



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS**  
**DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ANALÍTICA E FÍSICO-QUÍMICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA**

**ELAYNE VALÉRIO CARVALHO**

**APATITAS NANOPARTICULADAS INCORPORADAS A MATRIZES  
POLIMÉRICAS PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA**

**FORTALEZA**  
**2017**

ELAYNE VALÉRIO CARVALHO

APATITAS NANOPARTICULADAS INCORPORADAS A MATRIZES POLIMÉRICAS  
PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutora em Química. Área de concentração: Química

Orientador: Prof. Dr. Pierre Basílio Almeida Fechine.

FORTALEZA

2017

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Biblioteca Universitária

Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

---

C322a Carvalho, Elayne Valério.

Apatitas nanoparticuladas incorporadas a matrizes poliméricas para aplicação  
odontológica / Elayne Valério Carvalho. – 2019.

173 f. : il. color.

Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências, Programa de  
Pós-Graduação em Química, Fortaleza, 2019.

Orientação: Prof. Dr. Pierre Basílio Almeida Fachine.

1. Hidroxiapatita. 2. Resinas compostas. 3. Cáries recorrentes. 4. Radiopacidade. 5.  
Colágeno aniônico. I. Título.

CDD 540

---

ELAYNE VALÉRIO CARVALHO

APATITAS NANOPARTICULADAS INCORPORADAS A MATRIZES POLIMÉRICAS  
PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutora em Química. Área de concentração: Química

Aprovada em: 20/12/2017.

BANCA EXAMINADORA

---

Prof. Dr. Pierre Basílio Almeida Fachine (Orientador)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof. Dr. Adonay Rodrigues Loiola  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof. Dr. Victor Pinheiro Feitosa  
Faculdade Paulo Picanço (FACPP)

---

Prof. Dr. Men de Sá Moreira de Souza Filho  
Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA)

---

Prof. Dr. Paulo Goberlanio de Barros Silva  
Centro Universitário Christus (Unichristus)

---

Prof. Dr. Júlio César Góes Ferreira  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

A Deus.

Aos meus pais queridos.

Ao meu esposo, companheiro e  
incentivador.

## **AGRADECIMENTOS**

Uma tese de doutorado é resultado de persistência, esforço e muita dedicação. Embora assinada por um único autor, é fruto do trabalho de várias pessoas a quem devo gratidão.

Primeiramente, agradeço a Jeová Deus, que nos amou primeiro. A Bíblia diz que a “fé é a firme confiança de que virá o que se espera” (Heb. 11:1). E, por esperar em Deus, fui recompensada com o equilíbrio emocional, mental e espiritual necessário para aliviar as ansiedades e superar as dificuldades da pesquisa.

Seria impossível a realização deste trabalho sem as preciosas contribuições e orientação do professor Pierre Basílio Almeida Fachine. Muito mais que um orientador - um verdadeiro amigo - mostrou paciência e compreensão. Por tudo, sou muito grata, especialmente, por todas as palavras de incentivo ao longo desses quatro anos.

Ao mesmo tempo, não poderia deixar de expressar minha gratidão aos professores Victor Pinheiro Feitosa e Júlio César Góes pela disponibilidade e valiosa colaboração que, não apenas aprimorou, mas possibilitou a conclusão deste trabalho. Estendo os agradecimentos também à importante contribuição do professor Men de Sá (Embrapa) que tomei como exemplo de altruísmo e simplicidade.

Tenho grande gratidão também por todo o trabalho em conjunto dos parceiros desta pesquisa: Diego Martins de Paula e Gildênio Freire, alunos de pós-graduação do curso de Odontologia da UFC. Além destes, agradeço aos alunos de pós-graduação Édipo Silva (LRX/UFC), Diego Félix (LRX/UFC) e Luelc Souza (Unicamp) pela realização de medidas e, por vezes, no tratamento de resultados essenciais para este trabalho.

Agradeço o suporte dado pelo Laboratório de Produtos e Tecnologia em Processos (LPT), especialmente a Jéssica Ribeiro e a professora responsável, Selma Elaine Mazzeto; pela Central Analítica da Universidade Federal do Ceará e pela Embrapa.

Os colegas do Grupo de Química de Materiais Avançados (GQMat) e do grupo Langmuir, muitos dos quais são hoje grandes amigos, têm crédito como parceiros no desenvolvimento deste trabalho nas mais variadas etapas. Devo agradecer, especialmente, ao doutorando Davino Machado Andrade Neto por

colaborar como excepcional parceiro de pesquisa desde o início da minha trajetória na pós-graduação.

Não posso deixar de expressar gratidão pelos técnicos da universidade que, além de realizarem as medidas com total competência, sempre transmitiam motivação.

Assim como uma âncora que mantém o navio estável ao enfrentar uma tempestade, minha família, durante os últimos anos, esteve ao meu lado dando apoio incondicional e me ajudando a suportar os problemas sem perder a alegria. Tenho especial gratidão pelo companheirismo demonstrado do meu marido, Alan Santiago.

Meus agradecimentos também à Capes pela contribuição financeira com a manutenção da bolsa de auxílio.

## RESUMO

Biomateriais híbridos à base de partículas inorgânicas bioativas e matrizes poliméricas têm sido amplamente investigados para aplicações de regeneração óssea e odontologia restauradora. Contudo, o desenvolvimento de biocompósitos odontológicos que apresentem propriedades físico-químicas e biológicas adequadas sem comprometer o desempenho mecânico do material tem sido desafiador. Nesse sentido, visando melhorar as limitações dos materiais odontológicos existentes, este estudo tem como objetivo desenvolver e avaliar biocompósitos à base de nanopartículas de hidroxiapatita (HAp) e hidroxiapatita de estrôncio (SrHAp) incorporadas a matrizes poliméricas aplicados à regeneração e/ou restauração dos tecidos ósseos e dentários. Para isso, foram sintetizadas nanopartículas de HAp e de SrHAp via co-precipitação e submetidas a diferentes tratamentos térmicos, obtendo-se cristais com diferentes propriedades, como cristalinidade, tamanho de cristalito, superfície e morfologia. As nanopartículas sintetizada foram incorporadas a matrizes poliméricas, obtendo-se três biocompósitos: (1) resinas dentárias infiltrantes capazes de combater a desmineralização do esmalte; (2) resinas de restauração dentária radiopacas e (3) arcabouços à base de colágeno aplicados à regeneração do tecido ósseo. Inicialmente, os nanobastões de HAp sintetizados foram incorporados a uma resina de co-monômero fotopolimerizável (controle) produzindo diferentes resinas infiltrantes. A incorporação de HAp com maior cristalinidade em resina infiltrante para esmaltes aumentou a resistência contra desmineralização e, significativamente, o grau de conversão (GC). Assim, mostrou-se um método viável para melhorar o desempenho na prevenção de desmineralização recorrente em esmalte. Na segunda parte do trabalho, fosfatos de estrôncio foram preparados com diferentes tratamentos térmicos a fim de se obter SrHAp pura e altamente cristalina. As imagens de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) confirmaram que a amostra SrHAp5h apresentou uma única fase de SrHAp com morfologia em bastão. As SrHAp incorporadas no adesivo apresentaram maior radiopacidade, sem alteração nas DC. Embora os resultados indiquem que as propriedades mecânicas tenham sido levemente comprometidas, a incorporação de nanopartículas SrHAp oferece um método potencial para melhorar a radiopacidade das resinas dentárias restauradoras, facilitando o rastreamento dos efeitos reais da remineralização e permitindo o



diagnóstico de cáries recorrentes. Por fim, arcabouços à base de colágeno aniônico e HAp foram preparados. Avaliou-se a viabilidade e adesão celular e a ativação de osteoblastos *in vitro* dos biocompósitos produzidos. Além de biocompatível, o arcabouço Col+HAp5h apresentou efeitos significativos na viabilidade, proliferação e atividade dos osteoblastos. Portanto, os resultados encorajam fortemente o uso deste biomaterial na regeneração de defeitos ósseos em ensaios futuros.

**Palavras-chave:** Hidroxiapatita. Resinas compostas. Cáries recorrentes. Radiopacidade. Colágeno aniônico. Arcabouço.

## ABSTRACT

Hybrids biomaterials based on calcium phosphates have been investigated extensively for applications in biomedicine and restorative dentistry. Accordingly, nanoparticles have been incorporated into dental materials and bone regeneration to improve the physical and mechanical properties. Therefore, in this work we have synthesized and incorporated inorganic nanoparticles to polymer matrices to produce four systems: (1) infiltrating resins capable of combating enamel demineralization; (2) radiopaque dental restorative resins and (3) collagen-based scaffolds applied to the regeneration of bone tissue. Hydroxyapatite (HAp) and strontium hydroxyapatite (SrHAp) nanoparticles were prepared by co-precipitation and subjected to different thermal treatments, obtaining crystals with different properties, as crystallinity, crystallite size, surface and morphology. Initially, HAp were synthesized with control of morphology and crystallite size and then incorporated into a light-curing co-monomer resin blend (control) to create different resin-based infiltrating enamel. Incorporation of high crystallinity HAp nanorods (HAp2 and HAp5 h) in enamel infiltrating resin increased significantly the degree of conversion (GC), increased the resistance against demineralization and, therefore, showed a viable method to improve the performance in the prevention of demineralization in infiltrating resin enamel. In the second part of the work, strontium phosphates were prepared with different heat treatments to obtain pure and highly crystalline SrHAp. The results of DRX, FT-IR and Raman confirmed that the SrHAp5h sample showed a single SrHAp phase and the MET images showed a stick morphology. The TEM images revealed nanorods morphology for SrHAp5h. SrHAp incorporated into adhesive showed higher radiopacity, no alteration on DC. Although the mechanical properties are slightly impaired, incorporation of SrHAp nanoparticles offers potential method to improve radiopacity of restorative dental resins, easing the tracking of actual remineralization effects and enabling diagnosis of recurrent caries. Finally, scaffolds based on anionic collagen extracted from swine viscera were prepared and HAp nanoparticles incorporated in their structure. The viability, adhesion and activation of in vitro osteoblasts of the produced biocomposites was evaluated. Besides being biocompatible, Col+HAp5h scaffold presented significant effects on osteoblasts viability, proliferation and activity. Our findings strongly encourage the use of this biomaterial in the regeneration of bone defects in future assays.

**Keywords:** Hydroxyapatite. Composite resins. Recurrent caries. Radiopacity.  
Anionic collagen. Scaffolds.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1	–	Projeção da célula unitária de HAp de acordo com o plano (0 0 1) .....	30
Figura 2	–	Efeito do ranelato de estrôncio no osso.....	32
Figura 3	–	Estrutura do colágeno. (A) A cadeia $\alpha$ apresenta uma estrutura secundária repetitiva característica dessa proteína. A sequência peptídica repetitiva Gly-X-Pro ou Gly-X-HyPro adota uma estrutura helicoidal orientada para a esquerda com três resíduos passo. A sequência repetitiva para gerar esse modelo é Gly-X-HyPro. (B) Modelo espaço-cheio da mesma cadeia $\alpha$ . (C) Esquema ilustrativo da tripla hélice. (D) A super-hélice de três cadeias do colágeno vistas a partir de uma extremidade, em um modelo bola-e-bastão .....	34
Figura 4	–	Esquema representativo da formação do colágeno .....	36
Figura 5	–	Estrutura dos principais monômeros utilizados em resinas compostas para restauração dentária .....	42
Figura 6	–	A estrutura hierárquica do osso típico em várias escalas de comprimento .....	44
Figura 7	–	Esquema representativo da síntese das amostras HAp0h, HAp2h e HAp5h .....	55
Figura 8	–	Esquema de preparação das resinas infiltrantes .....	57
Figura 9	–	Esquema representativo da preparação do dente e avaliação da microdureza de cada amostra de esmalte. É possível observar que as áreas de esmalte, infiltrado e subjacente, na micrografia (MEV) do esmalte infiltrado. Os resultados dos recortes em todas as zonas do esmalte foram uma média para obter o resultado de tal área em cada espécime. O esmalte circundante foi previamente protegido com uma camada fina de verniz ácido resistente o qual foi removido apenas depois do procedimento de infiltração do esmalte .....	59
Figura 10	–	Difratogramas obtidos para as amostras de HAp para diferentes tempos de tratamento hidrotérmico .....	62

Figura 11 – Espectros de absorção na região do infravermelho para diferentes amostras de hidroxiapatita .....	64
Figura 12 – Espectros Raman das amostras HAp0h e HAp5h .....	65
Figura 13 – Micrografias (MET) das nanopartículas de HAp sem tratamento hidrotérmico indicando a amorficidade da amostra HA0h (A). Em contraste, as HAp hidrotermicamente tratadas em solução de NH <sub>4</sub> Cl por 2 h (B) e 5 h(C) e suas respectivas curvas de distribuição .....	66
Figura 14 – Isotermas de adsorção de N <sub>2</sub> e curvas de distribuição de tamanhos de poros das amostras de HAp .....	68
Figura 15 – Resultados das análises do grau de conversão com medias e desvios-padrão de cada resina. Letras diferentes indicam diferença estatística (p < 0,05) .....	70
Figura 16 – Microdureza de Knoop (desvio-padrão) dos espécimes de esmalte. Usando os infiltrantes contendo as nanopartículas HAp2h e HAp5h, a microdureza de Knoop dos esmaltes nas regiões infiltradas e profundas (subjacente) se manteve estatisticamente a mesma (p > 0,05), mesmo após desmineralização recorrente .....	71
Figura 17 – Esquema representativo da síntese das amostras SrHAp0, SrHAp2h, SrHAp5h, SrHAp600, SrHAp700 e SrHAp800 .....	86
Figura 18 – Difrátogramas obtidos para amostras SrHAp0, SrHAp2h e SrHAp5h .....	92
Figura 19 – Difrátogramas obtidos para amostras de fosfatos de estrôncio calcinadas a 600, 700 e 800° por 2h (B.....	94
Figura 20 – Espectros de absorção na região do infravermelho para as amostras de fosfato de estrôncio tratadas hidrotermicamente (A) e calcinadas (B) .....	96
Figura 21 – Espectros de Raman das amostras SrHAp0, SrHAp2h e SrHAp5h .....	99
Figura 22 – Espectros de Raman das amostras SrHAp600, SrHAp700 e SrHAp800 .....	100

Figura 23 – Micrografias de MET (esquerda) e curvas de distribuição de tamanho de partícula das amostras (direita) para as amostras (A) SrHAp0, (B) SrHAp2h e (C) SrHAp5h .....	101
Figura 24 – Micrografias de MET que evidenciam o processo de crescimento de coalescência da SrHAp sintetizada. Amostras nas micrografias: (A) SrHAp2h e (B) SrHAp5h .....	102
Figura 25 – Imagem da superfície do cristalito da amostra SrHAp5h no qual se observa a irregularidade semelhantes a poros ao longo de toda a estrutura .....	103
Figura 26 – Isotermas de adsorção de N <sub>2</sub> e curvas de distribuição de tamanhos de poros (inseridas) das amostras tratadas hidrotermicamente .....	104
Figura 27 – Resultados de radiopacidade: radiografia digitalizada (A) e uma avaliação comparativa da radiopacidade de resinas compostas preparadas com nanopartículas HAp5h e SrHAp5h, dentina, esmalte e controle (B) .....	106
Figura 28 – Grau de conversão para resinas adesivas compostas com nanopartículas de HAp5h e SrHAp5h .....	106
Figura 29 – Módulo de elasticidade das resinas experimentais .....	107
Figura 30 – Curva de variação do potencial zeta em função do pH .....	131
Figura 31 – Difractogramas para amostras de colágenos tratadas com tampão fosfato .....	132
Figura 32 – Espectros de FT-IR obtidos para os arcabouços preparados....	133
Figura 33 – Curvas termogravimétricas e respectivas derivadas dos arcabouços preparados .....	135
Figura 34 – Curvas de DSC dos arcabouços .....	136
Figura 35 – Avaliação da viabilidade e citotoxicidade das membranas em meio cultura contendo células de osteoblastos murinos (OFCOL II) após 24 (A) e 48h (B) de cultivo celular .....	138
Figura 36 – Micrografias da superfície dos arcabouços (A) Colágeno, (B) Col+HAp0h, (C) Col+HAp2h e (D) Col+HAp5h antes do teste de viabilidade celular .....	139

Figura 37 – MEV do arcabouço Col+HAp5h com cristais hexagonais distribuídos ao longo das fibras de colágeno com escala de 50 $\mu\text{m}$ (A) e 5 $\mu\text{m}$ (B) .....	141
Figura 38 – MEV do arcabouço Colágeno após (A) 24 horas e (B) 7 dias em meio de cultura .....	142
Figura 39 – MEV do arcabouço Col+HAp0h após (A) 24 horas e (B) 7 dias em meio de cultura .....	143
Figura 40 – MEV do arcabouço Col+HAp0h (A) e (B) o gráfico de EDS referente a região do cristal marcado em vermelho na micrografia .....	143
Figura 41 – MEV do arcabouço Col+HAp2h após (A) 24 horas e (B) 7 dias em meio de cultura .....	144
Figura 42 – MEV do arcabouço Col+HAp5h após (A) 24 horas e (B) 7 dias em meio de cultura .....	144
Figura 43 – Resultados do ensaio de mineralização descrito por Von Kossa em osteoblastos Ofcol II após o período de 21 dias de incubação .....	145
Figura 44 – Resultados da atividade de fosfatase alcalina .....	146

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Diferentes tipos de colágeno e suas características e distribuição .....	37
Quadro 2 – Descrição dos infiltrantes produzidos .....	58



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1	– Resultados do refinamento pelo método de Rietveld e comprimento e largura dos nanobastões, calculados por DRX e MET.....	63
Tabela 2	– Resumo das análises de adsorção/dessorção de nitrogênio ....	69
Tabela 3	– Microdureza de Knoop (desvio-padrão) de esmalte adjacente.	71
Tabela 4	– Resumo dos resultados de DRX para as amostras tratadas hidrotermicamente .....	93
Tabela 5	– Resumo dos valores obtidos no refinamento pelo método de Rietveld para as amostras de fosfatos de estrôncio .....	95
Tabela 6	– Atribuições das bandas obtidas a partir dos espectros FTIR e Raman das amostras sintetizadas .....	97
Tabela 7	– Resumo dos resultados de MET para as amostras tratadas hidrotermicamente .....	102
Tabela 8	– Valores calculados pelo método BET com base nas isotermas de adsorção.....	105
Tabela 9	– Atribuição das bandas obtidas do espectro FT-IR da amostra Colágeno .....	134
Tabela 10	– Porcentagem de perda de massa nos diferentes eventos para cada um dos arcabouços.....	135
Tabela 11	– Energias de transição térmica dos arcabouços.....	137
Tabela 12	– Análise química por EDS dos arcabouços para determinação de cálcio e fósforo.....	140

## LISTA DE ABREVIATURAS

ATR	<i>Attenuated Total Reflection</i>
BCRJ	Banco de Células da Universidade Federal do Rio de Janeiro
BET	Brunauer, Emmett e Teller
Bis-GMA	Bisfenol A-glicidil Metacrilato
BJH	Barret, Joyner e Halenda
Da	Daltons
DMEM	Dulbecco's Modified Eagle's Medium
DMSO	Dimetilsulfóxido
DRX	Difração de Raios-x
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
DTG	Derivada da Termogravimétrica
FTIR	Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier
GC	Grau de Conversão
Gly	Glicina
HAp	Hidroxiapatita
HyPro	Hidroxiprolina
IUPAC	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MTT	Brometo de 3-(4,5-dimetil-2-tiazolil)-2, 5-difenil-2H-tetrazólio
OFCOL II	Osteoblastos Murinos
pH	Potencial Hidrogeniônico
pI	Ponto Isoelétrico
Pro	Prolina
SrHAp	Hidroxiapatita de Estrôncio
TEGDMA	Dimetacrilato de Trietilenoglicol
TGA	Análise Termogravimétrica
UDMA	Dimetacrilato de Uretano

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO GERAL.....</b>	<b>22</b>
<b>1.1</b>	<b>Objetivos.....</b>	<b>23</b>
<b>1.1.1</b>	<b><i>Objetivo Geral.....</i></b>	<b>23</b>
<b>1.1.2</b>	<b><i>Objetivos Específicos.....</i></b>	<b>24</b>
<b>1.2</b>	<b>Estrutura do trabalho.....</b>	<b>24</b>
<b>2</b>	<b>REFERENCIAL TEÓRICO.....</b>	<b>27</b>
<b>2.1</b>	<b>Biomateriais.....</b>	<b>27</b>
<b>2.1.1</b>	<b><i>Biocompósitos.....</i></b>	<b>28</b>
<b>2.2</b>	<b>Partículas inorgânicas bioativas.....</b>	<b>29</b>
<b>2.2.1</b>	<b><i>HAp.....</i></b>	<b>29</b>
<b>2.2.2</b>	<b><i>SrHAp.....</i></b>	<b>31</b>
<b>2.3</b>	<b>Matriz polimérica.....</b>	<b>33</b>
<b>2.3.1</b>	<b><i>Colágeno.....</i></b>	<b>33</b>
<b>2.3.2</b>	<b><i>Arcabouços.....</i></b>	<b>38</b>
<b>2.3.3</b>	<b><i>Resinas compostas odontológicas.....</i></b>	<b>40</b>
<b>2.4</b>	<b>Tecidos mineralizados.....</b>	<b>43</b>
<b>3</b>	<b>AVALIAÇÃO DA INCORPORAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE HIDROXIAPATITA COM MORFOLOGIA EM BASTÃO NA EFICIÊNCIA DA AÇÃO ANTICÁRIE DE RESINAS INFILTRANTES.....</b>	<b>52</b>
<b>3.1</b>	<b>Introdução.....</b>	<b>52</b>
<b>3.2</b>	<b>Procedimentos experimentais.....</b>	<b>54</b>
<b>3.2.1</b>	<b><i>Síntese das nanopartículas de HAp via co-precipitação.....</i></b>	<b>54</b>
<b>3.2.2</b>	<b><i>Caracterização das nanopartículas.....</i></b>	<b>55</b>
<b>3.2.3</b>	<b><i>Preparação das resinas infiltrantes.....</i></b>	<b>57</b>
<b>3.2.4</b>	<b><i>Grau de conversão de polimerização.....</i></b>	<b>58</b>
<b>3.2.5</b>	<b><i>Preparação das amostras de esmalte.....</i></b>	<b>58</b>
<b>3.2.6</b>	<b><i>Microdureza de Knoop.....</i></b>	<b>60</b>
<b>3.2.7</b>	<b><i>Análises estatísticas.....</i></b>	<b>60</b>
<b>3.3</b>	<b>Resultados.....</b>	<b>61</b>
<b>3.3.1</b>	<b><i>Difração de Raios-x.....</i></b>	<b>61</b>
<b>3.3.2</b>	<b><i>Espectroscopia na região do infravermelho.....</i></b>	<b>63</b>

3.3.3	<i>Espectroscopia Raman</i> .....	65
3.3.4	<i>Microscopia Eletrônica de Transmissão</i> .....	66
3.3.5	<i>Estimativa da área de superfície específica por estudos de adsorção/dessorção de N<sub>2</sub></i> .....	67
3.3.6	<i>Grau de Conversão</i> .....	69
3.3.7	<i>Microdureza de Knoop</i> .....	70
3.4	Discussão .....	72
3.5	Conclusão .....	76
4	<b>AVALIAÇÃO DA RADIOPACIDADE E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE ADESIVOS DENTÁRIOS REFORÇADOS COM NANOPARTÍCULAS DE HIDROXIAPATITA DE ESTRÔNCIO</b> .....	83
4.1	Introdução .....	83
4.2	Procedimentos experimentais .....	85
4.2.1	<i>Síntese de nanopartículas de SrHAp</i> .....	85
4.2.2	<i>Caracterização das fases de SrHAp</i> .....	87
4.2.3	<i>Avaliação das resinas adesivas</i> .....	89
4.3	Resultados .....	91
4.3.1	<i>Difração de Raios-x</i> .....	91
4.3.2	<i>Espectroscopia Vibracional</i> .....	95
4.3.3	<i>Microscopia Eletrônica de Transmissão</i> .....	100
4.3.4	<i>Estimativa da área de superfície específica por estudos de adsorção/dessorção de N<sub>2</sub></i> .....	103
4.3.5	<i>GC</i> .....	106
4.3.6	<i>Teste de resistência a flexão</i> .....	107
4.4	Discussão .....	107
4.5	Conclusão .....	115
5	<b>EFEITO DA CRISTALINIDADE, TAMANHO DE CRISTALITO E MORFOLOGIA DE NANOPARTÍCULAS DE HIDROXIAPATITA EM BIOCAMPÓSITOS À BASE DE COLÁGENO ANIÔNICO APLICADOS À REGENERAÇÃO DE TECIDO ÓSSEO</b> .....	124
5.1	Introdução .....	124
5.2	Procedimentos experimentais .....	126
5.2.1	<i>Preparação do gel de colágeno aniônico</i> .....	126

<b>5.2.2</b>	<b><i>Preparação dos arcabouços</i></b> .....	<b>126</b>
<b>5.2.3</b>	<b><i>Caracterização do colágeno</i></b> .....	<b>127</b>
<b>5.2.4</b>	<b><i>Caracterização dos arcabouços</i></b> .....	<b>127</b>
<b>5.2.5</b>	<b><i>Viabilidade celular</i></b> .....	<b>129</b>
<b>5.2.6</b>	<b><i>Testes de adesão celular</i></b> .....	<b>130</b>
<b>5.3</b>	<b>Resultados</b> .....	<b>130</b>
<b>5.3.1</b>	<b><i>Potencial Zeta</i></b> .....	<b>130</b>
<b>5.3.2</b>	<b><i>DRX</i></b> .....	<b>131</b>
<b>5.3.3</b>	<b><i>FT-IR</i></b> .....	<b>133</b>
<b>5.3.4</b>	<b><i>Estabilidade térmica</i></b> .....	<b>134</b>
<b>5.3.5</b>	<b><i>Viabilidade celular</i></b> .....	<b>138</b>
<b>5.3.6</b>	<b><i>Adesão celular</i></b> .....	<b>138</b>
<b>5.3.7</b>	<b><i>Estudo de mineralização</i></b> .....	<b>144</b>
<b>5.3.8</b>	<b><i>Atividade de fosfatase alcalina</i></b> .....	<b>145</b>
<b>5.4</b>	<b>Discussão</b> .....	<b>146</b>
<b>5.5</b>	<b>Conclusão</b> .....	<b>149</b>
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO GERAL</b> .....	<b>154</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>156</b>