24	3,54	2,64	2,52	2,94	0,416241

QUADRO II- Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) da água desionizada, liberado pelo material Vitremer.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	17,28	17,32	21,56	17,32	18,84	21,48	18,966	1,745448
2	6,44	6,68	7,94	7,22	7,82	7,88	7,33	0,553095
3	4,2	4,36	5,26	4,68	5,26	5,3	4,8433	0,419171
4	3,5	3,72	4,16	3,58	4,42	4,78	4,0266	0,432754
5	2,72	2,86	3,32	2,86	3,5	5,04	3,3833	0,731918
7	1,97	2,48	2,46	2,3	2,56	3	2,4616	0,284776
9	1,788	2,46	2,1	1,938	2,18	2,34	2,1343	0,210480
11	1,462	2,04	1,93	1,938	2,04	2,16	1,9283	0,205694
13	1,456	1,984	1,886	1,816	2,02	2,1	1,877	0,193711
15	1,604	1,894	1,844	1,654	1,886	1,96	1,807	0,121423

QUADRO III - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) da água desionizada, liberado pelo material Variglass.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	5,52	4,76	6,52	6,56	5,74	6,68	5,9633	0,640751
2	3,86	3,38	4,02	3,98	3,48	4,7	3,9033	0,398054
3	2,68	2,32	3,12	2,98	2,3	3,38	2,7966	0,371470
4	2,06	1,908	1,532	2,26	1,8	2,6	2,0266	0,314965
5	1,886	1,808	2,11	2,04	1,78	2,42	2,0073	0,202850
7	1,348	1,104	1,592	1,52	1,384	1,76	1,4513	0,191098
9	1,086	0,944	1,32	1,368	1,078	1,394	1,1983	0,157507
11	0,87	0,896	1,544	1,076	0,99	1,25	1,1043	0,216040
13	0,946	0,914	1,154	1,086	0,93	1,118	1,0246	0,089918
15	0,856	0,83	1,056	0,954	0,816	1,06	0,9286	0,093970

QUADRO IV - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) da água desionizada, liberado pelo material Dyract.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	4,28	4,28	4,5	4,6	4,76	3,94	4,3933	0,244871
2	1,018	1,208	1,452	1,256	1,302	1,038	1,2123	0,139162
3	0,926	0,918	1,34	1,114	1,036	0,882	1,036	0,145523
4	0,912	0,822	0,988	1,03	0,994	0,862	0,9346	0,069633
5	0,854	1,038	1,002	0,484	0,934	0,724	0,8393	0,175120
7	0,594	0,732	1,028	1,298	1,174	0,786	0,9353	0,232141
9	0,652	0,748	0,876	1,102	0,966	0,726	0,845	0,142663
11	0,642	0,578	0,786	0,822	0,818	0,72	0,7276	0,084734
13	0,598	0,648	0,786	0,858	0,936	0,782	0,768	0,107000
15	0,684	0,71	0,802	0,734	0,318	0,726	0,6623	0,146386

QUADRO V - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) da água desionizada, liberado pelo material Tetric.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	0,17	0,3	0,1532	0,26	0,23	0,69	0,3005	0,167778
2	0,234	0,0968	0,0802	0,1622	0,364	0,276	0,2022	0,092759
3	0,1886	0,0614	0,0608	0,0704	0,0898	0,222	0,1155	0,060118
4	0,0766	0,0556	0,0736	0,0508	0,0758	0,125	0,0762	0,022226
5	0,0826	0,0758	0,0502	0,0904	0,0766	0,1096	0,0808	0,016491
7	0,1036	0,052	0,0368	0,056	0,0754	0,1196	0,0739	0,027122
9	0,0742	0,0798	0,0542	0,0712	0,0882	0,1318	0,0832	0,022247
11	0,0706	0,0668	0,0368	0,0474	0,0862	0,0912	0,0665	0,017976
13	0,0542	0,0568	0,0314	0,0486	0,0506	0,1004	0,057	0,019487
15	0,0744	0,069	0,0602	0,074	0,082	0,0432	0,0671	0,011620

QUADRO VI - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) da solução de saliva artificial, liberado pelo material Chelon-fil.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	2,04	2,08	2,8	3,06	2,48	2,08	2,4233	0,365109
2	1,11	1,062	1,312	1,722	1,302	1,208	1,286	0,199379
3	0,968	0,896	1,092	1,26	1,016	0,978	1,035	0,107765
4	0,912	0,88	1,192	1,366	1,148	1,014	1,0853	0,156466
5	0,824	0,8	1,174	1,18	0,962	0,93	0,9783	0,139989
7	0,702	0,662	0,9	1,02	0,848	0,888	0,8366	0,112776
9	0,66	0,552	0,72	0,922	0,724	0,678	0,7093	0,102626
11	0,618	0,546	0,752	0,756	0,68	0,644	0,666	0,068535
13	0,59	0,592	0,704	0,756	0,648	0,634	0,654	0,055136
15	0,652	0,568	0,746	1,07	0,678	0,644	0,7263	0,150334

QUADRO VII - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) da solução de saliva artificial, liberado pelo material Vitremer.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	7,9	7,78	9	7,4	8,36	8,06	8,0833	0,464440
2	5	4,98	5,7	5,7	5,56	5,92	5,4766	0,333195
3	2,72	2,48	3,2	3	3,8	2,48	2,9466	0,427974
4	2,06	1,876	2,46	2,3	2,92	1,994	2,2683	0,324036
5	1,722	1,564	2	1,816	2,14	1,626	1,8113	0,187898
7	1,322	1,208	1,342	1,39	1,496	1,266	1,3373	0,084533
9	1,038	1,014	1,086	1,042	1,198	1,066	1,074	0,055425
11	0,986	0,912	1,194	1,118	1,184	1,002	1,066	0,097997
13	0,78	0,746	1,018	0,95	1,096	0,832	0,9036	0,118018
15	0,874	0,81	0,954	0,87	0,996	0,81	0,8856	0,064003

QUADRO VIII - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) da solução de saliva artificial, liberado pelo material Variglass.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	2,9	1,618	1,694	2,04	1,242	2,64	2,0223	0,538825
2	2,14	0,838	0,776	1,132	0,674	1,778	1,223	0,508025
3	1,278	0,506	0,454	0,716	0,508	1,138	0,7666	0,301077
4	0,964	0,366	0,352	0,576	0,32	0,988	0,5943	0,261338
5	0,83	0,338	0,336	0,504	0,29	0,774	0,512	0,200131
7	0,614	0,272	0,264	0,33	0,216	0,516	0,3686	0,134694
9	0,402	0,204	0,2	0,272	0,1672	0,384	0,2715	0,084712
11	0,362	0,212	0,185	0,234	0,1492	0,364	0,2510	0,077107
13	0,362	0,1876	0,192	0,234	0,165	0,324	0,2441	0,068190
15	0,334	0,1908	0,1944	0,9	0,1472	0,304	0,3450	0,237670

QUADRO IX - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) da solução de saliva artificial, liberado pelo material Dyract.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	1,698	2	2	1,986	1,708	1,714	1,851	0,133766
2	1,074	1,434	1,364	1,282	1,072	1,08	1,2176	0,137925
3	0,714	0,95	0,93	0,968	0,81	0,828	0,8666	0,083868
4	0,708	0,86	0,91	0,93	0,878	0,9	0,8643	0,067944
5	0,694	0,82	0,892	0,82	1,032	0,862	0,8533	0,093427
7	0,684	0,646	0,726	0,706	0,794	0,854	0,735	0,064460
9	0,774	0,832	0,78	0,876	0,934	0,872	0,8446	0,052160
11	0,902	0,874	1,038	1,02	0,776	0,934	0,924	0,082114
13	0,7	0,866	0,978	1,256	0,848	0,85	0,9163	0,159274
15	0,686	0,926	0,88	0,838	0,848	0,796	0,829	0,069682

QUADRO X - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) da solução de saliva artificial, liberado pelo material Tetric.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	0,138	0,111	0,1172	0,0942	0,0882	0,1136	0,1103	0,014994
2	0,0892	0,091	0,0852	0,0774	0,0846	0,1032	0,0884	0,007291
3	0,0838	0,0614	0,0652	0,0694	0,0662	0,0802	0,0710	0,007558
4	0,0624	0,0486	0,0652	0,0762	0,06	0,0662	0,0631	0,007615
5	0,0816	0,0638	0,0684	0,0592	0,0544	0,0724	0,0666	0,008222
7	0,0534	0,0434	0,0414	0,0394	0,0368	0,0472	0,0436	0,005039
9	0,0454	0,0504	0,0464	0,0464	0,0398	0,0564	0,0474	0,004686
11	0,0426	0,0344	0,0374	0,029	0,0332	0,0356	0,0353	0,003829
13	0,0656	0,0514	0,0576	0,038	0,0402	0,0414	0,0490	0,009346
15	0,0454	0,0404	0,0354	0,0346	0,0316	0,0336	0,0368	0,004325

QUADRO XI - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) das soluções das ciclagens da pH (Des-Re-), liberado pelo material Chelon-fil.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	10,86	13,34	17,4	14,64	16,54	13,56	14,39	1,99990
2	8,4	9,7	11,44	8,62	10,44	10,3	9,8166	0,97906
3	6,54	8,02	9,52	8,54	8,8	8,76	8,3633	0,85853
4	5,952	7,18	7,62	6,78	8,46	7,76	7,292	0,73300
5	5,192	6,26	6,76	6,1	7,44	6,62	6,3953	0,63564
7	4,07	4,74	6,38	5,2	5,78	5,608	5,2963	0,68952
9	3,844	4,548	4,738	4,474	5,128	4,908	4,6066	0,37465
11	3,452	4,216	5,028	3,968	4,788	4,37	4,3036	0,47948
13	3,55	4,012	4,798	4,054	4,654	4,38	4,2413	0,39006
15	3,396	3,998	4,772	3,86	4,518	4,346	4,1483	0,42027

QUADRO XII - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) das soluções das ciclagens da pH (Des-Re-), liberado pelo material Vitremer.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	28,34	26,58	32,4	32,28	29,28	31,32	30,033	1,98798
2	14,82	13,52	14,74	15,18	14,52	17,24	15,003	1,03996
3	11,32	10,22	11,38	11,34	10,52	11,8	11,096	0,50499
4	9,54	8,74	6,82	9,54	9,32	10,14	9,0166	0,98586
5	8,04	7,64	8,26	8,34	7,96	8,1	8,0566	0,20932
7	6,46	6,18	7	6,86	6,72	7,24	6,7433	0,32167
9	5,74	5,62	6,1	5,68	5,62	6,16	5,82	0,20701
11	5,58	5,084	5,32	5,572	5,72	5,58	5,476	0,19580
13	4,938	4,548	4,818	4,92	5,1	5,64	4,994	0,30869
15	5,42	4,52	4,98	4,96	5,1	5,14	5,02	0,24957

QUADRO XIII - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) das soluções das ciclagens da pH (Des-Re-), liberado pelo material Variglass.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	7,96	6,53	5,704	7,046	6,39	6,114	6,624	0,66901
2	5,59	6,43	3,594	4,932	6,04	3,992	5,0963	0,95741
3	7,18	7,22	4,762	6,026	7,08	4,05	6,053	1,15672
4	6,72	7,12	5,848	6,254	7,86	4,308	6,3516	1,03100
5	6,4	6,88	5,952	6,7	7,8	5,308	6,5066	0,71766
7	5,16	5,46	6,826	5,88	6,28	5,772	5,8963	0,50139
9	3,924	4,32	5	4,74	4,64	5,088	4,6186	0,36890
11	3,78	3,458	4,128	3,722	4,05	4,074	3,8686	0,22049
13	2,87	2,9	3,304	3,12	2,978	3,662	3,139	0,25537
15	2,398	2,524	3,006	2,712	2,93	3,072	2,7736	0,23135

QUADRO XIV - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) das soluções das ciclagens da pH (Des-Re-), liberado pelo material Dyract.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	17,994	17,806	20,11	17,47	14,944	14,69	17,169	1,72885
2	9,712	8,888	10,44	8,268	9,118	9,124	9,2583	0,62767
3	7,466	7,158	7,16	6,446	7,35	8,222	7,3003	0,48538
4	7,284	6,086	6,644	6,196	6,736	6,04	6,4976	0,40821
5	6,23	6,106	6,078	5,58	5,938	6,304	6,0393	0,21830
7	5,522	5,098	6,378	4,432	4,828	4,726	5,164	0,59123
9	4,076	3,734	4,418	3,404	3,61	3,734	3,8293	0,30579
11	3,454	3,002	3,936	3	3,124	3,376	3,3153	0,30292
13	3,268	3,094	3,624	2,968	2,85	3	3,134	0,23477
15	2,666	2,73	3,224	2,714	2,686	2,844	2,8106	0,17899

QUADRO XV - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor (ppm) das soluções das ciclagens da pH (Des-Re-), liberado pelo material Tetric.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	0,645	0,5422	0,799	0,534	0,4256	0,4544	0,5667	0,11605
2	0,3756	0,4254	0,4628	0,4374	0,3234	0,3214	0,391	0,05090
3	0,2856	0,2286	0,2328	0,3364	0,3158	0,2332	0,2720	0,03995
4	0,261	0,195	0,2102	0,2624	0,233	0,2168	0,2297	0,02333
5	0,2318	0,1924	0,1676	0,2312	0,1696	0,1594	0,192	0,02746
7	0,1916	0,1686	0,1566	0,2298	0,141	0,1264	0,169	0,03153
9	0,1264	0,112	0,1136	0,1386	0,1224	0,124	0,1228	0,00815
11	0,158	0,1186	0,121	0,1314	0,116	0,1056	0,1251	0,01532
13	0,1094	0,1152	0,1272	0,1038	0,126	0,111	0,1154	0,00794
15	0,1208	0,099	0,1074	0,1128	0,1042	0,1016	0,1076	0,00679

QUADRO XVI - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) da água desionizada, liberado pelo material Chelon-fil.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	24,433	16,386	18,034	33,208	15,562	15,416	20,507	5,97870
2	13,962	10,835	11,877	18,325	9,6232	7,7325	12,059	3,14124
3	8,2658	7,9264	9,6475	12,774	7,7083	7,0538	8,8960	1,76265
4	9,4051	6,9811	8,6052	10,689	6,0357	6,2781	7,9992	1,57828
5	8,1688	5,8418	7,0538	5,0661	5,5994	4,4844	6,0357	1,14402
7	5,6236	4,6056	5,454	6,5932	4,3147	4,4601	5,1752	0,74315
9	5,1388	3,9511	4,7268	5,5267	3,8784	3,3693	4,4318	0,70223
11	4,4116	3,5390	4,1208	4,3632	3,2724	3,4178	3,8541	0,42580
13	4,4116	3,0784	4,0238	4,4116	3,1027	2,8603	3,6481	0,60353
15	4,0480	2,8603	3,9268	4,2904	3,1996	3,0542	3,5632	0,50448

QUADRO XVII - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) da água desionizada, liberado pelo material Vitremer.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	20,943	20,991	26,130	20,991	22,834	26,033	22,987	2,11548
2	7,8052	8,0961	9,6232	8,7506	9,4778	9,5505	8,8839	0,67035
3	5,0904	5,2843	6,3751	5,6721	6,3751	6,4236	5,8701	0,50803
4	4,242	4,5086	5,0419	4,3389	5,3570	5,7933	4,8803	0,52449
5	3,2966	3,4663	4,0238	3,4663	4,242	6,1084	4,1006	0,88708
7	2,3876	3,0057	2,9815	2,7876	3,1027	3,636	2,9835	0,34514
9	2,1670	2,9815	2,5452	2,3488	2,6421	2,8360	2,5868	0,25510
11	1,7719	2,4724	2,3391	2,3488	2,4724	2,6179	2,3371	0,24930
13	1,7646	2,4046	2,2858	2,2009	2,4482	2,5452	2,2749	0,23477
15	1,9440	2,2955	2,2349	2,0046	2,2858	2,3755	2,1900	0,14716

QUADRO XVIII - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) da água desionizada, liberado pelo material Variglass.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	6,6902	5,7691	7,9022	7,9507	6,9568	8,0961	7,2275	0,77659
2	4,6783	4,0965	4,8722	4,8237	4,2177	5,6964	4,7308	0,48244
3	3,2481	2,8118	3,7814	3,6117	2,7876	4,0965	3,3895	0,45022
4	2,4967	2,3124	1,8567	2,7391	2,1816	3,1512	2,4563	0,38173
5	2,2858	2,1912	2,5573	2,4724	2,1573	2,9330	2,4328	0,24585
7	1,6337	1,3380	1,9295	1,8422	1,6774	2,1331	1,7590	0,23161
9	1,3162	1,1441	1,5998	1,6580	1,3065	1,6895	1,4523	0,19089
11	1,0544	1,0859	1,8713	1,3041	1,1998	1,515	1,3384	0,26184
13	1,1465	1,1077	1,3986	1,3162	1,1271	1,3550	1,2418	0,10898
15	1,0374	1,0059	1,2798	1,1562	0,9889	1,2847	1,1255	0,11389

QUADRO XIX - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) da água desionizada, liberado pelo material Dyract.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	5,1873	5,1873	5,454	5,5752	5,7691	4,7752	5,3247	0,29678
2	1,2338	1,4640	1,7598	1,5222	1,5780	1,2580	1,4693	0,16866
3	1,1223	1,1126	1,6240	1,3501	1,2556	1,0689	1,2556	0,17637
4	1,1053	0,9962	1,1974	1,2483	1,2047	1,0447	1,1328	0,08439
5	1,0350	1,2580	1,2144	0,5866	1,1320	0,8774	1,0172	0,21224
7	0,7199	0,8871	1,2459	1,5731	1,4228	0,9526	1,1336	0,28135
9	0,7902	0,9065	1,0617	1,3356	1,1707	0,8799	1,0241	0,17290
11	0,7781	0,7005	0,9526	0,9962	0,9914	0,8726	0,8819	0,10269
13	0,7247	0,7853	0,9526	1,0398	1,1344	0,9477	0,9308	0,12968
15	0,8290	0,8605	0,9720	0,8896	0,3854	0,8799	0,8027	0,17742

QUADRO XX - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) da água desionizada, liberado pelo material Tetric.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	0,2060	0,3636	0,1856	0,3151	0,2787	0,8362	0,3642	0,20334
2	0,2836	0,1173	0,0972	0,1965	0,4411	0,3345	0,2450	0,11242
3	0,2285	0,0744	0,0736	0,0853	0,1088	0,2690	0,1399	0,07286
4	0,0928	0,0673	0,0892	0,0615	0,0918	0,1515	0,0923	0,02693
5	0,1001	0,0918	0,0608	0,1095	0,0928	0,1328	0,0980	0,01998
7	0,1255	0,0630	0,0446	0,0678	0,0913	0,1449	0,0895	0,03287
9	0,0899	0,0967	0,0656	0,0862	0,1068	0,1597	0,1008	0,02696
11	0,0855	0,0809	0,0446	0,0574	0,1044	0,1105	0,0805	0,02178
13	0,0656	0,0688	0,0380	0,0589	0,0613	0,1216	0,0690	0,02361
15	0,0901	0,0836	0,0729	0,0896	0,0993	0,0523	0,0813	0,01408

QUADRO XXI- Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) da solução de saliva artificial, liberado pelo material Chelon-fil.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	2,4724	2,5209	3,3936	3,7087	3,0057	2,5209	2,9370	0,44251
2	1,3453	1,2871	1,5901	2,0870	1,5780	1,4640	1,5586	0,24164
3	1,1732	1,0859	1,3235	1,5271	1,2313	1,1853	1,2544	0,13061
4	1,1053	1,0665	1,4447	1,6555	1,3913	1,2289	1,3154	0,18963
5	0,9986	0,9696	1,4228	1,4301	1,1659	1,1271	1,1857	0,16966
7	0,8508	0,8023	1,0908	1,2362	1,0277	1,0762	1,0140	0,13668
9	0,7999	0,6690	0,8726	1,1174	0,8774	0,8217	0,8597	0,12438
11	0,7490	0,6617	0,9114	0,9162	0,8241	0,7805	0,8071	0,08306
13	0,7150	0,7175	0,8532	0,9162	0,7853	0,7684	0,7926	0,06682
15	0,7902	0,6884	0,9041	1,2968	0,8217	0,7805	0,8803	0,18220

QUADRO XXII - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) da solução de saliva artificial, liberado pelo material Vitremer.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	9,5748	9,4293	10,908	8,9688	10,132	9,7687	9,797	0,56290
2	6,06	6,0357	6,9084	6,9084	6,7387	7,1750	6,6377	0,40383
3	3,2966	3,0057	3,8784	3,636	4,6056	3,0057	3,5713	0,51870
4	2,4967	2,2737	2,9815	2,7876	3,5390	2,4167	2,7492	0,39273
5	2,0870	1,8955	2,424	2,2009	2,5936	1,9707	2,1953	0,22773
7	1,6022	1,4640	1,6265	1,6846	1,8131	1,5343	1,6208	0,10245
9	1,2580	1,2289	1,3162	1,2629	1,4519	1,2919	1,3016	0,06717
11	1,1950	1,1053	1,4471	1,3550	1,4350	1,2144	1,2919	0,11877
13	0,9453	0,9041	1,2338	1,1514	1,3283	1,0083	1,0952	0,14303
15	1,0592	0,9817	1,1562	1,0544	1,2071	0,9817	1,0734	0,07757

QUADRO XXIII - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) da solução de saliva artificial, liberado pelo material Variglass.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	3,5148	1,9610	2,0531	2,4724	1,5053	3,1996	2,4510	0,65305
2	2,5936	1,0156	0,9405	1,3719	0,8168	2,1549	1,4822	0,61572
3	1,5489	0,6132	0,5502	0,8677	0,6156	1,3792	0,9292	0,36490
4	1,1683	0,4435	0,4266	0,6981	0,3878	1,1974	0,7203	0,31674
5	1,0059	0,4096	0,4072	0,6108	0,3514	0,9380	0,6205	0,24255
7	0,7441	0,3296	0,3199	0,3999	0,2617	0,6253	0,4468	0,16324
9	0,4872	0,2472	0,2424	0,3296	0,2026	0,4654	0,3290	0,10267
11	0,4387	0,2569	0,2242	0,2836	0,1808	0,4411	0,3042	0,09345
13	0,4387	0,2273	0,2327	0,2836	0,1999	0,3926	0,2958	0,08264
15	0,4048	0,2312	0,2356	1,0908	0,1784	0,3684	0,4182	0,28805

QUADRO XXIV - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) da solução de saliva artificial, liberado pelo material Dyract.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	2,0579	2,424	2,424	2,4070	2,0700	2,0773	2,2434	0,16212
2	1,3016	1,7380	1,6531	1,5537	1,2992	1,3089	1,4758	0,16716
3	0,8653	1,1514	1,1271	1,1732	0,9817	1,0035	1,0504	0,10164
4	0,8580	1,0423	1,1029	1,1271	1,0641	1,0908	1,0475	0,08234
5	0,8411	0,9938	1,0811	0,9938	1,2507	1,0447	1,0342	0,11323
7	0,8290	0,7829	0,8799	0,8556	0,9623	1,0350	0,8908	0,07812
9	0,9380	1,0083	0,9453	1,0617	1,1320	1,0568	1,0237	0,06321
11	1,0932	1,0592	1,2580	1,2362	0,9405	1,1320	1,1198	0,09952
13	0,8484	1,0495	1,1853	1,5222	1,0277	1,0302	1,1105	0,19304
15	0,8314	1,1223	1,0665	1,0156	1,0277	0,9647	1,0047	0,08445

QUADRO XXV - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) da solução de saliva artificial, liberado pelo material Tetric.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	0,1672	0,1345	0,1420	0,1141	0,1068	0,1376	0,1337	0,01817
2	0,1081	0,1102	0,1032	0,0938	0,1025	0,1250	0,1071	0,00883
3	0,1015	0,0744	0,0790	0,0841	0,0802	0,0972	0,0860	0,00916
4	0,0756	0,0589	0,0790	0,0923	0,0727	0,0802	0,0764	0,00923
5	0,0988	0,0773	0,0829	0,0717	0,0659	0,0877	0,0807	0,00996
7	0,0647	0,0526	0,0501	0,0477	0,0446	0,0572	0,0528	0,00610
9	0,0550	0,0610	0,0562	0,0562	0,0482	0,0683	0,0575	0,00567
11	0,0516	0,0416	0,0453	0,0351	0,0402	0,0431	0,0428	0,00464
13	0,0795	0,0622	0,0698	0,0460	0,0487	0,0501	0,0594	0,01132
15	0,0550	0,0489	0,0429	0,0419	0,0382	0,0407	0,0446	0,00524

QUADRO XXVI - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) das soluções das ciclagens de pH (Des-Re-), liberado pelo material Chelon-fil.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	13,1623	16,1681	21,0888	17,7437	20,0465	16,4347	17,440	2,42388
2	10,1808	11,7564	13,8653	10,4474	12,6533	12,4836	11,897	1,18662
3	7,9265	9,7202	11,5382	10,3505	10,6656	10,6171	10,136	1,04054
4	7,2138	8,7022	9,2354	8,2174	10,2535	9,4051	8,8379	0,88840
5	6,2927	7,5871	8,1931	7,3932	9,0173	8,0234	7,7511	0,77040
7	4,9328	5,7449	7,7326	6,3024	7,0054	6,7969	6,4191	0,83570
9	4,6589	5,5122	5,7425	5,4225	6,2151	5,9485	5,5832	0,45407
11	4,1838	5,1098	6,0939	4,8092	5,8031	5,2964	5,2160	0,58113
13	4,3026	4,8625	5,8152	4,9134	5,6406	5,3086	5,1404	0,47275
15	4,1160	4,8456	5,7837	4,6783	5,4758	5,2674	5,0277	0,50937

QUADRO XXVII - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) das soluções das ciclagens de pH (Des-Re-), liberado pelo material Vitremer.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	34,3481	32,2150	39,2688	39,1234	35,4874	37,9598	36,400	2,40943
2	17,9618	16,3862	17,8649	18,3982	17,5982	20,8949	18,184	1,26044
3	13,7198	12,3866	13,7926	13,7441	12,7502	14,3016	13,449	0,61205
4	11,5625	10,5929	8,2658	11,5625	11,2958	12,2897	10,928	1,19487
5	9,7445	9,2597	10,0111	10,1081	9,6475	9,8172	9,7646	0,25370
7	7,8295	7,4902	8,4840	8,3143	8,1446	8,7749	8,1729	0,38987
9	6,9569	6,8114	7,3932	6,8842	6,8114	7,4659	7,0538	0,25090
11	6,7630	6,1618	6,4478	6,7533	6,9326	6,7630	6,6369	0,23731
13	5,9849	5,5122	5,8394	5,9630	6,1812	6,8357	6,0527	0,37414
15	6,5690	5,4782	6,0358	6,0115	6,1812	6,2297	6,0842	0,30248

QUADRO XXVIII - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) das soluções das ciclagens de pH (Des-Re-), liberado pelo material Variglass.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	9,6475	7,9144	6,9132	8,5398	7,7447	7,4102	8,0282	0,81084
2	6,7751	7,7932	4,3559	5,9776	7,3205	4,8383	6,1767	1,16038
3	8,7022	8,7506	5,7715	7,3035	8,5810	4,9086	7,3362	1,40195
4	8,1446	8,6294	7,0878	7,5798	9,5263	5,2213	7,6982	1,24958
5	7,7568	8,3386	7,2138	8,1204	9,4536	6,4333	7,8860	0,86980
7	6,2539	6,6175	8,2731	7,1266	7,6114	6,9957	7,1463	0,60769
9	4,7559	5,2358	6,0600	5,7449	5,6237	6,1667	5,5978	0,44711
11	4,5814	4,1911	5,0031	4,5111	4,9086	4,9377	4,6888	0,26723
13	3,4784	3,5148	4,0044	3,7814	3,6093	4,4383	3,8044	0,30951
15	2,9064	3,0591	3,6433	3,2869	3,5512	3,7233	3,3616	0,28040

QUADRO XXIX - Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) das soluções das ciclagens de pH (Des-Re-), liberado pelo material Dyract.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	21,8087	21,5809	24,3733	21,1736	18,1121	17,8043	20,808	2,09537
2	11,7709	10,7723	12,6533	10,0208	11,0510	11,0583	11,221	0,76073
3	9,0488	8,6755	8,6779	7,8126	8,9082	9,9651	8,8480	0,58829
4	8,8282	7,3762	8,0525	7,5096	8,1640	7,3205	7,8751	0,49475
5	7,5508	7,4005	7,3665	6,7630	7,1969	7,6404	7,3196	0,26458
7	6,6927	6,1788	7,7301	5,3716	5,8515	5,7279	6,2587	0,71657
9	4,9401	4,5256	5,3546	4,1256	4,3753	4,5256	4,6411	0,37062
11	4,1862	3,6384	4,7704	3,6360	3,7863	4,0917	4,0181	0,36714
13	3,9608	3,7499	4,3923	3,5972	3,4542	3,6360	3,7984	0,28454
15	3,2312	3,3088	3,9075	3,2894	3,2554	3,4469	3,4065	0,21694

QUADRO XXX- Valores obtidos na determinação da concentração de flúor ($\mu\text{g F/cm}^2$) das soluções das ciclagens de pH (Des-Re-), liberado pelo material Tetric.

	1	2	3	4	5	6	MEDIA	DESVIOPA
1	0,7817	0,6571	0,9684	0,6472	0,5158	0,5507	0,6868	0,14066
2	0,4552	0,5156	0,5609	0,5301	0,3920	0,3895	0,4738	0,06170
3	0,3461	0,2771	0,2822	0,4077	0,3827	0,2826	0,3297	0,04842
4	0,3163	0,2363	0,2548	0,3180	0,2824	0,2628	0,2784	0,02827
5	0,2809	0,2332	0,2031	0,2802	0,2056	0,1932	0,2327	0,03328
7	0,2322	0,2043	0,1898	0,2785	0,1709	0,1532	0,2048	0,03821
9	0,1532	0,1357	0,1377	0,1680	0,1483	0,1503	0,1488	0,00988
11	0,1915	0,1437	0,1467	0,1593	0,1406	0,1280	0,1516	0,01857
13	0,1326	0,1396	0,1542	0,1258	0,1527	0,1345	0,1399	0,00962
15	0,1464	0,1200	0,1302	0,1367	0,1263	0,1231	0,1304	0,00823