

Sandrine Bittencourt Berger

“EFEITOS DE AGENTES CLAREADORES DE ALTA
CONCENTRAÇÃO PARA TRATAMENTO EM
CONSULTÓRIO NA MICRODUREZA, MORFOLOGIA E
COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ESMALTE HUMANO”

Dissertação apresentada à
Faculdade de Odontologia de
Piracicaba da Universidade
Estadual de Campinas para a
obtenção do título de Mestre em
Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Giannini

Piracicaba

2007

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**
Bibliotecário: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

B453e	Berger, Sandrine Bittencourt. Efeitos de agentes clareadores de alta concentração para tratamento em consultório na microdureza, morfologia e composição química do esmalte humano. / Sandrine Bittencourt Berger. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2007. Orientador: Marcelo Giannini. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba. 1. Dentes – Clareamento. 2. Esmalte dentário. 3. Materiais dentários. I. Giannini, Marcelo. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título. (mg/fop)
-------	--

Título em Inglês: Effects of bleaching agents of high concentration for treatment in office in microhardness, morphology and chemical composition of human enamel

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Tooth bleaching. 2. Dental enamel. 3. Dental materials

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, Marcelo Giannini, Leonardo Eloy Rodrigues Filho

Data da Defesa: 08-02-2007

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 08 de Fevereiro de 2007, considerou a candidata SANDRINE BITTENCOURT BERGER aprovada.

Marcelo Gianni

PROF. DR. MARCELO GIANNINI

Leonardo Eloy Rodrigues Filho

PROF. DR. LEONARDO ELOY RODRIGUES FILHO

Mario Alexandre Coelho Sinhoreti

PROF. DR. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

DEDICO ESTE TRABALHO...

À Deus

por iluminar o meu caminho, e me amparar nesta jornada...

Aos meus pais, **Telmo e Sâmara**, por me ensinarem o caminho, por não pouparem esforços na formação de seus filhos, pelo incentivo incondicional e por demonstrarem que o saber nunca é demais...

Ao meu noivo, **Ricardo**, que no momento certo soube me fortalecer com seu carinho, amor e compreensão...

Ao **Prof. Dr. Marcelo Giannini**, um exemplo a ser seguido, cuja capacidade e competência foram fundamentais para meu crescimento pessoal e profissional.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Agradeço aos meus pais, **Telmo** e **Sâmara**, por terem me ensinado a viver, por estarem sempre presente, mesmo longe, em todos os momentos da minha vida, orientando minhas atitudes e mais do que ninguém, torcendo por mim sempre. Muito obrigada!

Agradeço aos meus irmãos, **Anielle**, **Isabelle**, **Helene** e **Conrado** pela amizade, força e apoio em todas as minhas decisões.

Agradeço a **Vó Olanda**, **Vó Helen**, **Tia Sandra** e **Tio Zé** que sempre apoiaram minhas decisões, torcendo pela realização deste sonho.

Agradeço ao **Ricardo**, pelo amor, companheirismo, carinho e atenção em todos os momentos.

Agradeço a **Vanessa Cavalli** pela prestatividade demonstrada desde o início da confecção deste trabalho. Por toda a sua paciência, amizade e dedicação. Ao qual nunca poupou esforços para me ensinar e ajudar sempre que precisei. Obrigada por tudo!

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao meu orientador Prof. Dr. Marcelo Giannini

Pela confiança em mim depositada. A seriedade e honestidade com que você conduz sua vida, sempre serão exemplos para nosso aprendizado. Obrigada por todo o meu engrandecimento pessoal e profissional.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do seu Diretor **Francisco Haiter Neto** e Diretor Associado **Marcelo de Castro Meneghini**.

Ao **Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, Coordenador Geral de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pela sua dedicação durante o curso e contribuição em minha formação científica.

Ao **Prof. Dr. Simonides Consani**, Titular da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas, pela dedicação demonstrada em todos os momentos e contribuição em meu aprendizado.

Ao **Prof. Dr. Mario Fernando de Goes**, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pela contribuição no meu aprendizado científico.

Ao **Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**, Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, por todo o conhecimento transmitido.

À **Prof^a. Dr^a. Regina Maria Puppini Rontani**, Titular da Área Odontopediatria, Departamento de Odontologia Infantil, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, Coordenadora do Programa de Pós-graduação em Materiais Dentários, pela amizade e paciência, além do convívio engrandecedor durante nosso curso.

À **Prof^a. Dr^a. Marcela Rocha de Oliveira Carrilho**, professora da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pela sua contribuição na minha formação.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento Profissional de Nível Superior (CAPES)** pela concessão da bolsa de estudos.

Aos professores da minha banca de qualificação, **Prof^a. Dr^a. Regina Maria Puppini Rontani**, **Prof. Dr. Luís Roberto M. Martins** e **Prof. Dr. Simonides Consani**, pelas sugestões que contribuíram com o enriquecimento deste trabalho.

Aos professores **Fábio Machado Milan** e **George Mundstock**, da Universidade de Santa Cruz do Sul, pelos primeiros ensinamentos na pesquisa odontológica.

À **Prof^a. Dr^a. Gláucia Maria Bovi Ambrosano**, pelas análises estatísticas, por toda sua ajuda e pela dedicação em todas as horas que precisei.

Ao Engenheiro Mecânico **Marcos Blanco Cangiani**, pela prestatividade, colaboração nos momentos difíceis, e a descontração, tornando o laboratório um ambiente sempre agradável.

À funcionária **Selma Segalla**, pela amizade e ajuda imprescindível em todos os momentos em que era solicitada.

À **Prof^a. Dr^a. Cinthia Pereira Machado Tabchoury**, pela utilização do laboratório de Bioquímica Oral para realização das análises em microscopia de luz polarizada.

Ao centro de **Microscopia Eletrônica de Varredura da FOP-UNICAMP** e aos funcionários **Adriano e Eliene**, por toda a paciência que tiveram em me ensinar e me auxiliarem nas análises microscópicas.

Ao **Prof. Dr. Airton Abrahão Martin** e ao aluno de doutorado **Luis Eduardo Silva Soares**, pela utilização do Laboratório de Espectroscopia Vibracional Biomédica/Univap para realização da Espectroscopia Raman Transformada de Fourier.

Ao **Prof. Dr. Marco Aurélio Zezzi Arruda** e ao aluno de mestrado **Marcel Luis Brancalion** pela utilização do laboratório do Instituto de Química/Unicamp para a realização da Espectrometria de Absorção Atômica.

As minhas queridas amigas, **Paula Komori, Andréia Bolzan, Flávia Furtado e Myrna Carvalho Dias**, pela ajuda e palavras de apoio, por terem me proporcionado uma verdadeira amizade, que esse laço continue durante todo nosso convívio e que nossa amizade continue para sempre.

Aos amigos **Alberth Correa Medina** e **Guillermo Martinez Matta**, pela amizade e por estarem presente em meus melhores e piores momentos, sempre me dando forças para continuar.

À minha querida amiga **Viviane Iserhard**, que mesmo distante sempre esteve presente em todos os momentos da realização deste trabalho, sempre me dando força e incentivo.

As amigas **Lays Martin Sobral**, **Michele Gassen Kellermann** e **Rebeca Azevedo**, que tenho o prazer de morar e agradeço pelo companheirismo nos bons e maus momentos, mas que valeram a pena para provar que nessas horas que os verdadeiros amigos mostram seu valor.

Aos colegas de mestrado, **Alberto Antunes**, **Michele Bail**, **Rafael Moraes**, **Renata Alonso**, **Suzana Fucio**, **Luciano Gonçalves** e **William Brandt** pelo companheirismo e amizade em todos os momentos.

Aos colegas do doutorado, **Fabíola Galbiatti**, **Alberth Correa**, **Hugo Carlo**, **Júlio Almeida**, **Marcelo Oliveira**, **Murilo Baena Lopes**, **Myrna Carvalho Dias**, **Rodrigo Fonseca** e **Safira Andrade** pela experiência trocada. Em especial ao colega **Murilo** pelos momentos de descontração e companheirismo.

Aos amigos da Dentística, **Andréa Cavalcanti**, **Marcelo Oliveira**, **Vanessa Cavalli**, **Marina Di Francescantonio**, **Maria Humel**, **César Arrais** e **Cristiane Pinto**, a alegria e incentivo me foram indispensáveis nos momentos mais difíceis.

Meus sinceros agradecimentos.

“É melhor tentar e falhar,
que preocupar-se e ver a vida passar;
é melhor tentar, ainda que em vão,
que sentar-se fazendo nada até o final.

Eu preferi na chuva caminhar,
que em dias tristes em casa me esconder.

Prefiro ser feliz, embora louco,
Que em conformidade viver...”

Martin Luther King

RESUMO

Vários estudos têm se preocupado com os efeitos adversos produzidos pelos agentes clareadores de uso caseiro e de consultório. Este estudo tem como objetivo avaliar os efeitos de agentes clareadores de alta concentração (peróxido de hidrogênio a 35%) utilizados em consultório na dureza, composição química e estrutural do esmalte humano. Sessenta e cinco terceiros molares humanos hígidos foram utilizados. Dois fragmentos de esmalte (4x4x3mm) foram removidos das faces vestibular e lingual de cada dente. As amostras foram divididas em 10 grupos (n=10). Antes do clareamento, foram polidas e submetidas ao teste de microdureza Knoop (KHN) e análise em Espectroscopia Raman Transformada de Fourier (ERTF) para determinação da relação de fosfato (PO_4) e carbonato (CO_3) presente no esmalte não tratado. O grupo controle (GC) não foi submetido ao tratamento clareador. Nos grupos experimentais foram utilizados três diferentes agentes clareadores (Whiteness HP Maxx - W; Pola Office - P e Opalescence Xtra - O) bem como três formas de irradiação (sem irradiação - SI; irradiação com lâmpada halógena - LH, irradiação com LED + Laser Diodo - L). Após os tratamentos, os géis clareadores foram coletados com a solução de enxágüe para avaliação da concentração de cálcio, utilizando espectrofotometria de absorção atômica. Em seguida, as amostras foram submetidas à ERTF, ao teste de microdureza superficial e interna, observadas em microscopia eletrônica de varredura para analisar as alterações na superfície e avaliadas em microscopia de luz polarizada para analisar os efeitos das técnicas de clareamento na desmineralização superficial do esmalte. As médias de microdureza superficial variaram de $297,48 \pm 16,29$ (O-SI) a $317,86 \pm 9,62$ (P-L) antes do tratamento clareador e $260,94 \pm 17,17$ (O-SI) a $291,68 \pm 16,20$ (W-LH, pós-clareamento). Para a microdureza interna as médias variaram de $69,55 \pm 42,02$ (O-L, $20\mu\text{m}$) a $288,13 \pm 53,16$ (GC, $80\mu\text{m}$). Na determinação da composição química do esmalte através de ERTF, para o fosfato a média da área do pico de fosfato variou entre $14,50 \pm 0,32$ (O-SI) a $14,90 \pm 0,28$ (P-LH) antes do tratamento, sendo que após o tratamento variaram entre $14,24 \pm 0,72$ (P-L) a $15,03 \pm 0,23$ (P-LH). Para o carbonato valores de: $3,60 \pm 0,52$ (W-LH) a $4,41 \pm 0,67$ (P-SI) antes do tratamento foram encontrados. Após o tratamento variaram entre: $3,69 \pm 0,29$ (GC) a $4,41 \pm 0,13$ (P-LH). A concentração de cálcio presente na solução de enxágüe variou entre $0,32$ (W-SI) a $1,61$ (O-L). Na microscopia eletrônica de varredura, com exceção do grupo controle, todos os grupos apresentaram alterações morfológicas na superfície. Em microscopia de luz polarizada, os grupos Whiteness sem irradiação, com luz halógena e LED/laser, Pola Office com LED/laser e Opalescence com luz halógena e LED/laser apresentaram desmineralização em profundidade. Observamos alterações no conteúdo mineral pela diminuição significativa dos valores de microdureza, perda de cálcio e desmineralização visualizada em microscopia de luz polarizada, além de alterações morfológicas na superfície do esmalte visualizadas em microscopia eletrônica de varredura. Concluímos que a utilização do peróxido de hidrogênio a 35% empregado no tratamento clareador em consultório requer cautela uma vez que, causa alterações na estrutura do esmalte como mostrado no presente estudo.

Palavras-chave: Clareamento dentário, Peróxido de hidrogênio, Esmalte dentário, Microdureza.

ABSTRACT

Several studies have been concerned with the adverse effects produced by home applied and in-office bleaching treatments. The aim of this study is to evaluate the effects of high-concentrated bleaching agents (35% hydrogen peroxide) on human enamel microhardness, chemical and structural composition. Sixty and five human third molars human were used. Two enamel blocks (4x4x3mm) were obtained from bucal and lingual surfaces of each tooth. The samples were divided in 10 groups (n=10). Before the bleaching treatment, samples were polished and submitted to microhardness test (Knoop) and Fourier Transform Raman Spectroscopy (FTRS) analysis in order to determine the concentration of phosphate (PO_4) and carbonate (CO_3) present the enamel. Control group (CG) was not submitted to the bleaching treatment. In the remaining experimental groups three different bleaching agents were used (Whiteness HP Maxx - W; Pola Office – P and Opalescence Xtra - O) and three ways of irradiation (no light irradiation - N; irradiation with halogen light - HL and irradiation with LED + Diode Laser - L). After the treatments, the rinsing water solution was to evaluate the concentration of calcium, by means of atomic absorption spectrometry analysis. Afterwards, the samples were re-submitted to FTRS and to surface and cross-sectional microhardness measurement. Samples were observed in scanning electron microscopy to observe surface alterations and in polarized light microscopy to examine the effects of the bleaching techniques in the demineralization of the enamel. The average surface microhardness values microhardness ranged from 297.48 ± 16.29 (O-N) to 317.86 ± 9.62 (P-L) before the bleaching treatment and 260.94 ± 17.17 (O-N) to 291.68 ± 16.20 (W-HL) after bleaching. The mean values obtained after cross-sectional microhardness measurement ranged from 69.55 ± 42.02 (O-L, 20 μm) to 288.13 ± 53.16 (CG, 80 μm). The phosphate concentration on enamel determined by means of FTRS ranged from 14.50 ± 0.32 (O-N) to 14.90 ± 0.28 (P-HL) before the treatment. After the treatment the phosphate concentration ranged from 14.24 ± 0.72 (P-L) to 15.03 ± 0.23 (P-HL). The concentration of carbonate present on treated enamel ranged from 3.60 ± 0.52 (W-HL) to 4.41 ± 0.67 (P-N) before the treatment and after the treatment, the concentration varied from 3.69 ± 0.29 (CG) to 4.41 ± 0.13 (P-LH). The concentration of calcium in the rinsing water solution ranged from 0.32 (W-N) to 1.61 (O-L). The scanning electron microscopy showed that all groups presented morphologic alterations in the surface, except for the control group. The images obtained after polarized light microscopy showed that Whiteness without irradiation, with halogen light and LED/diode laser, Pola Office with LED/diode laser and Opalescence with halogen light and LED/diode laser presented demineralization. Alterations on enamel mineral content, significant decrease of enamel microhardness and calcium concentration, demineralization observed by means of polarized light microscopy and morphological alterations on enamel observed by means of scanning electron microscopy were observed in the present study. In conclusion, the use of the 35% hydrogen peroxide as a bleaching agent in clinical situations requires caution, since it may cause alterations on enamel structure as observed in the present study.

Key Words: Bleaching, Hydrogen peroxide, Dental enamel, Microhardness.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	01
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	04
2.1 Esmalte.....	04
2.1.1 Composição.....	04
2.1.2 Estrutura.....	05
2.1.3 Propriedades.....	09
2.2 Clareamento dentário.....	10
2.2.1 Histórico.....	10
2.2.2 Mecanismo de ação dos agentes clareadores.....	12
2.2.3 Agentes clareadores.....	13
2.2.4 Peróxido de hidrogênio (H ₂ O ₂).....	13
2.2.5 Peróxido de carbamida.....	14
2.2.6 Técnicas de clareamento para dentes vitalizados.....	15
2.3 Fontes de energia no clareamento dentário.....	17
2.3.1 Laser.....	17
2.3.2 LED.....	19
2.3.3 Luz Halógena.....	20
2.3.4 Lâmpada Xenônio/Arco de Plasma.....	20
2.4 Efeitos dos agentes clareadores na estrutura dentária.....	21
2.4.1 Microdureza.....	21
2.4.2 Alterações na superfície.....	27
2.4.3 Alterações no conteúdo mineral.....	31

2.4.4 Perda de resistência.....	33
2.5 Análises Laboratoriais.....	35
2.5.1 Microdureza.....	35
2.5.2 Espectroscopia Raman Transformada de Fourier.....	36
2.5.3 Espectroscopia de Absorção Atômica.....	40
2.5.4 Microscopia de Luz Polarizada.....	42
2.5.5 Microscopia eletrônica de varredura.....	44
3 PROPOSIÇÃO.....	45
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	47
4.1 Limpeza e preparo das amostras.....	47
4.2 Análises Preliminares.....	49
4.2.1 Microdureza inicial do esmalte.....	49
4.2.1.1 Seleção das amostras.....	51
4.2.1.2 Grupos experimentais.....	51
4.2.2 Determinação da composição química do esmalte através da Espectroscopia Raman Transformada de Fourier.....	52
4.3 Aplicação dos agentes clareadores.....	53
4.3.1 Modo de aplicação dos agentes clareadores.....	54
4.3.2 Sem irradiação de luz.....	55
4.3.3 Irradiação com Aparelho com Lâmpada de Luz Halógena.....	55
4.3.4 Irradiação com LED/Laser Diodo.....	55
4.4 Coleta da solução de enxágüe.....	56
4.5 Análises realizadas após os tratamentos clareadores.....	56
4.5.1 Espectrofotometria de Absorção Atômica.....	56

4.5.2 Microdureza Superficial após o Clareamento.....	58
4.5.3 Determinação da composição química final do esmalte através	59
4.5.4 Determinação da microdureza longitudinal interna após o	60
4.5.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	61
4.5.6 Microscopia de luz polarizada (MLP).....	62
5 RESULTADOS.....	63
5.1 Microdureza superficial.....	63
5.2 Microdureza interna.....	64
5.3 Determinação da composição química do esmalte através da	
Espectroscopia Raman Transformada de Fourier.....	67
5.3.1 Determinação do fosfato (PO_4).....	67
5.3.2 Determinação do carbonato (CO_3).....	69
5.4 Determinação do cálcio presente na solução de enxágüe.....	71
5.5 Análise das alterações na superfície através de microscopia	
eletrônica de varredura (MEV).....	72
5.6 Análise em microscopia de luz polarizada (MLP).....	78
6 DISCUSSÃO.....	83
7 CONCLUSÃO.....	93
8 REFERÊNCIAS.....	95
9 ANEXOS.....	107

1 INTRODUÇÃO

A alteração da cor dos dentes pode estar associada a fatores extrínsecos ou intrínsecos, sendo esses congênitos ou adquiridos. Colorações extrínsecas resultam da deposição de pigmentos ou de bactérias cromógenas na superfície do dente ou no biofilme. Colorações intrínsecas ocorrem quando os pigmentos são incorporados no dente, usualmente na dentina (Watts & Addy, 2001). Outros fatores intrínsecos estão associados ao uso incorreto de flúor (fluorose) e do antibiótico do tipo tetraciclina durante a fase de formação do esmalte e da dentina. Além disso, o escurecimento natural pode ser causado pela deposição de dentina secundária ao longo da vida do paciente (Goldstein & Garber, 1995).

Como solução para as colorações extrínsecas e intrínsecas, o clareamento dentário é considerado uma alternativa adequada, por ser conservador e de comprovada eficácia. O mecanismo de ação dos agentes clareadores é atribuído à oxidação de moléculas que produzem as alterações de coloração ou escurecimento da dentina e do esmalte (Haywood & Heymann, 1993; Albers, 1991; Goldstein & Garber, 1995).

Embora os agentes clareadores sejam eficazes e considerados seguros em termos de danos pulpares, muitos trabalhos demonstram que os mesmos podem causar efeitos adversos no esmalte dentário. McCracken & Haywood (1995) relataram efeitos deletérios não significantes na sub-superfície do esmalte. Haywood *et al.* (1990), utilizando microscopia eletrônica de varredura para examinar a morfologia da superfície do esmalte humano, também não encontrou alterações significativas. Entretanto, Shannon *et al.* (1993) e Pinto *et al.* (2004) demonstraram alterações morfológicas na superfície de esmalte tratado com solução de peróxido de carbamida a 10%. Além disso, a aplicação do gel de peróxido de carbamida em concentrações variando entre 35 e 37% também

provocou alterações morfológicas, aumento da rugosidade e da susceptibilidade à pigmentação do esmalte dentário (McGuckin *et al.*, 1992; Cavalli, 2004).

Shannon *et al.* (1993) comprovaram o aumento da porosidade causada pelos agentes em altas e baixas concentrações, entretanto, mínima alteração na microdureza do esmalte foi relatada. Todavia, a diminuição da dureza do esmalte tratado com peróxido a 10% e 16% foi demonstrada, e análises ultra-morfológicas apontam perda de cálcio e fosfato da superfície clareada (Pinheiro Jr. *et al.*, 1996; Lopes *et al.*, 2000; McCracken & Haywood, 1996; Ruse *et al.*, 1990). Ainda, é proposto que a qualidade adesiva ao esmalte como substrato é prejudicada em superfícies recém clareadas, devido às referidas mudanças ultra-morfológicas do esmalte tratado (Perdigão *et al.*, 1998; Cavalli *et al.*, 2001).

Seghi & Denry (1992) e Cavalli *et al.* (2001) demonstraram que a resistência à propagação de fratura do esmalte clareado foi menor quando comparado ao esmalte íntegro. Se capacidade de resistência à propagação de fratura é relacionada com a integridade estrutural da matriz orgânica e mineral, sugere-se que processos químicos com capacidade de degradação dos componentes estruturais ocorram na superfície tratada com peróxido de carbamida, causando redução na resistência à fratura do esmalte.

A avaliação dos efeitos dos agentes clareadores na superfície do esmalte dentário tem sido uma preocupação clínica, pois alguns géis clareadores de alta concentração possuem pH mais ácido que pode favorecer a desmineralização desse substrato (Price *et al.*, 2000). Além disso, o peróxido de hidrogênio é capaz de difundir-se pelo esmalte dentário liberando radicais livres, que devido a sua ação inespecífica, podem oxidar as moléculas pigmentadas e afetar a matriz do esmalte.

Alguns autores quantificaram, através de espectroscopia de energia de dispersão, as concentrações de cálcio e fosfato na superfície do esmalte clareado, pois estes íons são os principais constituintes do esmalte e estão relacionados ao

grau de dissolução desse substrato (Moreno & Zahradnik, 1974). Enquanto Rotstein *et al.* (1996) demonstraram que a redução no conteúdo de cálcio e fosfato no esmalte clareado com peróxido de carbamida não foi significativa, outros mostram que algumas formulações de peróxido causam dissolução significativa com remoção de cálcio do esmalte (Cimilli & Pameijer, 2001). Além disso, estudos têm sugerido que o contato dos agentes clareadores com a estrutura dentária por prolongado período de tempo pode afetar o conteúdo mineral e orgânico do esmalte (Moreno & Zahradnik, 1974; Ruse *et al.*, 1990; McGuckin *et al.*, 1992a; Pinheiro Jr. *et al.*, 1996; McCracken & Haywood, 1996; Lopes *et al.*, 2000; Cimilli & Pameijer, 2001; Pinto, 2004).

Na tentativa de potencializar e acelerar os efeitos do tratamento clareador com peróxidos, técnicas que associam o peróxido de hidrogênio (35%) e irradiação com luz azul ou laser têm sido sugeridas para o clareamento realizado no consultório. Para irradiação do gel clareador aplicado na superfície do esmalte dentário são preconizados o uso de aparelhos fotopolimerizadores com lâmpada halógena ou aparelhos com LED/Laser de diodo infra-vermelho (Arens, 1989; Reyto, 1998; Sun, 2000; Dostalova *et al.*, 2004; Luk *et al.*, 2004). Apesar de amplamente difundidas entre os clínicos, ainda não foram avaliados e determinados os efeitos secundários e resultantes das técnicas de clareamento dentário, que associam a aplicação do peróxido à irradiação como fonte de energia (luminosa ou calor).

Este trabalho tem como proposição avaliar os efeitos de agentes clareadores contendo peróxido de hidrogênio a 35%, quando os produtos forem ou não irradiados durante a aplicação no esmalte dentário. Na avaliação desses possíveis efeitos serão empregadas as análises de espectrofotometria de absorção atômica e Raman Transformada de Fourier, microdureza e microscopia eletrônica de varredura e de luz polarizada.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 ESMALTE

2.1.1 Composição

O esmalte é o tecido humano mais altamente mineralizado. Difere, em relação aos outros tecidos mineralizados, quanto à sua origem, forma estrutural e grau de mineralização (Gwinnett, 1992). Em condições de normalidade, ele recobre a parte exposta do dente ao meio bucal, variando em espessura, nas diferentes regiões da coroa: mais espesso nas cúspides e bordas incisais e mais delgado, terminando em bisel, na margem cervical. Consiste principalmente de material inorgânico (96%) e apenas uma pequena quantidade de substância orgânica (4%) (Sharawy & Yaeger, 1989).

O principal componente inorgânico do esmalte é a apatita que se apresenta nas formas de hidroxiapatita, fluoroapatita e carbonatoapatita (Gwinnett, 1992). Cálcio e fosfato são os elementos inorgânicos mais abundantes (Brudevold *et al.*, 1960). Outros íons como estrôncio, magnésio, chumbo e fluoreto, se presentes durante a síntese do esmalte, podem ser incorporados ou adsorvidos pelos cristais (Junqueira & Carneiro, 2004; Gwinnett, 1992).

O esmalte consiste em colunas alongadas, prismas de esmalte, que estão unidas entre si pelo esmalte interprismático. Tanto os prismas, quanto o esmalte interprismático são formados por cristais de hidroxiapatita, que diferem na sua orientação. Cada prisma se estende através de toda a espessura da camada de esmalte e possui um trajeto sinuoso. O arranjo dos prismas em grupos é muito importante para as propriedades mecânicas do esmalte (Junqueira & Carneiro, 2004).

O processo de mineralização ou maturação do esmalte começa nos primeiros estágios da formação do tecido (Crabb, 1959). Um arcabouço cristalino começa a ser desenvolvido a partir de estruturas denominadas centros de nucleação (Ronnholm, 1962). Os cristais que compõem o arcabouço cristalino

apresentam dimensões microscópicas e são referidos como cristalitos (Frank & Sognnaes, 1960). Essas unidades menores são embebidas em uma matriz orgânica que compõem cerca de 1% em volume do esmalte maduro (Estoe, 1963). Menos da metade desta matriz orgânica é composta por unidades protéicas, sendo que dentre elas a proteína denominada enamulina, que é similar a uma querato-proteína encontrada na pele, se apresenta em maior quantidade (Ten Cate, 1994).

Durante o processo de mineralização da coroa dentária ocorre um aumento significativo no volume de material orgânico. Os ameloblastos produzem uma grande quantidade de matriz orgânica nas primeiras fases de desenvolvimento. Com o processo de maturação do tecido, a matriz orgânica é gradativamente substituída por material inorgânico (Gwinnet, 1992). Desta forma, um gradiente de mineralização é formado no esmalte maturado e as porções mais externas passam a apresentar um maior grau de mineralização em relação às porções mais internas (Crabb & Darling, 1960).

A água é encontrada em quantidade significativamente maior em relação aos constituintes orgânicos (mais de 4% em volume). Aproximadamente 25% do volume de água está ligado aos cristalitos e é provavelmente associada à matriz orgânica (Calstrom *et al.*, 1963). Contudo, a maior porção de água funciona como meio de hidratação circundando os cristalitos que compõem os prismas de esmalte.

2.1.2 Estrutura

A estrutura superficial do esmalte dentário humano foi estudada por vários autores. À medida que dentes irrompidos tornam-se sujeitos às variações do meio, bem como a traumas mecânicos e químicos, inevitavelmente vai haver alteração na microestrutura bem como na composição química da superfície do esmalte. Para excluir tais possibilidades durante a análise da superfície do esmalte, em alguns estudos são utilizados dentes não irrompidos na intenção de

tornar a amostra mais homogênea e livre de tais interferências do meio bucal (Fejerskov *et al.*, 1984).

O esmalte dentário é composto por unidades prismáticas que seguem desde a junção amelo-dentinária até a superfície do dente. Quando submetidos a uma secção transversal, os prismas de esmalte se assemelham a um padrão denominado de buraco de fechadura (Meckel *et al.*, 1965). Estes prismas medem aproximadamente 5 µm de largura em média, correspondente à porção central denominada “corpo” do prisma, e 9 µm de comprimento, que se estende do “corpo” até a região mais inferior do prisma denominada “cauda”. A porção do “corpo” dos prismas está mais próxima da superfície oclusal ou incisal do esmalte, enquanto a “cauda” aponta mais cervicalmente (Meckel *et al.* 1965). O diâmetro dos prismas aumenta desde a superfície amelo-dentinária até a porção mais externa, numa relação de 1:2 (Sharawy & Yager, 1989). Uma substância interprismática pode ser observada em algumas regiões. Acreditava-se que essa substância apresentava características “cimentantes” mantendo os prismas de esmalte unidos. Porém, parece que a própria estrutura cristalina única dos prismas é representável pelo seu caráter coesivo (Gwinnett, 1992).

Os prismas seguem um trajeto relativamente tortuoso nos dois terços internos do tecido do esmalte até alcançar um alinhamento paralelo no terço mais externo. Esta mudança mais ou menos regular na direção dos prismas pode ser interpretada como uma adaptação funcional, minimizando o risco de clivagem na direção axial sob influência de forças mastigatórias. Quando a luz visível é projetada na superfície de um delgado pedaço de esmalte, bandas claras e escuras aparecem. Essas bandas são observadas, pois a luz é transmitida no longo eixo de um grupo de prismas, mas do modo diferente nos prismas adjacentes que se encontram em um ângulo reto. Isso resulta em um fenômeno conhecido por bandas Hunter-Schreger (Osborn, 1965; Gwinnett, 1992).

Uma camada de esmalte destituída de prismas medindo aproximadamente 30 µm foi descrita em 70% dos dentes permanentes e em todos os dentes decíduos. Isto ocorre em função de que nem todos os prismas atingem

a superfície do esmalte (Gwinnett, 1967). Esta camada aprismática é mais comumente encontrada em fóssulas, fissuras e na região cervical da dentição permanente, ao passo que na dentição decídua ela recobre toda a coroa dentária (Ripa *et al.*, 1966). As características morfológicas desta camada também diferem entre os dentes permanentes e decíduos. Nos últimos ela aparece como uma faixa laminada e, nos dentes permanentes, como zonas sobrepostas que são referidas como um padrão incremental de crescimento do tecido (Gwinnett, 1992).

Como mencionado anteriormente, os prismas de esmalte são compostos por milhares de unidades sub-microscópicas denominadas de cristalitos. Os cristalitos estão dispostos em um padrão tri-dimensional no interior de cada prisma de esmalte (Scott & Wyckoff, 1952; Lyon & Darling, 1957). A inclinação média dos cristalitos é de aproximadamente 18° relativos ao longo eixo do prisma, podendo variar entre 0°-70°. Uma diferença marcante na angulação dos cristalitos é observada no limite entre prismas adjacentes. Esta característica morfológica confere um aumento localizado de espaço e material orgânico na região periférica dos prismas referida como bainha do prisma (Gwinnett, 1966). Esse arranjo também confere um relativo aumento da permeabilidade (Poole *et al.*, 1963), e acredita-se que é nessa região que o processo carioso tem início (Gray & Francys, 1963).

A camada aprismática também é constituída por cristalitos, apesar de não apresentar prismas de esmalte. Entretanto, o arranjo ultramicroscópico dos cristalitos difere daquele encontrado na composição dos prismas de esmalte. Uma variação brusca no arranjo dos cristalitos é observada, em que as unidades inorgânicas estão dispostas paralelamente umas com as outras e perpendiculares a superfície externa. A densidade dos cristalitos também confere um aumento no grau de mineralização observado radiograficamente como uma banda radiopaca (Gwinnett, 1992). A mudança na orientação cristalina entre esmalte prismático e aprismático pode ser explicada com base nas alterações de posição dos amelosblastos relativo à sua fase secretória (Gwinnett, 1992).

A atividade funcional dos ameloblastos é um “evento rítmico” em que grupos de células passam por estágios ativos de secreção seguida por períodos de repouso. Este comportamento cíclico se manifesta no tecido através das denominadas *linhas incrementais de retzius*. Em cortes longitudinais as *linhas incrementais de retzius* seguem um padrão semelhante a arcos simétricos que se estendem da superfície do esmalte até a junção amelo-dentinária. Em contraste com a dentição decídua, estas linhas são observadas inclusive na porção mais externa na dentição permanente, atingindo a superfície do esmalte. Nesta região, elas se manifestam como sulcos ondulados relativamente paralelos entre si e transversais ao longo eixo da coroa dentária, recebendo a denominação de periquimácias. Esta estrutura representa o reflexo das linhas de retzius na superfície do esmalte e são progressivamente eliminadas como resultado da atrição dentária (Sharawy & Yager, 1989; Gwinnett, 1992).

Outras estruturas importantes podem ser observadas no estudo micromorfológico do tecido do esmalte. Isto inclui as lamelas de esmalte, que são estruturas delgadas, em folha, que se estendem desde a superfície até a junção amelo-dentinária. Consistem de matéria orgânica, com pouco conteúdo mineral e, por vezes, podem cruzar o limite amelo-dentinário e penetrar na dentina. O limite final das lamelas pode ser observado como estruturas semelhantes à trincas” na superfície do esmalte, que se estendem por distâncias variadas, sendo que a maioria delas apresenta menos de 1 mm de comprimento. As lamelas muitas vezes podem ser confundidas com trincas provocadas pela própria técnica de polimento do espécime durante o preparo para microscopia eletrônica. O fenômeno conhecido como tufos de esmalte se origina no limite amelo-dentinário e avança dentro do esmalte por um quinto a um terço de sua espessura. São assim denominados porque, à luz da microscopia óptica, lembram tufos de grama. São formados por prismas de esmalte e substância interprismática hipocalcificados. Estruturas conhecidas como *fusos de esmalte*, que também originados na junção amelo-dentinária e se estendem para o interior do esmalte, são observadas. Os fusos do esmalte são extensões dos túbulos dentinários que passam através da

junção amelo-dentinária para dentro do esmalte. Em razão da dentina se formar antes do esmalte, o processo odontoblástico ocasionalmente penetra na junção amelo-dentinária e o esmalte é depositado ao redor deste processo, formando um fuso. Esta estrutura, que se semelha a um dedo, apresenta um aspecto micro-morfológico bastante diferente dos amplos e longos tufos de esmalte (Ten Cate, 1985; Sharawy & Yaeger 1989; Gwinnett, 1992).

Quando o esmalte é exposto a ácidos, os íons de hidrogênio rapidamente dissolvem os minerais do cristal, liberando cálcio e fosfato. Ocorre a redução do tamanho do cristal e ampliação dos espaços intercristalinos. Além disso, durante o processo de dissolução, o carbonato presente na estrutura do esmalte pode também ser liberado, formando espaços que se unem e podem destruir a delicada estrutura de proteína (enamelinas) que circunda os cristais (Featherstone *et al.* 1979).

2.1.3 Propriedades

A composição e estrutura do esmalte proporcionam propriedades físicas particulares a este tecido. Devido ao alto conteúdo inorgânico, a dureza do esmalte, expressa em relação à deformação, varia entre 200 a 500 Knoop (Caldwell *et al.* 1957). Tal variação pode ser atribuída aos diferentes planos do esmalte utilizados nos testes de dureza, o que implica no fato de que os prismas são submetidos aos testes mediante diferentes orientações. Em relação à escala de dureza Moh, o esmalte apresenta valores próximos a 6 Moh, ou seja, trata-se de um tecido extremamente duro (Sharawy & Yaeger, 1989).

O esmalte possui um alto módulo de elasticidade e uma resistência à tração relativamente baixa, conferindo-lhe características de friabilidade (Tyldesley, 1950). As forças complexas que atuam sobre o esmalte durante a ação fisiológica da mastigação são dissipadas em direção à dentina através da forma e da natureza da junção amelo-dentinária. Esta inter-relação estrutural e física entre um tecido friável (esmalte) e um tecido tenaz (dentina), através da junção amelo-dentinária, proporciona ao dente um comportamento biomecânico característico

em que a dentina protege o esmalte. Desta forma, os dentes são capazes de absorver e dissipar as forças provenientes da ação fisiológica da mastigação e da flutuação térmica a que a estrutura dentária é submetida durante toda a vida (Ten Cate, 1994).

Um gradiente dinâmico envolvendo fluídos e o ambiente bucal foi descrito por Bergman (1963), no qual o esmalte participa através de sua estrutura permeável e porosa. Este tecido funciona como uma membrana semi-permeável (Darling *et al.* 1961), permitindo a passagem de água e fluidos bucais, mas excluindo moléculas de alto peso molecular (Poole *et al.* 1963). O volume de porosidades é maior em direção a junção amelo-dentinária e está preferencialmente localizado na periferia dos prismas de esmalte e em regiões que apresentam tecido em formação (Gwinnett, 1966).

O alto conteúdo inorgânico do esmalte confere a este tecido uma característica de translucidez. Em regiões de menor espessura (cervical), o esmalte apresenta coloração branco-amarelada em função da cor amarelada da dentina subjacente, ao passo em regiões de maior espessura, ele apresenta coloração branco-acinzentada. As áreas incisais, por outro lado, apresentam uma tonalidade azulada devido o rebordo ser constituído exclusivamente por uma dupla camada de esmalte. Anomalias durante o processo de desenvolvimento e maturação do esmalte ou ataques cariosos podem produzir alterações localizadas da opacidade do esmalte, resultando em lesões de mancha branca (Sharawy & Yaeger, 1989; Gwinnett, 1992).

2.2 CLAREAMENTO DENTÁRIO

2.2.1 Histórico

O interesse para a realização do clareamento dentário data do final do século XIX. Em 1850, Dwinelle publicou no “American Journal of Dental Science” diversos experimentos com dentes despulpados, os quais caracterizam a introdução do processo de clareamento dentário no meio odontológico. Nesse

estudo, afirmou que a idéia de clarear dentes lhe havia surgido naturalmente e que tinha utilizado, para tanto, diversos compostos contendo íon cloro, vapores de enxofre e alguns ácidos, como o oxálico; usou ainda o cloreto de cálcio e de sódio, formando uma pasta destes com o fosfato de cálcio. Sugeriu a hipótese de que o mecanismo de ação do cloro provavelmente seria de atingir os pigmentos de ferro contidos nos tecidos dentários oriundos do sangue, com eles reagir e fazer com que estes saíssem pelas porosidades do dente. Supôs também, que o ácido oxálico agisse como um solvente do ferro. Sua conclusão foi a de que os íons de cloro seriam o melhor meio para se eliminar as manchas dos dentes (Dwinelle, 1850).

Historicamente o primeiro relato de clareamento dentário, foi realizado em dentes não vitalizados por Truman no ano de 1964. O clareamento de dentes vitalizados com o peróxido de carbamida foi observado por um ortodontista em 1960 que indicava a seus pacientes um anti-séptico que continha peróxido de carbamida a 10%, porém a descoberta foi pouco difundida (Dah & Pallesen, 2003; Haywood *et al.* 1990).

Foi apenas em 1989 quando Haywood & Heymann publicaram um artigo que descrevia a técnica conhecida como “Clareamento de Dentes Vitalizados com moldeira utilizada durante as horas de descanso noturno” que esse procedimento se popularizou. A técnica por eles descrita, utilizava uma moldeira confeccionada em silicone sobre o modelo de gesso do paciente onde o agente clareador, peróxido de carbamida 10%, era depositado e o paciente permanecia com a moldeira enquanto dormia, este procedimento se repetia por 5 semanas.

O clareamento dentário consiste na degradação de moléculas de maior peso molecular que refletem determinado comprimento de onda de luz emitida pelo dente, fazendo com que o dente pareça escurecido (Fasanaro, 1992).

O clareamento ocorre graças à permeabilidade da estrutura dentária e a capacidade de difusibilidade dos agentes clareadores (Joiner, 2004). As soluções de peróxido de carbamida são extremamente instáveis na cavidade oral e

imediatamente se dissociam em peróxido de hidrogênio e uréia. O peróxido de hidrogênio é um forte agente oxidante, que por sua vez se degrada em oxigênio e água enquanto a uréia se degrada em amônia e dióxido de carbono (Haywood & Heymann, 1991).

Os radicais livres gerados nestas reações químicas de oxidação e redução, quebram as moléculas que são convertidas em moléculas cada vez menores que são eliminadas por difusão da intimidade do elemento dentário (Haywood, 1992).

2.2.2 Mecanismo de ação dos agentes clareadores

O exato mecanismo de ação dos agentes clareadores ainda vem sendo discutido (Rodrigues *et al.*, 2002). Segundo Conceição *et al.* (2000), os agentes clareadores, à base de peróxidos, possuem baixo peso molecular e uma capacidade de desnaturar as proteínas, aumentando assim, a permeabilidade da estrutura dentária e, conseqüentemente, o movimento de íons neste substrato. Por um processo de oxidação, as substâncias clareadoras atuam nos materiais orgânicos responsáveis pelos pigmentos (macromoléculas), convertendo-os em dióxido de carbono e água, gerando a diminuição ou a eliminação do pigmento por difusão, produzindo assim, moléculas menos complexas, de peso molecular reduzido que retém menos luz (Baratieri *et al.*, 1995; Flaitz & Hicks, 1996; Mendonça & Paullilo, 1998).

Segundo Goldstein & Garber (1995) e Baratieri *et al.* (1995) o processo básico do clareamento envolve uma reação de oxidação, no qual o agente clareador difunde-se através da substância interprismática do esmalte, e os compostos anéis de carbono altamente pigmentados são abertos e convertidos em cadeias menos saturadas, que são mais claras.

Os agentes, à base de peróxido, podem produzir radicais livres e altamente reativos. Esses radicais livres, derivados do oxigênio, degradam a molécula cromatogênica orgânica em moléculas menores, e menos pigmentadas, via processo oxidativo ou, ocasionalmente, por redução. Já o processo de

clareamento de manchas provocadas por substâncias inorgânicas ainda não está totalmente estabelecido (Lynch *et al*, 1995).

De acordo com McEvoy (1989), o peróxido de hidrogênio é mais seletivo no seu mecanismo de ação quando comparado ao ácido hidrocloreídrico, pois não conta com muita desmineralização para realizar a remoção de manchas, sendo indicado para a remoção tanto das manchas superficiais, como também de pigmentações profundas no esmalte e dentina.

A difusão do H_2O_2 através da dentina está relacionada ao tempo de aplicação, à concentração e ao tipo de agente clareador utilizado (Fat, 1991). De acordo com Rotstein *et al.* (1991), quando se aumenta a temperatura de 24°C para 37°C, praticamente dobra-se a quantidade de H_2O_2 que penetra nos tecidos dentários. Além disso, segundo Haywood (1992), a rapidez da reação oxidante depende da concentração e do nível de peroxidase salivar.

Flaitz & Hicks (1996) relataram que o peróxido de hidrogênio oxida moléculas orgânicas de maneira não-específica, pela ligação eletrofílica de radicais livres instáveis com elétrons não-pareados.

2.2.3 Agentes clareadores

Os agentes clareadores mais frequentemente utilizados em Odontologia são à base de peróxido. Podem ser divididos em duas categorias: aqueles usados no consultório sob alta concentração (peróxido de hidrogênio a 35%) e aqueles auto-administrados pelo paciente, sob supervisão do cirurgião-dentista (geralmente peróxido de carbamida a 10%).

2.2.4 Peróxido de hidrogênio (H_2O_2)

A solução de peróxido de hidrogênio vem sendo utilizada para clareamento dentário desde 1884 (Harlan), demonstrando sua efetividade para remoção de pigmentos intrínsecos e extrínsecos, tanto em dentes vitalizados como não vitalizados (Fortuna, 1996).

O peróxido de hidrogênio possui baixo peso molecular e habilidade para desnaturar proteínas. Tem capacidade de permear o esmalte e a dentina, em vista da porosidade e da permeabilidade destes tecidos. Assim, apresenta capacidade de remover manchas superficiais e também as presentes mais profundamente nos tecidos dentários (Baratieri *et al.*, 2001).

É um forte agente oxidante, podendo ser encontrado em concentrações de 30 a 35%, devido à natureza cáustica, deve ser utilizado apenas no consultório e sob isolamento absoluto. Para o clareamento caseiro, o peróxido de hidrogênio também é empregado, porém em concentrações de 1% a 10% (Papathanasiou *et al.*, 2001).

Rotstein & Friedman (1991) revelaram que o peróxido de hidrogênio tem pH ácido, próximo a 3. Produtos comerciais contendo H_2O_2 que apresentam pH maior são efetivos como agentes clareadores, embora seu tempo de vida seja adversamente afetado. O peróxido de hidrogênio serve como precursor do radical OH extremamente reativo, que exerce forte atividade clareadora em uma ampla variedade de moléculas orgânicas cromatogênicas (Lynch *et al.*, 1995).

Frysh *et al.* (1995), avaliaram através de um colorímetro a efetividade de um agente clareador à base de peróxido de hidrogênio a 35% em seu pH original (4,4) e tamponado (pH 9,0), aplicado sobre dentes extraídos e autoclavados. Foi constatado que o peróxido de hidrogênio alcalino é 2,7 vezes mais efetivo que o peróxido de hidrogênio ácido. Acrescentaram, ainda, que o agente alcalino possui a vantagem de causar menor desmineralização na superfície dentária que outros agentes ácidos e que o peróxido de hidrogênio ácido é mais estável e possui um maior tempo de vida. Segundo o ADEP INSTITUTE (1991) o peróxido de hidrogênio clareia 2,76 vezes mais rapidamente do que a mesma concentração de peróxido de carbamida.

2.2.5 Peróxido de Carbamida

O peróxido de carbamida, peróxido de uréia ou peridrol uréia, tem sido utilizado na Odontologia, na técnica do clareamento caseiro noturno (Haywood &

Heymann, 1989). Soluções de peróxido de carbamida podem ser encontradas em concentrações de 3% a 22%, sendo que a maioria dos clareadores caseiros disponíveis comercialmente contém 10% de peróxido de carbamida, o que equivale a 3,0-3,5 de H_2O_2 (Lynch *et al.*, 1995).

Esses produtos à base de peróxido de carbamida contêm glicerol ou propilenoglicol, carbopol, agente aromático e ácido fosfórico ou cítrico. O glicerol atua como “transportador”, e corresponde a 85% do produto. O carbopol, polímero de ácido acrílico, age como espessante, promovendo um prolongamento do tempo de atuação do produto, além de interferir com a peroxidase, enzima salivar responsável pela degradação do H_2O_2 . O ácido é incorporado ao produto, pois o peróxido de carbamida encontra-se mais estável em soluções ácidas (Lynch *et al.*, 1995). O pH médio desses materiais varia de 5.0 a 6.5, entretanto variações de até dois pontos são comuns entre os fabricantes (Adep Institute, 1991).

O peróxido de carbamida é uma solução estável, que quando em contato com a saliva desdobra-se inicialmente em peróxido de hidrogênio e uréia. O peróxido de hidrogênio degrada-se ainda em oxigênio e água, e a uréia degrada-se em amônia e dióxido de carbono (Haywood & Heymann, 1991; Rodrigues *et al.*, 2001). Segundo Bem-Amar *et al.* (1995) a amônia combinada com a água gera uma substância alcalina que eleva o pH da superfície do esmalte, podendo reverter a desmineralização dos substratos.

2.2.6 Técnicas de clareamento para dentes vitalizados

Quatro diferentes técnicas para clareamento de dentes vitalizados têm sido reconhecidas:

1. Técnica de consultório, “In office” ou “Power Bleaching”: consiste na aplicação do agente clareador pelo profissional, em consultório. E na maioria das vezes, realizada com peróxido de hidrogênio a 30% ou 35%, associado ao calor, luz ou ambos (Hirata, 1997; Gultz *et al.*, 1999; Papathanasiou *et al.*, 2001).

2. Clareamento supervisionado pelo dentista: o paciente permanece no consultório durante o período do tratamento clareador, com uma moldeira posicionada sobre os dentes, contendo o peróxido de carbamida gel em altas concentrações, 35% ou 40%, por 30 minutos a 2 horas (Hirata, 1997).
3. Clareamento acompanhado pelo dentista, conhecida como técnica caseira, doméstica, ou “nightguard bleaching”. O agente clareador utilizado nesta técnica é a base de peróxido de carbamida em baixa concentração, variando de 10% a 22%. A eficácia desta técnica decorre de uma combinação da solução clareadora e do tempo de tratamento (Leonard Jr *et al.*, 1998).
4. “Over-the-counter”. Esta é uma forma de clareamento, onde o produto é adquirido pela população em casas comerciais e aplicado sem qualquer acompanhamento ou supervisão de um profissional. A eficácia desses produtos é questionável e pode trazer severas complicações (Cubbon & Ore, 1991).

Para avaliar as vantagens e desvantagens das técnicas de clareamento em dentes vitalizados, Barghi, em 1998, revisou os riscos, efetividades e fatores clínicos que influenciam na escolha de uma determinada técnica de clareamento. Segundo o autor, a seleção da técnica deve ser baseada no número de dentes envolvidos, no tipo e severidade de alteração de cor, na presença ou ausência de sensibilidade dentária, no tempo, custo e limitações de cada paciente. O conhecimento dos produtos e técnicas disponíveis, bem como das indicações, proporcionaram resultados mais satisfatórios tanto na técnica caseira quanto na técnica em consultório.

2.3 FONTES DE ENERGIA USADAS NO CLAREAMENTO DENTÁRIO

A decomposição do peróxido de hidrogênio e a liberação dos radicais livres responsáveis pelo clareamento podem ser aceleradas pelo fornecimento de energia eletromagnética, através de uma fonte externa (Baik *et al.*, 2001).

As técnicas de clareamento para dentes vitalizados evoluíram muito, em relação ao tempo de tratamento e, principalmente, em relação à fonte ativadora (calor/luz). Com o avanço tecnológico, surgiram técnicas de clareamento dentário para facilitar sua utilização e melhorar o conforto, a segurança e a diminuição de tempo na execução da técnica (Reyto, 1998). Entre elas estão: clareamento à laser de argônio, laser de Diodo, clareamento com LED's, clareamento com luz de xenônio (lâmpadas de plasma), clareamento com luz do fotopolimerizador (Buchalla & Attin, 2006).

As técnicas atuais de clareamento dental com agentes fotoativadores para lasers, LEDs e luz halógena têm se mostrado eficientes, porém muito deve ainda ser pesquisado. As técnicas com aplicação dos lasers são as mais avaliadas e pouco explorada, as técnicas com aplicação dos LEDs e lâmpadas halógenas.

2.3.1 Laser

O laser (Light Amplification by Stimulate Emission of Radiaton - Amplificação da Luz por Emissão Estimulada de Radiação) é uma forma de radiação não-ionizante, altamente concentrada, que em contato com os diferentes tecidos resulta em efeitos fotoquímicos, fotoelétricos e térmicos. Os efeitos são resultantes da composição de seus meios ativos, os quais determinam o comprimento de onda (λ) da radiação emitida. Sendo uma forma de energia não-ionizante, ao contrário de outras formas de radiação usadas terapeuticamente, tais como raios X e Gama, a radiação laser é não-invasiva, sendo muito bem tolerada pelos tecidos (Zanin, 2002).

A energia do laser com comprimento de onda de 488nm emite uma luz azul-esverdeada, que se encontra na parte visível do espectro eletromagnético, é absorvido por cores escuras. Parece ser o instrumento ideal para ser usado no clareamento dentário quando utiliza-se o peróxido de hidrogênio a 35%, associado à uma corrente com coeficiente de absorção adequado para a sua interação, pois sua produção de calor é mínima. O laser de argônio emite em duas faixas diferentes do espectro eletromagnético, uma em 488nm, que se utiliza para o clareamento dentário e fotopolimerização de resinas e outra faixa em 514nm, que é usada em tecidos moles. Estes dois comprimentos de onda são distintos e enquanto um (488nm) é considerado laser frio, pois gera mínimo efeito térmico, o outro (514nm) vaporiza os tecidos moles através de calor (Goodman & Kaufman, 1977).

De acordo com a ADA Council on Scientific Affairs (1998), os fabricantes de laser informam que a energia laser é totalmente absorvida pelo gel clareador, resultando num processo de clareamento superior que pode ser realizado em uma sessão, sem efeitos colaterais. Os efeitos nos tecidos duros dependem do tipo de laser utilizado, assim como o tempo de exposição desse laser ao tecido. As mudanças de temperaturas são influenciadas pelas propriedades de absorção do esmalte e da dentina. O laser de argônio gera pouco aquecimento pulpar quando utilizado apropriadamente. Em contraste, o laser de CO₂ é absorvido pela água dos tecidos e convertido em calor.

Segundo Sun (2000) o objetivo de clarear os dentes utilizando o laser é atingir o mais avançado processo de clareamento, com o auxílio de uma eficiente fonte de energia. A utilização do laser de argônio no comprimento de onda de 488nm como fonte de energia para estimular as moléculas de peróxido de hidrogênio oferece mais vantagens que quando se utilizam instrumentos aquecidos ou aquecedores. Os lasers de argônio emitem ondas de curto comprimento, com fótons de alta energia. Já as lâmpadas halógena, de arco de plasma e outras lâmpadas aquecedoras emitem tanto ondas de curto comprimento quanto ondas térmicas infravermelhas invisíveis (750nm a 1mm), com fótons de

baixa energia e características térmicas altas. Estas altas temperaturas podem resultar em respostas pulpaes desfavoráveis. O autor comenta que a função do laser de argônio é estimular rapidamente a molécula de peróxido de hidrogênio. A energia absorvida pelas ligações inter e intramoleculares estimulam vibrações quebrando a molécula de H_2O_2 e liberando radicais iônicos reativos que se combinam com moléculas de carbono pigmentadas, quebrando-as em cadeias simples. O resultado desse processo é o clareamento do dente.

Segundo Zanin *et al.* (2002), o clareamento dentário usando laser de argônio é conseguido através da ativação de um gel de peróxido de hidrogênio a 35-45% pela luz laser. A técnica de clareamento a laser possibilita a realização de um procedimento estético e conservador em apenas uma sessão, com a prevenção da ingestão do gel clareador pelo paciente e menor geração de calor na estrutura dentária.

2.3.2 LED

Os aparelhos tipo LED são compostos por semicondutores que converte a energia elétrica em luz azul, com comprimento de onda na faixa estreita do espectro eletromagnético, mas coincidindo com o espectro de absorção da canforoquinona (Duke, 2001).

Os LED's foram criados entre 1950 e 1960, a partir de pesquisas com a tecnologia dos diodos, e emitiam na faixa infravermelha. Em 1970 surgiram os LED's amarelos e verdes, e mais recentemente, em 1990, foram introduzidos os LED's brancos, azuis e ultravioleta. Os LED's usam conexões de semicondutores para gerar luz no lugar dos filamentos quentes utilizados nos bulbos da luz halógena. Os LED's não necessitam de filtros para produzir a luz azul, são resistentes a choques e vibrações e consomem pouca energia na sua operação. O LED de nitreto de gálio produz um estreito espectro de luz de 400 a 500 nm próximo à faixa de absorção da canforoquinona, o que os tornam eficientes nas técnicas de clareamento e fotopolimerização (Nakamura, 1994).

2.3.3 Luz Halógena

Os aparelhos de luz halógena produzem uma luz branca pela passagem de uma corrente através de um filamento de tungstênio que se encontra protegido dentro de uma cápsula de quartzo preenchida com um gás halógeno. Assim, este filamento é submetido a altas temperaturas, produzindo uma luz com energia dentro de uma larga faixa do espectro, com muita radiação na região do infravermelho. Os filtros do aparelho bloqueiam parte da radiação desnecessária permitindo apenas a passagem da luz azul (Burgess *et al.*, 2002).

Gultz *et al.* (1999), simulando técnicas de clareamento de consultório, submeteram dentes humanos recém-extraídos a duas aplicações por uma hora com um gel à base de peróxido de carbamida a 35%, com aquecimento prévio da seringa, ou a exposição por dez minutos a um gel de peróxido de hidrogênio a 35% ativado por um aparelho fotoativador. Em seguida, avaliaram, através de microscopia eletrônica de varredura, o efeito sobre a superfície do esmalte, onde não foram encontradas alterações superficiais.

2.3.4 Lâmpada de Xenônio/Arco de plasma

A tecnologia do arco de plasma utiliza um arco de elétrico entre 2 eletrodos numa lâmpada de xenônio para gerar luz branca intensa. A luz passa por um filtro, que permite a passagem dos comprimentos de onda azul/verde para irradiar o material clareador (Zanin & Brugnera Jr, 2004).

A lâmpada de xenônio possui filamento de tungstênio com filtro de comprimento de onda azul/verde, que resulta no comprimento de onda específico desenvolvido para otimizar a reação fotoquímica e fototérmica do produto de clareamento, tornando-o mais claro e indicando que o processo de clareamento foi completado. Essa lâmpada possui revestimento dicróico e óptico, especial para fornecer iluminação de alta intensidade (Friedman, 1988).

Os aparelhos de arco de plasma contêm dois eletrodos de tungstênio que se localizam em uma cápsula pressurizada preenchida com gás de xenônio, desenvolvendo um alto potencial elétrico entre os mesmos, em função de uma alta

descarga elétrica. Os espectros de luz emitidos por estes aparelhos incluem a geração de luz ultravioleta, luz visível e radiação infravermelha que após filtragem emitem uma alta densidade de potência com comprimento de onda entre 450 - 500 nm (Burgess *et al.*, 2002).

O aparelho de luz de xenônio no modo de clareamento um comprimento de onda amplo em adição à energia fotoquímica fornecida pelo comprimento de onda azul. Essa energia térmica permite que o gel clareador alcance e mantenha a temperatura em um minuto de aplicação (Zanin & Brugnera Jr, 2004).

2.4 EFEITOS DOS AGENTES CLAREADORES NA ESTRUTURA DENTÁRIA

2.4.1 Microdureza

Shannon *et al.* realizaram, em 1993, um estudo combinando a aplicação de agentes clareadores *in vitro*, por um período de 16 horas, com o período restante sob o efeito *in situ* da saliva humana. Fragmentos de esmalte foram obtidos a partir de molares humanos não erupcionados, esterilizados em óxido de etileno por oito horas e preparados para avaliação de microdureza. Foram selecionados voluntários e confeccionados aparelhos individuais para a fixação dos fragmentos. Em seguida, os aparelhos foram expostos a uma das três marcas comerciais de agentes clareadores à base de peróxido de carbamida a 10% ou à saliva artificial por 16 horas e foram levadas aos voluntários para utilizarem os aparelhos por oito horas, removendo-os somente para higiene bucal por dois minutos. Nos finais de semana, os aparelhos eram imersos oito horas em saliva artificial. Após duas e quatro semanas, foram realizadas avaliações de microdureza e da morfologia da superfície do esmalte através de microscopia eletrônica de varredura. Os valores de dureza obtidos na segunda semana demonstraram que os dentes clareados possuíam valores de microdureza inferior aos controles, porém não demonstraram diferenças estatísticas. Houve um

aumento estatístico significativo nos valores de dureza entre os grupos clareados da segunda para a quarta semana, entretanto os fragmentos clareados na quarta semana também não diferiram do grupo controle. As fotomicrografias revelaram a presença de alterações topográficas após quatro semanas similares a padrões de erosão. Os autores sugeriram que os fragmentos podem ter sofrido fenômenos de desmineralização pela ação dos agentes clareadores, alternando com processos de remineralização causados pela saliva humana.

Em 1995, Lee *et al.* avaliaram a efetividade e os efeitos superficiais de agentes clareadores à base de peróxido de hidrogênio a 35 e a 50% em fragmentos de esmalte humano. A avaliação da cor e os ensaios de microdureza foram realizados antes e após uma e duas horas de exposição aos agentes clareadores e, em seguida, os fragmentos foram avaliados em microscopia eletrônica de varredura. Os agentes clareadores foram capazes de alterar significativamente a cor dos fragmentos, porém essa alteração não foi significativa entre as aplicações. Não ocorreram alterações significativas na microdureza do esmalte, entretanto a microscopia eletrônica de varredura verificou a presença de porosidades e trincas, com possível remoção da matriz orgânica e mineral. Foram observadas muitas áreas hipomineralizadas, sendo estas mais evidentes após o tratamento com peróxido de hidrogênio a 50%.

Através da avaliação da microdureza de dentes tratados com peróxido de hidrogênio a 30% ou uma pasta de perborato de sódio e peróxido de hidrogênio a 30% aquecido a 37°C ou 50°C por intervalos de 5, 15 e 30 minutos, Lewinstein *et al.* (em 1994) notaram alterações significativas com o uso do peróxido de hidrogênio após o tempo de cinco minutos para dentina e 15 minutos para esmalte, sem diferenças em relação à aplicação do calor. Essas alterações foram de maior severidade com o aumento do tempo de tratamento com o peróxido de hidrogênio. A mistura de peróxido de hidrogênio a 30% e perborato de sódio (pH 8,0) não alterou a microdureza da dentina ou esmalte. Os autores relacionaram a queda de microdureza não apenas a um efeito nos componentes inorgânicos, mas

também à matriz orgânica. Como a dentina possui uma maior fase orgânica, apresentou uma perda de dureza em menor tempo.

Mccracken & Haywood, em 1995, avaliaram a microdureza do esmalte dentário humano após a aplicação de dois tipos de peróxido de carbamida a 10%, sendo que um deles possuía pH 5,3 e carbopol e, o outro, pH 7,2, mas sem carbopol. Após 24 aplicações de uma hora, em três dias, os fragmentos foram polidos e a microdureza Knoop subsuperficial foi avaliada. Somente foi encontrada alteração na profundidade de 25µm com a aplicação do peróxido de carbamida ácido com o agente espessante. Entretanto, não se pode afirmar se o responsável pela perda de mineral foi o pH ácido ou o carbopol. O agente clareador sem carbopol não demonstrou diferenças na microdureza subsuperficial. Os autores confrontaram seus resultados com os de outros trabalhos, considerando que a perda de mineral, ocorrida somente subsuperficialmente na profundidade de 25µm, é clinicamente insignificante frente ao condicionamento ácido ou a uma profilaxia dentária que removem cerca de 5µm a 50µm do esmalte.

Attin *et al.*, em 1997, avaliaram o efeito de um gel à base de peróxido de carbamida a 10% sobre a microdureza do esmalte dentário bovino associado a diferentes aplicações de flúor e imersão em solução remineralizadora. Os espécimes com dimensão de 4x4mm foram expostos por 12 horas ao gel e, em seguida, imersos em uma saliva artificial por oito horas, sendo que um grupo experimental sofreu imersão prévia por um minuto em uma solução de 0,2% de flúor, em outro grupo foi aplicado verniz de flúor 2,23% por uma hora. Após dois e quatro dias de tratamento, foram realizados ensaios de microdureza pelos quais foi constatada uma diminuição estatisticamente significativa e progressiva da microdureza do esmalte dentário clareado; entretanto, o grupo não exposto aos fluoretos demonstrou a maior perda mineral. Dessa forma, a queda de microdureza superficial do esmalte foi reduzida pela aplicação de fluoretos durante o período de remineralização durante o tratamento clareador.

Em 1998, Smidt *et al.*, avaliaram o efeito de três agentes clareadores à base de peróxido de carbamida a 10% sobre a microdureza do esmalte dentário

humano. Após 16 dias de tratamento clareador, por seis horas diárias, e armazenamento intermediário em solução salina, os agentes clareadores causaram uma perda de dureza estatisticamente significativa, indicando desmineralização do esmalte.

Potocnik *et al.*, em 2000, avaliaram o efeito da aplicação de um gel de peróxido de carbamida a 10% (pH=6,62) sobre o esmalte dentário humano. Os seis dentes extraídos foram submetidos ao gel por 336 horas, sendo este renovado a cada oito horas. Após a aplicação os dentes foram cortados longitudinalmente, polidos, e a microdureza Vickers subsuperficial foi avaliada, entre a superfície do esmalte e a junção amelo-dentinária. A avaliação de microdureza não demonstrou diferenças estatísticas; entretanto, os autores relatam a ocorrência de uma alta variabilidade nos valores obtidos devido a grande diferenças entre a estrutura mineral e a configuração dos cristais de esmalte de diferentes dentes. Em seguida, as concentrações de Ca e P nos dentes foram avaliadas em um microscópio eletrônico de varredura. Houve uma grande diminuição na concentração cálcio, o que demonstrou perda de mineral. Porém, os autores afirmaram que essa perda foi sutil e não detectável através do ensaio de microdureza. Foi notado, ainda, um aumento na concentração de Ca no gel clareador, sugerindo uma perda de mineral para o gel. Foi concluído que peróxido de carbamida a 10% causa mudanças locais, químicas e microestruturais, no esmalte dentário clinicamente insignificante.

Com base nos guias de aceitação dos produtos clareadores dentais pela *American Dental Association*, Siew (2000), descreveu alguns requisitos para testes laboratoriais e clínicos realizados para avaliar os agentes clareadores. Dentre eles, afirmou que o esmalte de terceiros molares humanos é aceitável para representar o esmalte de dentes anteriores. Nos testes de dureza, devem ser realizadas cinco indentações antes e depois da aplicação dos géis clareadores, que deve ser realizada da forma indicada pelos fabricantes. O teste de significância deve considerar $p < .05$, e o desvio padrão da dureza não deve ser maior que 10% dos valores encontrados na literatura.

Rodrigues *et al.*, em 2001, realizaram um estudo *in vitro*, avaliando o efeito de duas marcas comerciais de agentes clareadores à base de peróxido de carbamida a 10% sobre a microdureza do esmalte dentário, em função do tempo de clareamento. Fragmentos de esmalte foram obtidos a partir de terceiros molares inclusos recém-extraídos. O tratamento clareador consistiu na aplicação dos géis por oito horas diárias durante 42 dias e imersão durante o período restante em uma solução remineralizadora similar à saliva humana. Foram realizados ensaios de microdureza Knoop antes e após 1, 7, 14, 21, 28, 35 e 42 dias de tratamento. Os valores de dureza obtidos demonstraram um aumento estatístico na microdureza dos fragmentos dentais tratados com um dos agentes clareadores, a partir do sétimo dia de tratamento com um pico de dureza após 21 dias de tratamento, quando diminuiu, tornando-se similar ao grupo controle. O grupo controle permaneceu com a mesma média de dureza durante todo o experimento. O outro agente avaliado, cuja literatura indica ter um baixo pH, sofreu uma queda nos valores de microdureza, que foi estatisticamente significativa a partir do 21º dia de tratamento em relação ao grupo controle. Os resultados sugeriram que o pH dos agentes clareadores pode influenciar na perda de mineral; entretanto, pode-se esperar que *in vivo* essa perda de mineral não ocorra, ou mesmo seja menor em função da presença da saliva.

Cimilli & Pameijer, em 2001, submeteram fragmentos de esmalte humano ao tratamento clareador com uma de quatro marcas comerciais de peróxido de carbamida, duas com concentração de 10%, uma de 15% e outra de 16%, tendo um grupo controle armazenado em água destilada. Os agentes foram aplicados por seis horas diárias, sendo nas 18 horas restantes imersos em água destilada, durante cinco ou dez dias. Em seguida, os 28 fragmentos foram submetidos a diferentes avaliações de microdureza superficial e subsuperficial (100µm) e análises de espectrofotometria e difração de raios-X. Todos os grupos clareados apresentaram valores de microdureza superficial estatisticamente inferior ao grupo controle após cinco ou dez dias. Os valores de microdureza subsuperficial foram estatisticamente inferiores aos de dureza superficial, com

exceção do grupo tratado com os agentes à base de peróxido de carbamida a 10%. O grupo tratado com peróxido de carbamida a 16% apresentou os menores valores de dureza superficial e subsuperficial em relação ao controle, embora o peróxido de carbamida a 15% não tenha diferido do grupo controle na dureza subsuperficial. As análises de espectrofotometria e de difração de raios-X demonstraram haver perda de mineral.

Basting *et al.*, (2003), avaliaram o efeito de agentes clareadores à base de peróxido de carbamida a 10%, 15%, 16%, 20% e 22% e um agente à base de carbopol e glicerina sobre a microdureza do esmalte antes e após oito horas, 7, 14, 21, 28, 35 e 48 dias de tratamento e sete e 14 dias após o encerramento do clareamento. Os resultados obtidos demonstraram haver uma queda estatisticamente significativa na microdureza do esmalte dentário logo após o tratamento clareador para todos os agentes clareadores, inclusive no grupo tratado com carbopol e glicerina. A análise de regressão demonstrou haver um comportamento semelhante entre os agentes clareadores. Entretanto, no período pós clareamento, houve um aumento nos valores de dureza, porém, somente o grupo tratado com peróxido de carbamida a 15% e 20% que apresentavam substâncias remineralizantes tiveram aumento estatisticamente significante acima dos valores de dureza iniciais. Concluiu-se que os agentes clareadores podem causar a desmineralização do esmalte. Porém, a concentração não influenciou a microdureza do esmalte. Quando necessário, pode-se optar pelo uso de agentes em maior concentração. Espera-se ainda que, clinicamente, o esmalte alcance a dureza inicial pela ação da saliva.

De Oliveira *et al.*, em 2003, avaliaram a microdureza do esmalte dentário humano durante o tratamento clareador associado à aplicação de dentifrícios dessensibilizantes com ou sem flúor. O gel clareador utilizado foi à base de peróxido de carbamida a 10% com pH 6,2, o qual havia demonstrado efeito desmineralizador em estudos preliminares, comparado a um gel placebo de carbopol usado como controle. O regime clareador consistiu na aplicação do gel clareador ou placebo em fragmentos embutidos por meio de uma moldeira

individual, durante oito horas diárias, imersos em uma solução remineralizadora similar à saliva artificial. Após o tratamento clareador, foram expostos a uma solução de dentifrício e água por cinco minutos e, nas 16 horas remanescentes, os fragmentos foram imersos em uma nova solução remineralizadora. Ensaio de microdureza foram realizados antes, após oito horas e 7, 14, 21, 28, 35 e 42 dias de clareamento e após 7 e 14 dias de encerrado o regime clareador. Os grupos tratados com o agente placebo não diferiram na microdureza ao longo do experimento. Nos grupos clareados, logo após a aplicação do agente clareador (8h), foi notada uma leve queda na microdureza; entretanto, houve um aumento de dureza estatisticamente significativa em função do tempo de clareamento. Esse aumento está diretamente relacionado à possibilidade de uma leve desmineralização causada pelo agente clareador sucedida por um grande período de remineralização iniciado pelos dentifrícios dessensibilizantes seguido pela imersão na solução de saliva artificial. Dessa forma, pode-se esperar que uma possível desmineralização causada pelos agentes clareadores possa ser clinicamente revertida pela ação de dentifrícios e da saliva.

2.4.2 Alterações na superfície

Titley *et al.*, em 1988, avaliaram, através de microscopia eletrônica de varredura o efeito de uma solução de peróxido de hidrogênio a 35% sobre a superfície do esmalte dentário humano após 1, 3, 5, 10, 20 e 60 minutos de exposição. Notaram que, quanto maior era o período de exposição, maior era a formação de poros e de um precipitado na superfície do esmalte. Após 60 minutos, a porosidade tornou-se menos aparente devido ao aumento do precipitado. Estes autores sugeriram que, além do tempo de exposição aumentar a formação de porosidades, a aplicação de calor pode aumentar os efeitos prejudiciais ao esmalte.

Haywood *et al.* (1990) avaliaram os efeitos do clareamento caseiro (peróxido de carbamida 10%) no esmalte, não encontraram alterações do esmalte clinicamente e por análise em MEV. Oltu & Gürgan (2000) testaram o peróxido de

carbamida nas concentrações de 10, 16 e 35% através de espectroscopia de absorção infravermelho e difração de raio x, os resultados mostraram que quando utilizaram-se as concentrações de 10 e 16% não houve efeito na estrutura, entretanto com a concentração de 35% ocorreu alteração na estrutura do esmalte.

Os agentes clareadores parecem alterar a superfície do esmalte, independente do seu pH, apresentando efeito específico no esmalte. Essa conclusão foi obtida por McGuckin *et al.* (1992), que analisaram a alteração na morfologia do esmalte em MEV após a aplicação de três agentes clareadores. Testaram o Proxigel (peróxido de carbamida 10% com carbopol, pH 4,7), White & Brite (peróxido de carbamida 10% sem carbopol, pH 6,2) e Superoxol (peróxido de hidrogênio 30%, pH 3,0) este foi aplicado após condicionamento com ácido fosfórico 37%. Segundo os autores houve uma tendência ao alisamento do esmalte após a aplicação dos agentes clareadores de uso caseiro, ao passo que o peróxido de hidrogênio 30% aplicado na forma “in office” apresentou padrão superficial de semelhante ao condicionamento ácido. Ainda de acordo com os autores, o aumento da porosidade observado neste último grupo experimental, pode ter sido resultado tanto da ação do peróxido, devido ao seu baixo pH, quanto da ação do ácido, que foi aplicado previamente ao agente clareador.

Bitter, em 1992, através de microscopia eletrônica de varredura avaliou o efeito de três marcas comerciais de agentes clareadores à base de peróxido de carbamida a 10% em dentes humanos. Uma fita de teflon foi utilizada para recobrir uma metade de cada dente, deixando a outra exposta ao agente clareador. Após 30 horas de imersão, foi notado o desenvolvimento de porosidades em todos os espécimes com ausência de uniformidade, sendo que algumas áreas demonstraram poucas alterações superficiais e outras, um grande número de poros, sugerindo a dissolução do esmalte.

Bitter & Sanders, em 1993, avaliaram o efeito de quatro sistemas clareadores, dois à base de peróxido de carbamida a 10% , um à base de peróxido de carbamida a 35% com pré-tratamento ácido e um agente à base de peróxido de hidrogênio, em intervalos de 1, 5, 15 e 40 horas (não havendo

reposição do gel clareador), através de microscopia eletrônica de varredura, tendo como controle uma área protegida da ação do gel clareador por uma fita de teflon. As áreas controle apresentaram uma superfície de esmalte íntegra. A exposição por uma hora causou vários graus de alteração de leve a severa. As superfícies de esmalte expostas por cinco ou 15 horas apresentaram alterações superficiais severas com aumento da porosidade e abertura dos prismas de esmalte. A exposição por 40 horas resultou em porosidade profunda com a presença de fissuras ao redor dos prismas de esmalte. Dessa forma, concluíram que as alterações na superfície do esmalte aumentaram em função do tempo de exposição aos géis clareadores.

Zalkind *et al.*, em 1996, aplicaram em dentes humanos diferentes agentes clareadores: peróxido de hidrogênio a 30%, peróxido de carbamida a 10%, peróxido de carbamida a 15% ou perborato de sódio, por sete dias. As alterações causadas pelos agentes foram avaliadas através de microscopia eletrônica de varredura e alteraram o esmalte, o perborato de sódio causou leves alterações. Já o peróxido de carbamida a 15% causou alterações moderadas, e o peróxido de hidrogênio causou alterações severas. A dentina apresentou resultados semelhantes, sendo o cemento, o tecido mais alterado. Concluiu-se que a maioria dos agentes clareadores causam alterações nos tecidos dentais, sendo o cemento o substrato mais afetado, possivelmente devido a sua maior composição orgânica.

Ernst *et al.* (1996) avaliaram, através de microscopia eletrônica de varredura, o efeito de agentes clareadores sobre a micromorfologia do esmalte dentário por curtos períodos de exposição. Foi notada a presença de leves alterações na superfície do esmalte dentário humano tratado com peróxido de hidrogênio a 30% por 30 minutos. O uso de peróxido de carbamida por seis horas não causou alterações. Concluíram que a aplicação superficial de agentes clareadores parece não afetar a superfície externa do esmalte dentário humano.

Gultz *et al.* (1999), simulando técnicas de clareamento de consultório, submeteram dentes humanos recém-extraídos a duas aplicações por uma hora

com um gel à base de peróxido de carbamida a 35%, com aquecimento prévio da seringa, ou a exposição por dez minutos a um gel de peróxido de hidrogênio a 35% ativado por um aparelho fotoativador. Em seguida, avaliaram através de microscopia eletrônica de varredura, o efeito sobre a superfície do esmalte, onde não foram encontradas alterações superficiais.

Hegedüs *et al.* (1999), avaliaram, através de microscopia de força atômica, o efeito da aplicação de agentes à base de peróxido de carbamida a 10% para clareamento caseiro e um a base de peróxido de hidrogênio a 30% para clareamento de consultório sobre a morfologia superficial do esmalte dentário. Os agentes clareadores foram aplicados por 28 horas, sendo substituídos a cada quatro horas. Os resultados demonstraram haver alterações na topografia do esmalte, como a formação de um precipitado e um aumento no número e profundidade de trincas e fendas, as quais foram mais alteradas com o tratamento com o peróxido de hidrogênio a 30%.

Türkün *et al.* (2002), constataram através de microscopia eletrônica de varredura, a formação de porosidades e defeitos na superfície do esmalte dentário humano *in vivo* através de réplicas dos incisivos de pacientes submetidos ao clareamento caseiro com dois agentes a base de peróxido de carbamida a 10% por duas semanas. Porém, três meses após o término do tratamento, novas réplicas foram feitas, e os defeitos e porosidades não estavam presentes no esmalte, o qual possuía um padrão semelhante ao verificado antes do clareamento. Esse efeito foi atribuído à presença da saliva e suas características remineralizadoras que possibilitaram a reversão dos efeitos dos géis clareadores.

Pinto *et al.* (2004) avaliaram através de microscopia eletrônica de varredura a morfologia superficial do esmalte dentário humano tratado com seis marcas comerciais de agentes clareadores (Whiteness Perfect – Peróxido de carbamida 10%, Colgate Platinum – peróxido de carbamida 10%, Day White 2Z, peróxido de hidrogênio 7,5%, Whiteness Super – peróxido de carbamida 37%, Opalescence Quick – peróxido de carbamida 35% e Whiteness HP – peróxido de hidrogênio 35%). Alterações morfológicas foram observadas em todas as

superfícies tratadas, sendo que a maior alteração ocorreu nas amostras tratadas com o peróxido de hidrogênio 35%.

Cavalli *et al.* (2004) avaliaram através de microscopia eletrônica de varredura os efeitos de altas concentrações de peróxido de carbamida, nas concentrações de 35 e 37%, na superfície do esmalte dentário humano. Os achados mostram que o peróxido de carbamida a 35% foi menos danoso ao esmalte. Quando se utilizou a concentração de 37% maiores alterações foram observadas, além do aumento da porosidade da superfície de esmalte.

2.4.3 Alterações no conteúdo mineral

McCracken & Haywood (1996) mensuraram *in vitro*, através de Espectrofotometria de Absorção Atômica, a quantidade de cálcio perdida pelo esmalte humano exposto ao peróxido de carbamida 10%, água deionizada e refrigerante à base de cola, tanto à exposição com peróxido de carbamida 10% e ao refrigerante foram estatisticamente significantes em relação ao grupo controle, embora os autores acreditem que o achado não possui significado clínico. Os mesmos resultados e conclusões foram achados por Potocnick *et al.* (2000), que utilizam o mesmo método para analisar a perda de conteúdo mineral causada pelo peróxido de carbamida 10%.

Crews *et al.*, (1997), submeteram dentes humanos extraídos ao tratamento com três sistemas clareadores durante três semanas com aplicações três vezes ao dia de: peróxido de carbamida a 10%, peróxido de carbamida a 15% ou peróxido de hidrogênio a 10%. Após o tratamento clareador realizaram a análise quantitativa do conteúdo de Ca e P em um microscópio eletrônico de varredura. Constataram um aumento não significativo na porcentagem dos minerais, sendo maior no grupo tratado com peróxido de hidrogênio a 10%, seguido pelo peróxido de carbamida a 15% e por último o peróxido de carbamida a 10%. Este aumento de conteúdo mineral foi atribuído à remoção da matriz orgânica do esmalte.

Cimilli & Pamejer (2001) também constataram a perda de cálcio de superfícies de esmalte clareadas com clareadores à base de peróxido de carbamida nas concentrações 10%, 15% e 16% aplicadas 6 horas/dia por 5 e 10 dias, utilizando três formas de mensuração: Espectroscopia de Absorção no Infravermelho, Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier e Espectroscopia de Difração de Raio-X.

Goo *et al.* (2004) avaliaram através de espectroscopia Raman transformada de Fourier (ERTF) a perda mineral de dentes humanos clareados com peróxido de carbamida 10%. Os dentes foram expostos ao gel clareador por 6 horas diárias durante duas semanas, estes foram comparados com dentes sem tratamento e sem tratamento, mas foram imersos em água destilada. Antes e após o tratamento clareador os espécimes foram avaliados no ERTF e quantificada a perda mineral, comparando estes valores. Concluíram que o conteúdo mineral teve uma leve diminuição após o tratamento clareador.

Park *et al.* (2004) através de espectroscopia Raman transformada de Fourier (ERTF) avaliaram as alterações na composição do esmalte bovino submetido a um longo período de clareamento com peróxido de hidrogênio 30%. Os dentes foram submetidos o clareamento num total de 120 horas de exposição ao peróxido de hidrogênio. O espectro dos espécimes não clareados e após o clareamento foram obtidos para mensurar os picos do carbonato (CO_3) e fosfato (PO_4) e desta forma verificar se ocorreu perda mineral. Comparando os espectros ERTF dos dentes clareados e não clareados, foram notadas insignificantes alterações. Desta forma os autores concluíram que o peróxido de hidrogênio 30% não causa alterações no conteúdo mineral do esmalte.

Lee *et al.* (2006), investigou a perda mineral causada pela aplicação de um agente clareador contendo peróxido de hidrogênio 30% no esmalte dentário bovino. A avaliação do conteúdo mineral foi feita através de espectrofotômetro de emissão atômica induzido por plasma de argônio acoplado (ICP-AES) através da coleta da solução de enxágüe do tratamento clareador que foi realizado num total de 120 horas e o conteúdo elementos minerais nos dentes foram mensurados por

microanálise. A perda mineral ocorrida durante a exposição com o clareador foi similar a perda ocorrida por um dente exposto a um refresco a um suco por pouco minutos. Entretanto, a perda mineral causada pelo procedimento de clareamento pode não ser um fator causador de alterações nos dentes.

2.4.4 Perda de resistência

Murchinson *et al.*, em 1992, avaliaram o efeito do tratamento com três marcas comerciais de peróxido de carbamida a 10% e um grupo controle por cinco dias, na microdureza e resistência adesiva a bráquetes ortodônticos, do esmalte dentário humano. Os cinco espécimes de cada grupo foram tratados por 9 ou 18 horas com os géis clareadores e, no restante do período, foram imersos em uma solução de saliva artificial. Os ensaios foram realizados após 48 horas de imersão na saliva artificial. Os valores de resistência adesiva não demonstraram diferenças estatísticas, assim como os valores obtidos no ensaio de microdureza. Os autores concluíram que a aplicação dos géis clareadores em regimes curtos não afetou a resistência adesiva ou a microdureza do esmalte dentário humano.

Seghi & Denry, em 1992, através de seu trabalho *in vitro*, confirmaram a hipótese de que o clareamento dentário pode causar alterações na microestrutura do esmalte dentário, resultando em mudanças nas propriedades físicas e mecânicas. Um gel à base de peróxido de carbamida a 10% foi aplicado por 12 horas sobre o esmalte dentário humano e, em seguida, submetido ao ensaio de microdureza, que não demonstrou diferenças estatísticas. Entretanto, a tenacidade foi reduzida em, aproximadamente, 30%, e a amostra apresentou uma diminuição na resistência ao desgaste, sugerindo a possibilidade clínica de grande perda de estrutura do esmalte durante a escovação dentária. Esse efeito foi atribuído a possíveis alterações causadas pelo gel clareador na matriz orgânica do esmalte e dentina, pela ação inespecífica dos radicais livres durante o processo de clareamento.

Cavalli *et al.* (2004) avaliaram os efeitos de baixas concentrações de peróxido de carbamida na resistência a tração do esmalte dentário humano. Cinco

materiais foram testados: Opalescence (10%), Opalescence (15%), Opalescence (20%), Whiteness (10%) e Whiteness (16%). Os espécimes passaram por um regime de clareamento de 6 horas diárias durante 14 dias e durante as aplicações foram armazenados em saliva artificial. Os resultados sugeriram que clareamento com peróxido de carbamida por 14 dias, independente da concentração pode reduzir significativamente a resistência a tração do esmalte.

Silva *et al.* (2005), testaram o efeito de agentes clareadores à base de peróxidos (de uso caseiro e em consultório) na resistência a tração do esmalte dentário humano. Os materiais utilizados foram: Whiteness Perfect (peróxido de carbamida 10%), Colgate Platinum Overnight (peróxido de carbamida 10%), Day White (peróxido de hidrogênio 7,5%), Whiteness Super (peróxido de carbamida 37%), Opalescence Quick (peróxido de carbamida 35%) e Whiteness HP (peróxido de hidrogênio 35%). O teste de microtração mostrou diminuição significativa após o uso de agentes clareadores à base de peróxido e que esta redução na resistência à tração do esmalte foi acompanhada de alterações internas na micromorfologia do esmalte.

Giannini *et al.* (2006) utilizando agentes clareadores à base de peróxido de carbamida, contendo fluoreto de sódio e cálcio na resistência à tração do esmalte. Para o estudo utilizaram diferentes concentrações de peróxido de carbamida, cálcio e fluoreto de sódio: peróxido de carbamida 10%, peróxido de carbamida 10% com 0,2% de fluoreto, peróxido de carbamida 10% com 0,5% de fluoreto, peróxido de carbamida 10% com 0,05% de cálcio e peróxido de carbamida com 0,2% de cálcio. Os grupos clareados foram expostos a 6 horas diárias do gel clareador durante 14 dias, sendo que estes foram armazenados ou em saliva artificial ou umidade relativa 100% e então submetidos ao teste de micro-tração. Nenhuma diferença foi observada entre os grupos armazenados em saliva artificial ou umidade relativa. Os espécimes tratados com peróxido de carbamida com fluoreto ou cálcio apresentaram similar resistência a tração aos grupos controles não clareados. Desta forma, os autores concluíram que a adição

de fluoreto ou cálcio a agentes clareadores não alterou a resistência a tração do esmalte após o clareamento.

2.5 ANÁLISES LABORATORIAIS

2.5.1 Microdureza

A microdureza é um teste de dureza por edentação que envolve a penetração de uma ponta de diamante de geometria específica para dentro do material a ser testado. A aplicação deste teste em espécimes dentais foi iniciada por Hodge (1936), que reportou durezas para a dentina (Gunnar *et al.*, 1961). Três tipos de pontas penetradoras podem ser empregadas em pesquisas odontológicas: penetradoras do tipo Vickers, tipo Brinell e tipo Knoop. Nos estudos em esmalte e dentina, o teste de microdureza mais utilizado é o teste Knoop (Meredith *et al.*, 1996). A ponta penetradora tipo Knoop é constituída por um diamante, lapidado de forma de ângulo longitudinal formado na parte impressora de 172,50° e o ângulo transversal de 130°. Neste método, a ponta piramidal é posicionada na amostra com uma determinada carga por um determinado tempo. O comprimento da marca, em forma de losango, deixada pelo penetrador na amostra é determinada com um microscópio e o valor microdureza (número de dureza Knoop-KHN) é calculado usando-se a fórmula matemática: $KHN = (14230 \times P) / L^2$.

Onde P é a carga aplicada em gramas e L é o comprimento da impressão feita pelo diamante, medida na diagonal maior em μm (Featherstone *et al.*, 1983; Ten Bosh & Angmar-Mansson, 1991). A unidade de medida da dureza é Kg/mm^2 .

As determinações de microdureza podem prover evidências indiretas de ganho ou perda mineral. Se o comprimento das impressões aumenta, o tecido perdeu mineral. Se o valor do comprimento diminui em magnitude, o tecido provavelmente ganhou mineral.

Segundo Arends & Ten Bosh (1992) dois tipos de mensurações de microdureza podem ser realizadas na análise de alterações minerais.

- a) Microdureza da superfície, onde o penetrador é posicionado perpendicular à superfície polida; e
- b) Microdureza do esmalte seccionado longitudinalmente, onde o penetrador é posicionado paralelamente à superfície anatômica do tecido.

A microdureza é considerada um método indireto de se quantificar perda mineral, pelo fato de não fornecer os resultados em quantidade de mineral do tecido analisado. Este cálculo pode ser feito através de fórmulas que correlacionam dureza e porcentagem de volume mineral. Featherstone *et al.* (1983) correlacionaram valores de microdureza e valores de conteúdo mineral obtidos com microrradiografia e demonstraram que a porcentagem de volume mineral foi diretamente proporcional à raiz quadrada do número de dureza Knoop. O coeficiente de correlação foi de 0,92 e foi proposta a seguinte equação:

$$\% \text{ de volume mineral} = 4,3 \text{ KHN}^{1/2} + 11,3$$

Na técnica de microdureza do esmalte seccionado longitudinalmente, o cálculo do ΔZ pode ser obtido calculando-se os valores de porcentagem de volume mineral em profundidades crescentes no espécime, obtendo-se curvas do perfil mineral do tecido com lesão e do tecido hígido.

O teste de microdureza tem o seu uso bastante difundido na determinação de alterações minerais ocorridas em substratos dentários submetidos a processos de des e remineralização, proporcionando resultados confiáveis e reprodutíveis (Gomes, 2003).

2.5.2 Espectroscopia Raman Transformada de Fourier

Uma técnica muito utilizada no estudo da estrutura de sistemas moleculares é a espectroscopia Raman. Em nível molecular, a radiação pode interagir com a matéria por processos de absorção ou de espalhamento, e este

último pode ser elástico ou de fótons e é chamado de espalhamento Rayleigh, enquanto o espalhamento inelástico, relatado pela primeira vez em 1928 pelo físico indiano Chandrasekhara Vankata Raman, é chamado de espalhamento Raman. No espalhamento inelástico de luz a componente de campo elétrico do fóton espalhado perturba a nuvem eletrônica da molécula e pode ser entendida como um processo de excitação do sistema para um estado “virtual” de energia (Demtröder, 1996).

Quando a luz incide sobre uma substância qualquer, ela pode ser absorvida ou espalhada elasticamente. *Espectroscopia de infravermelho* (IR) mede a frequência na qual uma dada amostra absorve uma radiação IR e a intensidade desta absorção. Assim, o espectro de infravermelho representa a identificação de uma amostra com picos de absorção correspondentes à frequência de vibração entre os átomos constituintes do material. A determinação das frequências permite identificar os componentes químicos da amostra, visto que cada grupo químico é conhecido por absorver luz em uma dada frequência. A intensidade de uma certa absorção está relacionada com a concentração de um respectivo componente, fornecendo, assim, uma análise quantitativa. *Espectroscopia Raman com transformada de Fourier* usa radiação de *laser* com energia próxima à do infravermelho para excitar uma dada amostra e medir a luz emitida pela mesma. Grande parte da luz espalhada pode ter a mesma frequência que a luz incidente (espalhamento Rayleigh – elástico). Entretanto, uma pequena fração da luz incidente ($h\nu_i$) pode ter sua energia diminuída ($h(\nu_i - \nu_R)$ *stokes*) ou aumentada ($h(\nu_i + \nu_R)$ *anti-stokes*) (espalhamento Raman – inelástico). Visto que a energia da luz é proporcional à frequência enquanto, a mudança de frequência da luz espalhada inelasticamente é igual à frequência vibracional da molécula espalhada. Esse processo de troca de energia entre molécula, luz espalhada e luz incidente é conhecido como efeito Raman. Do ponto de vista energético, o processo de espalhamento Raman pode ser descrito como a transição de uma molécula do estado fundamental para um estado vibracional excitado, acompanhada por uma absorção simultânea de um fóton incidente e emissão de

um fóton espalhado (Raman). A luz Raman espalhada pode ser coletada por um espectrômetro, onde sua intensidade é mostrada em função de sua mudança de frequência (deslocamento Raman). Visto que cada amostra molecular possui seu próprio conjunto vibracional molecular, o espectro Raman de uma amostra em particular consistirá de uma série de picos, cada um deslocado pela sua frequência vibracional característica daquela molécula, fornecendo assim a identificação para a molécula que está sendo estudada. O deslocamento Raman é freqüentemente medido em comprimento de onda (cm^{-1}) (Souza *et al.*, 2003).

Um fator interessante e muito importante nas aplicações da espectroscopia Raman em amostras biológicas é a correta escolha do comprimento de onda de excitação. A maioria das moléculas biológicas possui transições dos níveis eletrônicos em comprimentos de onda na região do ultravioleta e visível. Fazendo-se uso de *lasers* visíveis para a excitação Raman, como o *laser* de íon de argônio, por exemplo, a fluorescência dessas biomoléculas acaba predominando sobre o sinal Raman. Como essas moléculas não apresentam transições eletrônicas para excitação no infravermelho próximo, a fluorescência quase que inexiste, sendo a opção por *lasers* com comprimento de onda entre 700 e 900nm preferível (Kendall *et al.*, 2003; Souza *et al.* 2003).

A absorção de radiação Infravermelha causa transições de níveis vibratórios de energia das moléculas. A utilização dessa técnica reside no fato de que somente comprimentos de onda muito específicos de luz Infravermelha podem ser absorvidos quando um determinado tipo de molécula está no caminho da radiação. A absorbância versus o comprimento de onda fornece uma “impressão digital” da molécula. As bandas, na região das radiações Infravermelhas, são bastante estreitas e são associadas a uma ligação covalente particular na molécula (Kenkel, 1992).

Os instrumentos modernos são projetados para desempenhar a mesma função dos instrumentos dispersivos. No entanto, não utilizam monocromador dispersor de luz e o espectro é obtido mais rapidamente. O feixe de luz não-disperso passa pela amostra e todos os comprimentos de onda e seus

correspondentes dados de absorção são recebidos no detector simultaneamente. É feita uma manipulação matemática (transformada de Fourier) nesses dados para se obter os dados de absorção para cada comprimento de onda individual.

As espectroscopias de transformada de Fourier por Raios infravermelhos (FTIR) e transformada de Fourier Raman (FT-Raman) fornecem um detalhamento espectral devido à eliminação da fluorescência dos tecidos naturais e dos materiais sintéticos. Essa eliminação é conseguida com um laser próximo do espectro do infravermelho (Nd:YVO₄). A utilização de interferômetros e de transformada de Fourier permite a obtenção dos espectros em tempos mais curtos, aumento do sinal e maior precisão. Ambas as técnicas fornecem informações sobre as vibrações moleculares e são técnicas complementares (Rehman, 1995). As técnicas de FTIR e FT-Raman são reconhecidas como técnicas analíticas para aplicações biomédicas porque requerem uma preparação de amostras mínima e porque são técnicas não destrutivas.

A utilização de espectroscopia Raman na Odontologia demonstrou que esta pode ser empregada para discriminar tecidos saudáveis de patológicos, num estado primário (Hill & Petrou, 1997). A Espectroscopia Raman Transformada de Fourier apresenta sensibilidade para obter um espectro vibracional de tecidos duros de dentes (esmalte, dentina e cimento) e permite a utilização da mesma em análises quantitativas. As intensidades dos picos Raman são correlacionadas com concentrações de forma a permitir que análises quantitativas dos minerais sejam descritas. Os critérios de diagnóstico por espectroscopia Raman de lesões são baseados na variação de concentração de substâncias minerais e substâncias orgânicas. Devido as diferentes concentrações em diferentes estágios das lesões teremos consequentemente, mudanças de parâmetros espectrais como: intensidade, posição e largura dos picos Raman e também de intensidade e fluorescência (Hill & Petrou, 1997; Kirchner, *et al.* 1997; Sathaiah, *et al.* 1998;).

Estudos avaliando o efeito de agentes clareadores no esmalte mostram que estes causam alterações morfológicas, ocorrendo perda mineral e redução da microdureza (Moreno & Zahradnik, 1974; Ruse *et al.*, 1990; McGuckin *et al.*, 1992;

Pinheiro Jr. *et al.*, 1996; McCracken & Haywood, 1996; Lopes *et al.*, 2000; Cimilli & Pameijer, 2001; Pinto, 2004). Com ERTF é possível determinar o pico do carbonato (CO_3) e do fosfato (PO_4), e analisando estes picos antes e após o clareamento é possível determinar alterações no conteúdo inorgânico do esmalte dentário (Goo *et al.*, 2004; Park, *et al.*, 2004).

2.5.3 Espectrofotometria de Absorção Atômica (EAA)

A espectrofotometria de absorção atômica foi apresentada a comunidade científica em 1955, por Walsh, que demonstrou que os íons metálicos podiam ser reduzidos em uma chama e que a concentração desses íons seria determinada pela absorção da luz monocromática incidente (Walsh, 1955).

Em 1959, L'vov propôs o método do forno de grafite para conseguir maior sensibilidade e análises livres de interferências em EAA. Sua idéia era usar uma pequena quantidade de amostra e atomizá-la completamente num forno montado no caminho ótico de um espectrofotômetro. O sinal de absorção integrado deveria ser então proporcional à concentração do metal na amostra (L'ov, 1961).

Quase todos os elementos metálicos podem ser determinados empregando-se a EAA, em baixos níveis de concentração (Hershey & Keliher, 1989). Até o início dos anos 90 a espectrofotometria de absorção atômica com chama (FAAS) era a técnica mais amplamente utilizada para a determinação de metais por causa de sua simplicidade, efetividade e relativo baixo custo, mas aos poucos ela vem dividindo espaço com a espectrofotometria de emissão por plasma (Skoog & Leary, 1992).

Na FAAS, uma amostra é “aspirada” para dentro de uma chama e atomizada. Um feixe de luz é direcionado através da chama e passa através de um monocromador em direção a um detector que mede a quantidade de radiação absorvida pelo elemento atomizado na chama. Para alguns metais, a absorção atômica permite maior sensibilidade do que a emissão atômica, pois, como a fonte de luz na absorção atômica é uma lâmpada que emite no mesmo comprimento de

onda do metal de interesse, o método é relativamente livre de interferências espectrais. A quantidade de energia absorvida a um comprimento de onda específico é proporcional a concentração do elemento de interesse dentro de uma faixa de concentração linear (Skoog & Leary, 1992).

Muitos metais podem ser determinados pela aspiração direta da amostra na chama ar/acetileno (2100-2400°C). O maior problema encontrado é o definido como interferência química, resultado das combinações moleculares na chama. Isto pode ocorrer quando a chama não é quente o suficiente para dissociar as moléculas, ou quando o átomo dissociado é oxidado imediatamente a um composto que não se dissociará na temperatura da chama (Skoog & Leary, 1992) ou, ainda, quando ocorre a formação de compostos pouco voláteis com o “analito”, que reduzem a velocidade com que este é atomizado (Clesceri *et al.* 1998). Tais interferências podem ser reduzidas ou eliminadas pela adição de elementos ou compostos na solução da amostra, que reagem preferencialmente com o interferente, liberando o “analito” (Exemplo: adição de lantânio ou estrôncio para minimizar a interferência de fosfato na determinação de cálcio e magnésio) (Skoog & Leary, 1992; Clesceri *et al.* 1998).

Uma grande vantagem da FAAS é a possibilidade de se determinar metais diretamente de soluções em solventes orgânicos, tais como álcoois, ésteres e cetonas. A presença de destes solventes melhora a eficiência da nebulização, pois a baixa tensão superficial destas soluções resulta em gotas de tamanhos menores e, desta forma, aumenta a quantidade de amostra que atinge a chama e também aumenta a razão combustível/oxidante da chama. (Clesceri *et al.* 1998).

As interferências espectrais, causadas por absorção molecular e espalhamento de luz, têm sido eliminadas com sucesso na maioria dos casos através do uso de sistemas de correção de fundo. Interferências físicas tendem a alterar o perfil do pico de absorção por mudanças no tempo de aparecimento do sinal de absorção atômica e, dessa forma, a temperatura aparente do analito. Isso resulta numa mudança no perfil do sinal e, por conseguinte, na resposta do

analito. Exemplos de mecanismos sugeridos para interferências físicas incluem covolatização do analito com matriz volátil (Welz *et al.*, 1992) e oclusão do analito nos cristais da matriz (Churella & Copeland, 1978). Interferências químicas podem ser causadas pela reação entre o analito com as paredes quentes do grafite para formar carbetos refratários e pela formação de moléculas gasosas estáveis, as quais são perdidas antes de serem decompostas em átomos. As moléculas podem ser formadas com o analito e vaporizar, apresentando ainda a possibilidade de resultar em reações de fase gasosa (Kaiser *et al.*, 1981).

2.5.4 Microscopia de luz polarizada

Além das técnicas comuns de iluminação, frequentemente se usa em microscopia as propriedades da luz polarizada para obter efeitos especiais e mesmo para identificar fases. As ondas eletromagnéticas em um feixe de luz convencional vibram em todas as direções; pode-se tratar este feixe de luz de forma que algumas direções de vibração sejam eliminadas ou rodadas de tal forma que as vibrações ocorram em um só plano (luz com polarização plana) ou em duas direções (luz com polarização elíptica). Quando a luz convencional atravessa um cristal com simetria cúbica ou materiais não cristalinos como no vidro ela mantém suas propriedades. Mas quando atravessa um cristal anisotrópico (não cúbico) em uma direção que não seja um eixo ótico deste cristal, são gerados dois feixes de luz, que caminham por dois caminhos diferentes. Isto é devido ao fenômeno da refração dupla ou birefringência, consequência dos coeficientes de refração destes cristais serem diferentes em diferentes direções do cristal. Este efeito pode ser utilizado para criar um feixe de luz com polarização plana, isolando um dos feixes (Haines, 1984; Bradbury, 1989).

Em um microscópio polarizador existem pelo menos dois filtros polarizadores, um (polarizador) no percurso do feixe de luz antes de atingir o objeto e o segundo (analisador) no tubo entre a objetiva e a ocular. Pelo menos um filtro, de preferência os dois, podem ser girados de forma controlada; em

muitos casos a amostra também pode ser rodada (platina giratória) (Haines, 1984; Bradbury, 1989).

Se observarmos através do microscópio polarizador sem nenhum objeto no porta amostra e girarmos um dos filtros veremos que a luz é extinta duas vezes em uma volta completa; isto acontece quando os planos de vibração dos polarizadores estão perpendiculares entre si (Haines, 1984; Bradbury, 1989).

Se observarmos um cristal bi-refringente por microscopia de luz transmitida, com os polarizadores cruzados e rodarmos o cristal verificaremos que ocorre quatro eventos de extinção da luz, a 45° cada uma, correspondentes às posições em que os planos de polarização do cristal ficam paralelos aos filtros polarizadores (Haines, 1984; Bradbury, 1989).

Quando usamos a luz branca, com um espectro de freqüências, o cristal bi-refringente vai aparecer colorido, com as cores variando à medida que o cristal é rodado. Este fenômeno é devido a interferência entre os dois feixes de luz gerados pela bi-refringência. Outro fenômeno interessante é o pleocronismo, onde na observação sem o filtro analisador a cor do cristal varia continuamente de claro para escuro com a rotação; caso extremo é o fenômeno do dicroísmo, quando um dos feixes de luz refratados desaparece completamente. A principal aplicação destes fenômenos é na microscopia de luz transmitida, na caracterização de lâminas finas minerais, cerâmicas e mais recentemente polímeros (Haines, 1984; Bradbury, 1989).

A microscopia de luz polarizada é uma técnica sensível para mostrar alterações nos tecidos duros. Com respeito à des-remineralização, experimentos de birefringência podem mostrar qualitativamente a perda ou ganho mineral (Arends & Bosch, 1991).

A avaliação em microscopia de luz polarizada pode ser considerada quantitativa, além de, ilustrar a perda mineral com imagens (qualitativa). A área de desmineralização ou afetada pode ser calculada e visualizada através dessas imagens obtidas. Entretanto, apresenta limitações, visto que a qualidade da imagem obtida é dependente do método de preparação dos espécimes. A técnica

de microscopia de luz polarizada tem sido descrita como complementar, visto que a microdureza Knoop não deve ser substituída (Arends & Bosh, 1992, White *et al.*, 1992; Argenta *et al.*, 2003; Paes Leme *et al.*, 2004; Hara *et al.*, 2004; Lobo *et al.*, 2005; Hara *et al.*, 2005; Liu *et al.*, 2006).

2.5.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

No microscópio eletrônico de varredura (MEV) um feixe de elétrons extremamente estreito é usado para varrer o espécime, isto é, ele é movido para diante e para trás enquanto passa através do espécime. O feixe tem vários efeitos sobre o espécime, dos quais o principal para nossa finalidade é que ele faz com que o próprio espécime emita elétrons. A imagem é construída em seqüência, no tempo, à medida que o espécime é varrido. Os MEV apareceram no mercado, pela primeira vez, em 1965, e desde então se têm revelado indispensáveis em muitos tipos de pesquisa (Galletti, 2003). Na Odontologia é possível visualizar a estrutura dentária e analisar alterações que esta possa apresentar.

Estudos têm mostrado que é possível visualizar as alterações de diferentes concentrações de agentes clareadores na estrutura dentária (Pinto *et al.*, 2004; Cavalli *et al.*, 2004; Zalkind *et al.*, 1996; Ernst *et al.*, 1996; McGuckin *et al.*, 1992; Titley *et al.* 1988; Bitter & Sanders, 1993).

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo geral foi:

Avaliar o efeito de agentes clareadores contendo peróxido de hidrogênio a 35% no esmalte dentário humano, analisando a microdureza superficial e interna, composição química (através da espectroscopia Raman Transformada de Fourier - ERTF), análise da concentração de cálcio da solução de enxágüe do gel clareador (através da absorção atômica), análise da morfologia superficial do esmalte humano (através da microscopia eletrônica de varredura - MEV) e análise da estrutura mineral do esmalte através de microscopia de luz polarizada.

Os objetivos específicos foram:

1. Determinar os efeitos de três técnicas para ativação do clareamento dentário (sem ativação; aparelho de luz halógena ou LED + laser diodo infravermelho) e três agentes clareadores comerciais para tratamento em consultório à base de peróxido de hidrogênio a 35% na estrutura e composição do esmalte humano.
2. Avaliar os efeitos do clareamento dentário no conteúdo mineral, através da microdureza superficial e interna do esmalte humano. Na análise da superfície, os valores finais serão comparados aos iniciais (antes do clareamento). Na análise da microdureza longitudinal, será determinada a espessura e a profundidade do esmalte afetado pelo clareamento.
3. Avaliar em ERTF a composição química do esmalte humano, antes e após o tratamento clareador, analisando e comparando os picos referentes à concentração de fosfato (PO_4) e carbonato (CO_3).
4. Avaliar a concentração de cálcio presente nas soluções de enxágüe dos géis clareadores após o tratamento clareador, através de espectrofotometria de absorção atômica.

5. Analisar as alterações na superfície do esmalte clareado com peróxido de hidrogênio a 35%, utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV).
6. Analisar a perda mineral do esmalte dentário submetido as técnicas de clareamento dentário utilizando a técnica de microscopia de luz polarizada para ilustrar e quantificar os efeitos dos agentes clareadores.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Limpeza e Preparo das Amostras

Para este estudo foram utilizados sessenta e cinco terceiros molares humanos hígidos erupcionados, extraídos, doados aos pesquisadores e armazenados até o momento do início do estudo em solução de timol 0,1%. Para utilização dos dentes humanos, o projeto de pesquisa foi avaliado e aprovado pelo Comitê de Ética em pesquisa da FOP-UNICAMP, sob protocolo 112/2005 (Anexo A).

Os dentes foram limpos com curetas periodontais e realizada profilaxia com pedra-pomes, com auxílio de escova de Robson para total remoção dos debris. As raízes de todos os dentes foram seccionadas através de um corte transversal localizado dois milímetros acima da junção amelo-dentinária, realizado com disco diamantado de alta concentração (Extec, Enfield, CT, USA) em cortadeira de precisão (Isomet 1000 – Buehler Ltda., Lake Bluff, IL, USA. Foram obtidos cento e trinta blocos de esmalte (4x4x3mm) das faces vestibulares e linguais com a utilização de disco diamantado dupla face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) (Figura 1 e 2).

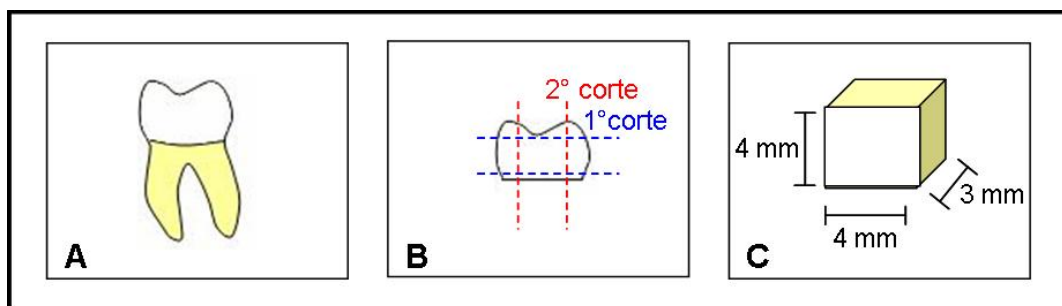


Figura 1- Vista da face vestibular do corte das amostras (A. dente hígido; B. região onde foram realizados os cortes; C. bloco de esmalte).

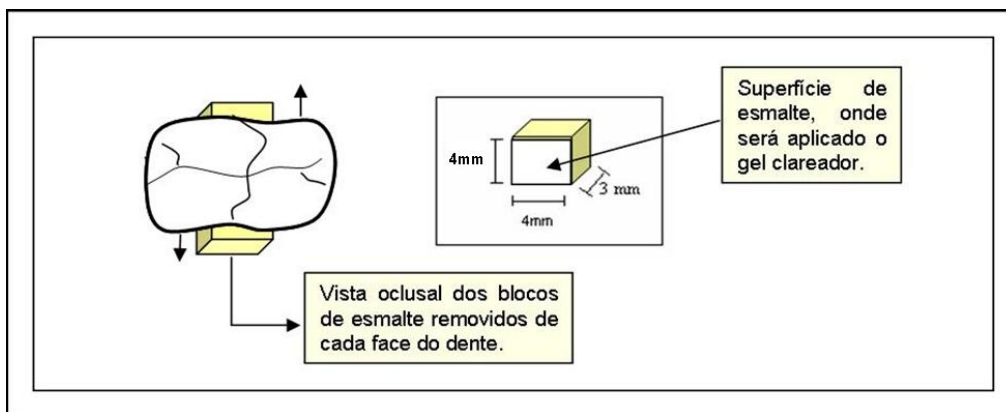


Figura 2 - Vista oclusal das amostras que foram removidas da face vestibular e lingual/palatina de terceiros molares humanos hígidos.

Os blocos foram fixados em discos de acrílico com a face em dentina voltada para cima com o auxílio de cera pegajosa (Figura 4B). A superfície dentinária foi abrasionada com lixa de carbeto de silício (SiC) de granulação 180 (Carburundum Abrasivos, Recife, PE, Brasil) durante 1 minuto em politriz (APL4 - Arotec, Cotia, SP, Brasil) para planificação dessa superfície (Figura 3). Após planificação da dentina, as amostras foram removidas e invertidas no disco de acrílico, deixando a superfície em esmalte exposta (Figura 4C).

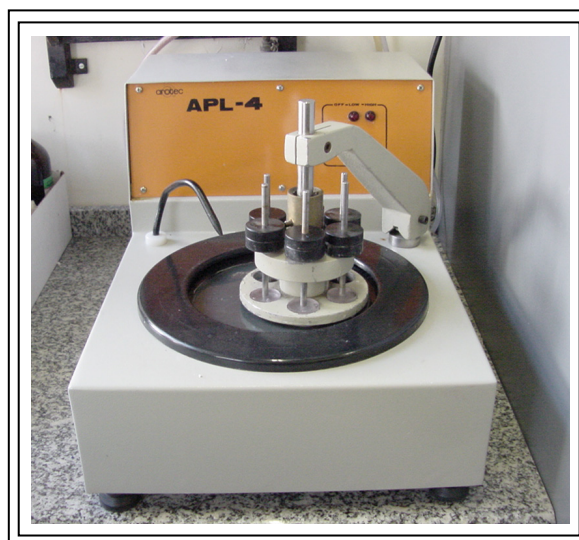


Figura 3 - Politriz APL 4, Arotec com braço que permite o polimento simultâneo de 6 espécimes ao mesmo tempo.

A superfície em esmalte foi abrasionada com lixas de carbeto de silício (SiC) nas granulações 400, 600 e 1200 para planificação da superfície, e em seguida, polidas com pastas de diamante e discos de feltro em ordem decrescente de granulação 6, 3, 1 e $\frac{1}{4}\mu\text{m}$ (Buehler, UK LTD, Lake Bluff, IL, 60044, USA). As amostras permaneceram em cuba ultrassônica com água destilada (Unique Ind. e Co. Produtos Eletrônicos Ltda, São Paulo – SP – Brasil) durante 10 minutos para total remoção dos resíduos.

As amostras foram isoladas com esmalte vermelho para unhas para delimitar a área de exposição do esmalte, uma área de 7 mm^2 foi delimitada (Figura 4D, 4E e 4F).

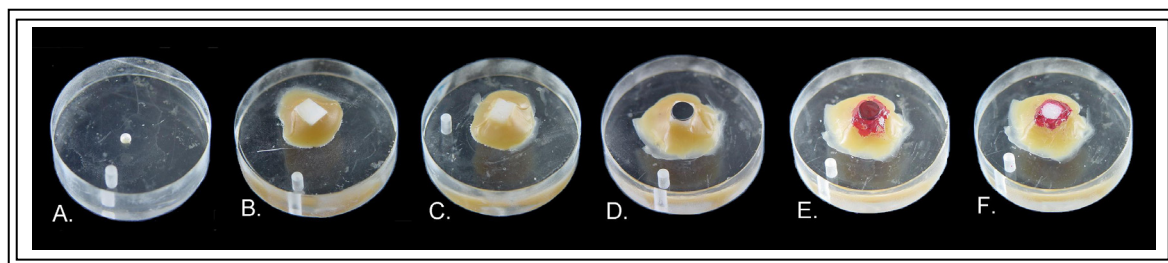


Figura 4 - A. Disco acrílico; B. Face em dentina voltada para cima com o auxílio de cera pegajosa; C. Superfície em esmalte exposta; D. Superfície em esmalte já polida isolada; E. Amostra isolada com esmalte vermelho para unhas; F. Área de esmalte delimitada (7mm^2).

4.2 Análises Preliminares

4.2.1 Microdureza inicial do esmalte

As amostras foram identificadas e fixadas em discos de acrílico com cera pegajosa, sendo que a superfície do esmalte (superfície teste) permaneceu paralela à base do acrílico, viabilizando a realização do ensaio de microdureza. A microdureza da superfície do esmalte foi realizada através de 5 impressões na região central do bloco, com penetrador tipo Knoop (HNV-2 – Shimadzu, Tokyo, Japão) como mostra a Figura 5, com carga estática de 100 gramas e 5 segundos (Figura 5 e 6).

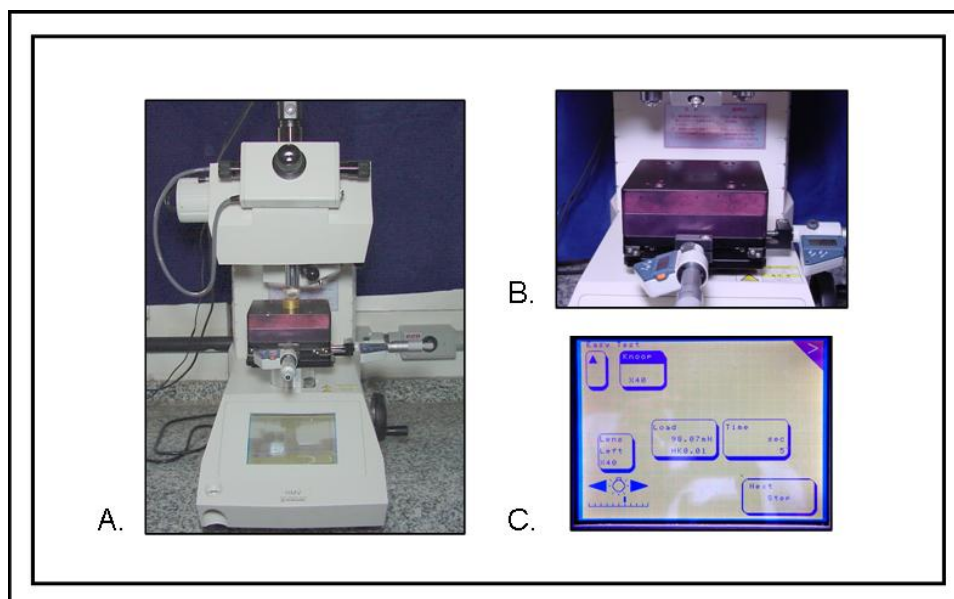


Figura 5 - A. Microdurômetro (HNV-2 – Shimadzu, Tokyo, Japão), B. Mesa porta amostra e penetrador Knoop, C. Tela de seleção da carga/tempo do ensaio de microdureza.

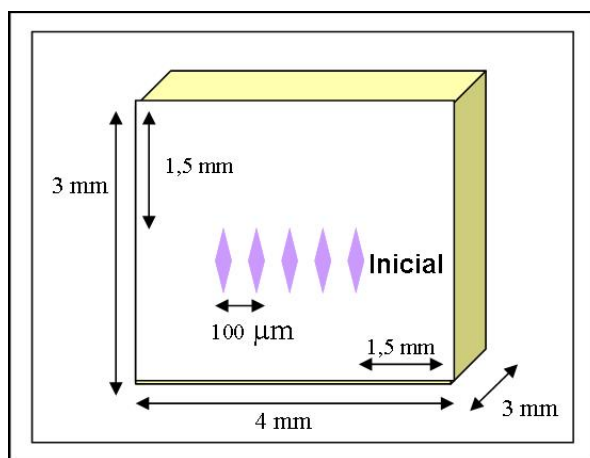


Figura 6 - Representação esquemática do ensaio de dureza inicial realizado na superfície do esmalte previamente aos tratamentos. As cinco primeiras impressões, responsáveis pela seleção das amostras, foram realizadas a 1,5 mm das extremidades do bloco, e um espaço de 100µm separou cada uma das impressões.

4.2.1.1 Seleção das amostras

Através dos valores de microdureza superficial, foram selecionados os blocos de esmalte. A média geral dos cento e trinta (130) blocos de esmalte foi calculada e os valores acima e abaixo de 10% desta média foram excluídos do estudo ($303,82 \pm 30,38$), desta forma obtendo-se cem (100) blocos. As amostras que possuíram valor de dureza no intervalo exigido foram removidas dos discos de acrílico, limpos dos remanescentes de cera pegajosa e divididos aleatoriamente em 10 grupos experimentais ($n=10$) (Tabela 1).

4.2.1.2 Grupos experimentais

Os grupos experimentais foram divididos de acordo com o tratamento clareador e modo de irradiação. A Tabela 1 mostra a divisão dos grupos experimentais e seus respectivos tratamentos, e as Figuras 7 e 8 mostram os agentes clareadores utilizados no estudo e os aparelhos utilizados para irradiação dos agentes clareadores.

Tabela 1 – Descrição dos grupos experimentais de acordo com os tratamentos ($n=10$).

Grupo	Tratamento (Irradiação)
1	Esmalte íntegro – sem tratamento clareador
2	Tratamento clareador com Whitnesh HP Maxx®* (sem irradiação)
3	Tratamento clareador com Whitnesh HP Maxx®* (Lâmpada de Luz Halógena)
4	Tratamento clareador com Whitnesh HP Maxx®* (LED + Laser Diodo)
5	Tratamento clareador com Pola Office®** (sem Irradiação)
6	Tratamento clareador com Pola Office®** (Lâmpada de Luz Halógena)
7	Tratamento clareador com Pola Office®** (LED + Laser Diodo)
8	Tratamento clareador com Opalescence Xtra®*** (sem Irradiação)
9	Tratamento clareador com Opalescence Xtra®*** (Lâmpada de Luz Halógena)
10	Tratamento clareador com Opalescence Xtra®*** (LED + Laser Diodo)

* Peróxido de Hidrogênio 35% (FGM – Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil); ** Peróxido de Hidrogênio 35% (SDI, São Paulo, SP, Brasil); *** Peróxido de Hidrogênio 35% (Ultradent Products Inc, South Jordan, Utah, USA).



Figura 7 - Agentes clareadores: Whiteness HP Maxx (FGM – Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil), Pola Office (SDI, São Paulo, SP, Brasil), Opalescence (Ultradent Products Inc, South Jordan, Utah, USA).

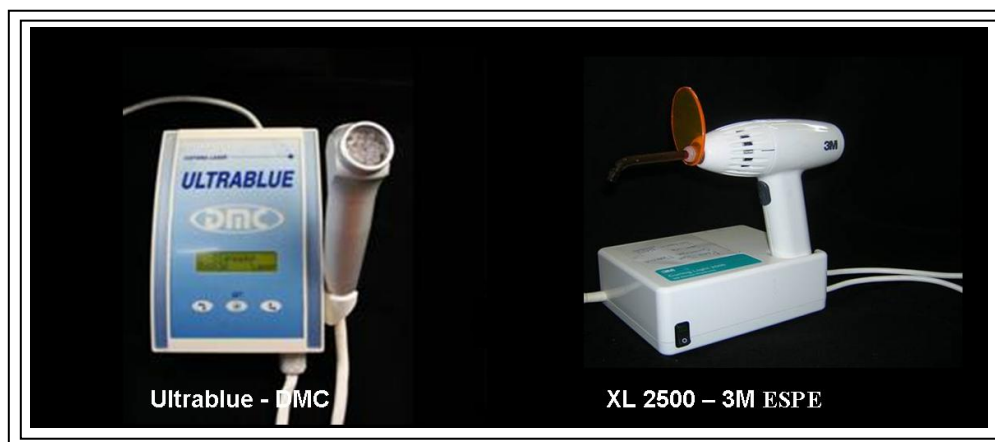


Figura 8 - Fontes de Irradiação dos agentes clareadores: LED/Laser Diodo (Ultrablue –DMC Equi. Ltda, São Carlos, SP, Brazil), Lâmpada halógena (XL 2500 -3M ESPE, Saint Paul, USA).

4.2.2 Determinação da Composição Química Inicial do Esmalte Através da Espectroscopia Raman Transformada de Fourier (ERTF)

Antes da aplicação do agente clareador, cinco espécimes de cada grupo experimental foram submetidos ao laser Nd:YAG (espectroscopia Raman Transformada de Fourier), realizado na Universidade de Vale do Paraíba (UNIVAP). Através dessa análise, foram determinadas as concentrações de fosfato (PO_4) e carbonato (CO_3) nos espécimes.

Os espectros dos espécimes foram obtidos utilizando Espectroscopia Raman Transformada de Fourier (RFS 100/S – Bruker Inc., Karlsruhe, Alemanha) com um detector Diodo Ge, refrigerado por N_2 líquido. Para excitar o espectro, o foco linear de $\lambda = 1.064,1\text{nm}$ com ar resfriado e irradiado com laser Nd:YAG foi

utilizado. O poder máximo do laser incidente na superfície da amostra foi de aproximadamente 77mW e a resolução do espectro foi de 4 cm^{-1} . Uma lente IR354 dispersou radiação controlada a mais de 180° (Figura 9). Os espectros do ERTF foram obtidos utilizando 150 varreduras. A variação de frequência utilizada foi de 50 a 4.000 cm^{-1} .

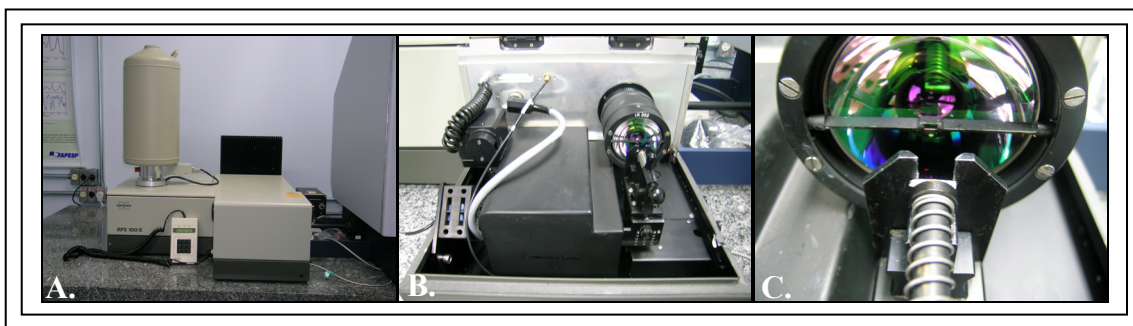


Figura 9 - A. Espectrofotômetro Raman Transformado de Fourier; B. Porta amostras, onde o laser é incidido sobre a mesma; C. Aproximação do porta amostras.

Após as análises iniciais (microdureza superficial e ERTF), as amostras foram submetidas ao tratamento clareador (sessão única) de acordo com o item 4.3.1.

4.3 Aplicação do Agente Clareador

O tratamento clareador foi realizado nas amostras de cada grupo experimental de acordo com a Tabela 1. Para aplicação do agente clareador foi confeccionado um dispositivo onde as amostras ficaram suspensas para que fosse possível a coleta da solução de enxágüe após a aplicação do agente clareador (Figuras 10). Um volume determinado (0,05 gramas) do agente clareador foi aplicado em cada superfície de esmalte a ser tratada (1mm de espessura sobre a amostra).

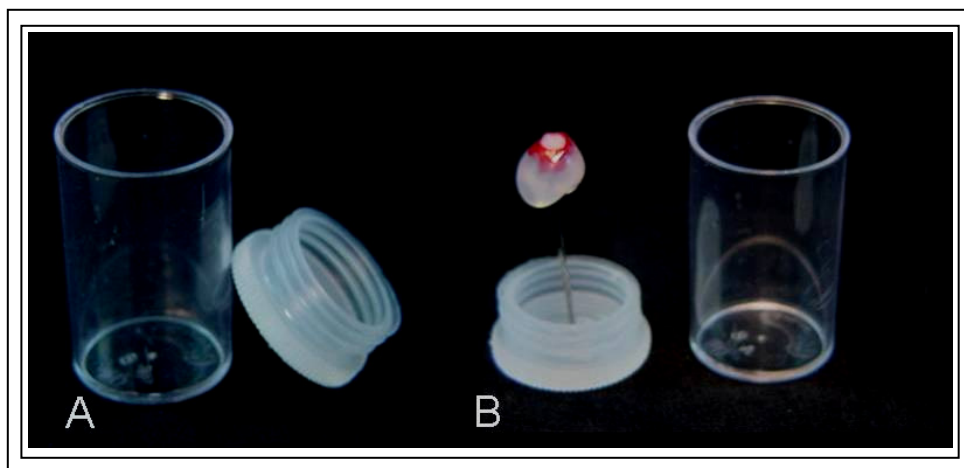


Figura 10 - A. Pote plástico com tampa para coleta da solução de enxágüe após o tratamento clareador; B. Espécime fixado na tampa plástica com fio ortodôntico.

4.3.1 Modo de Aplicação dos Géis Clareadores

Os espécimes do grupo 1 (controle) não foram submetidos ao tratamento clareador, permanecendo em 100% de umidade durante o período em que os outros grupos estiverem sendo clareados.

Nos grupos 2, 5 e 8 foram aplicados os agentes clareadores nas superfícies de esmalte, entretanto, sem a ativação com luz do material aplicado. O agente clareador permaneceu por 10 minutos sobre a superfície do esmalte e três aplicações (de 10 minutos cada) foram realizadas para esses grupos (item 4.3.2) com intervalo de 5 minutos entre as aplicações. Em cada aplicação a solução de enxágüe foi coletada.

Nos espécimes dos grupos 3, 6 e 9, além das 3 aplicações de 10 minutos do agente clareador, em cada aplicação do gel, o mesmo foi irradiado com lâmpada de luz halógena (XL 2500 - 3M ESPE, Saint Paul, USA) por 3 vezes, sendo cada tempo de irradiação de 30 segundos (0,5cm distante do gel clareador) e 2 minutos de espera entre cada irradiação (item 4.3.3). Entre cada irradiação, a intensidade de luz foi mensurada com o Radiômetro (Modelo 100 – Demetron Co., USA) para aferir a intensidade de luz. A solução de enxágüe era coletada em cada aplicação do gel clareador.

Os espécimes dos grupos 4, 7 e 10 foram irradiados com LED/Laser diodo (Ultrablue – DMC Equip. Ltda, São Carlos, SP, Brasil) por 3 vezes em cada

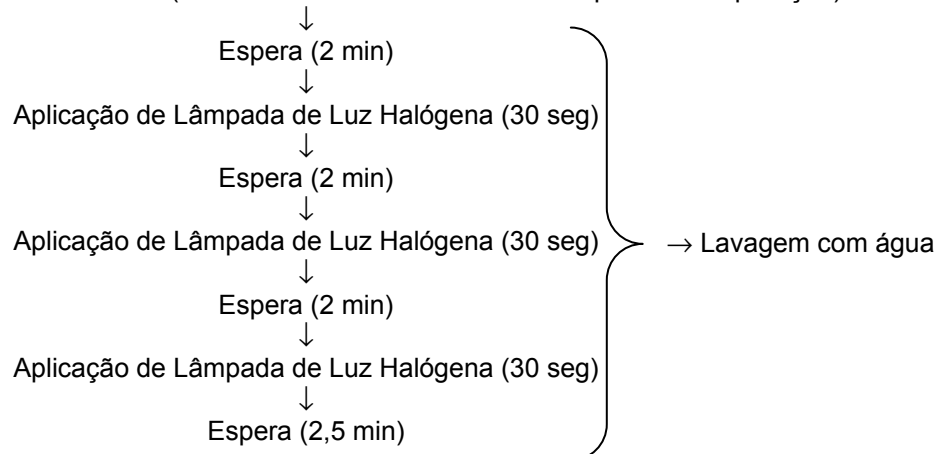
aplicação do agente clareador, sendo cada tempo de aplicação da luz de 2 minutos e 1 minuto de espera entre cada irradiação (item 4.3.4). Em cada aplicação do agente clareador a solução de enxágüe foi coletada.

4.3.2 Sem irradiação de Luz (grupos 2, 5 e 8)

3 aplicações → Agente clareador (10 min em contato com o esmalte para cada aplicação) →
Lavagem com água

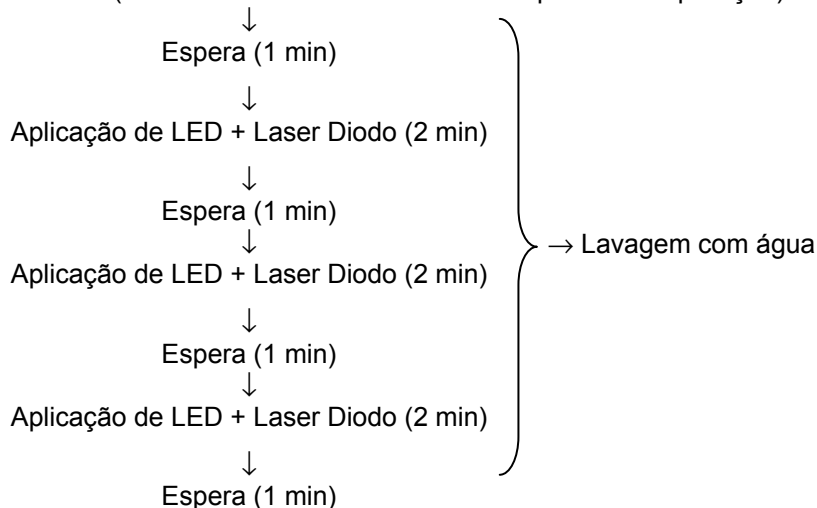
4.3.3 Irradiação com Aparelho de Lâmpada de Luz Halógena (grupos 3, 6 e 9)

3 aplicações → Agente clareador (10 min. em contato com o esmalte para cada aplicação)



4.3.4 Irradiação com LED + Laser Diodo

3 aplicações → Agente clareador (10 min. em contato com o esmalte para cada aplicação)



4.4 Coleta da solução de enxágüe

Após cada aplicação dos agentes clareadores, água destilada/deionizada foi utilizada para lavagem e remoção do gel da superfície clareada. A solução de enxágüe, obtida após cada aplicação e remoção do material, foi analisada em espectrofotometria de absorção atômica para determinação da concentração de cálcio. Para a lavagem da superfície, as amostras foram imersas em 1mL de água destilada/deionizada e levadas ao banho de ultrassom durante 1 minuto (Figura 11). Após a separação do gel clareador da superfície do esmalte, as soluções dos clareadores foram homogeneizadas em agitador de tubos (AP 56, Phoenix, Araraquara, SP, Brasil) e armazenadas em geladeira a 10°C. Em cada aplicação do gel clareador, o procedimento foi repetido, sendo que após as 3 aplicações, as três alíquotas de solução obtidas de cada espécime foram misturadas e levadas à leitura para determinação de cálcio em espectroscópio de absorção atômica com forno de chama (modelo Analyst 300 flame atomic, Perkin-Elmer, Norwalk, USA).

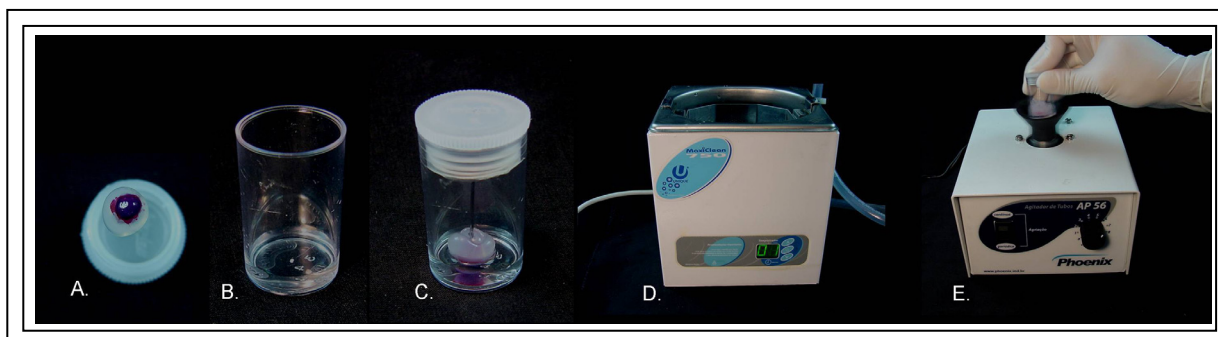


Figura 11 - A. Aplicação do gel clareador; B. 1mL de água destilada para coleta da solução de enxágüe; C. Imersão do espécime com o gel clareador para coleta da solução; D. Ultrassom para separação do gel clareador do espécime; E. Agitador de tubos para coleta da solução.

4.5 Análises Realizadas após os Tratamentos Clareadores

4.5.1 Espectrofotometria de Absorção Atômica

Para análise do conteúdo de cálcio, através de espectrofotometria de absorção atômica, presente na solução de enxágüe durante o tratamento clareador, foi

utilizado 1mL da solução. Para eliminar interferências que possam ocorrer durante a leitura, foi adicionado 0,1mL de lantânio.

Antes da realização da leitura das soluções, soluções padrões de cálcio foram obtidas, e uma curva de calibração foi realizada e registrada pelo equipamento.

Imediatamente após a adição de lantânio na solução teste, foi realizada a leitura desta (1,1 mL, sendo 1 mL da solução de enxágüe e 0,1 mL de lantânio) no espectrofotômetro de absorção atômica (modelo Analyst 300 flame atomic-Perkin-Elmer, Norwalk, USA) no Instituto de Química da UNICAMP (Figura 12). Foram obtidos os valores (em ppm) da concentração de cálcio presente na solução.



Figura 12 - Espectrofotômetro de absorção atômica (modelo Analyst 300 flame atomic, Perkin-Elmer, Norwalk, USA).

Os valores de cálcio presente na solução correspondiam à concentração de cálcio que foi liberada do esmalte dentário humano somado a concentração de cálcio presente no gel clareador. Por este motivo, a mesma quantidade de gel clareador utilizada durante o procedimento de clareamento foi diluída em 1mL de água e também acrescentado 0,1mL de lantânio para que se obtivesse a concentração de cálcio presente em cada gel clareador utilizado.

Para obtenção da concentração de cálcio que foi liberada pelo esmalte durante o tratamento clareador a seguinte fórmula foi aplicada:

$$C = C_{equi} - C_{gel}$$

C = Concentração de cálcio liberado do esmalte

C_{equi} = Concentração de cálcio registrada no equipamento

C_{gel} = Concentração de cálcio presente no gel clareador

Os dados obtidos após os cálculos, foram tabulados e submetidos à análise estatística, Kruskal-Wallis ($p < 0,05$) e cada grupo experimental foi comparado com o grupo controle pelo teste de Dunn ($p < 0,05$).

4.5.2 Microdureza Superficial após Clareamento

Após o tratamento clareador, foi mensurada a microdureza dos espécimes de todos os grupos. A microdureza foi determinada através de 5 impressões realizadas 100 μm distante das impressões iniciais, com penetrador Knoop, com carga de 100 gramas, durante 5 segundos (Figura 13).

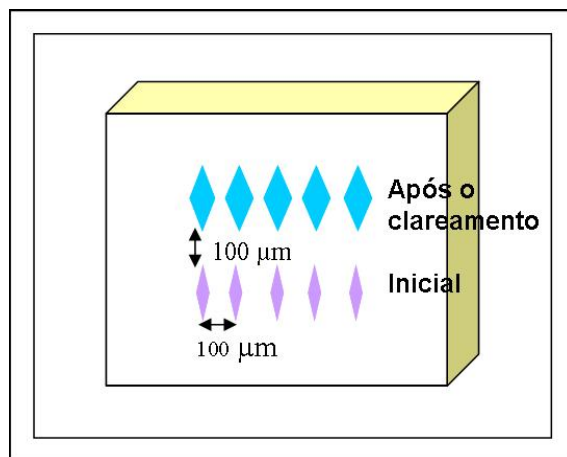


Figura 13 - Determinação da microdureza do esmalte antes e após o clareamento.

Os valores de microdureza superficial foram avaliados com a Análise de Variância (ANOVA) em parcela subdividida e teste de Tukey considerando agentes clareadores (3 níveis) e formas de irradiação (3 níveis). Cada grupo experimental foi comparado com o grupo controle utilizando o teste de Dunnett. O programa estatístico utilizado foi o SAS 9.1 (SAS Institute Inc., Cary: NC, 1999).

4.5.3 Determinação da Composição Química do Esmalte Clareado Através da Espectroscopia Raman Transformada de Fourier (ERTF)

Após a aplicação do agente clareador, cinco espécimes de cada grupo foram novamente submetidos ao laser de Raman para determinação da concentração do fosfato (PO_4 , 961 cm^{-1}) e do carbonato (CO_3 , 1063 cm^{-1}) do mesmo modo descrito anteriormente no item 4.2.2. Os resultados obtidos através da informação da concentração de fosfato (PO_4) e carbonato (CO_3) foram analisados e comparados aos iniciais.

Para calcular a concentração de PO_4 e CO_3 presente no espécime antes e depois do clareamento foi utilizado o programa Origin 6.0 Professional, onde foi calculada a área do fosfato padronizada entre $892,18$ a $990,54\text{ cm}^{-1}$ (Figura 14). Para o carbonato foi padronizado entre $990,54$ a $1090,82\text{ cm}^{-1}$ (Figura 15).

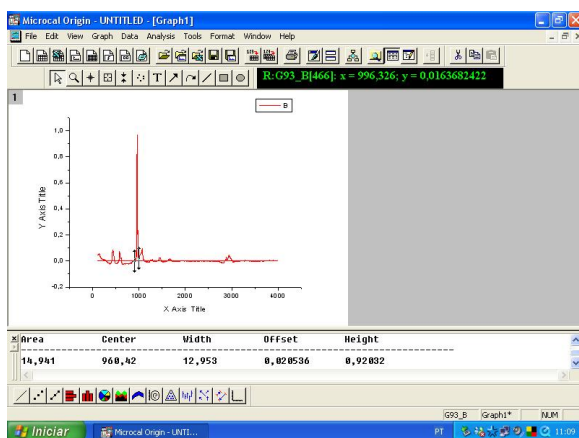


Figura 14 - Determinação da área do pico de fosfato (PO_4 , 961 cm^{-1}) através do programa Origin 6.0 Professional.

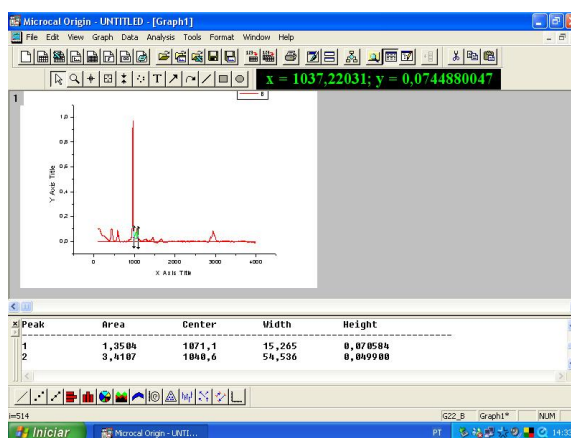


Figura 15 - Determinação da área do pico de fosfato (CO_3 , 1063 cm^{-1}) através do programa Origin 6.0 Professional.

Os valores da área do fosfato e carbonato foram avaliados com a Análise de Variância (ANOVA) e teste de Tukey ($\alpha = 5\%$) considerando agentes clareadores (3 níveis) e formas de irradiação (3 níveis). Cada grupo experimental

foi comparado com o grupo controle utilizando o teste de Dunnet. O programa estatístico utilizado foi o SAS 9.1 (SAS Institute Inc., Cary: NC, 1999).

4.5.4 Determinação da Microdureza Interna após Clareamento

Os espécimes foram seccionados em seu longo eixo com disco diamantado de precisão (Buehler). Uma metade foi utilizada para a determinação da microdureza interna e posteriormente microscopia de luz polarizada e a outra metade foi analisada em microscópio eletrônico de varredura. A superfície interna foi abrasionada com lixas de SiC (granulações 600, 1200) e polida com discos de feltro e pastas de diamante (granulações 6, 3, 1 e $\frac{1}{4}$ μm). A microdureza interna foi mensurada através de 3 impressões nas profundidades: 20, 40, 60, 80, 100, 120, 160, 180 e 200 μm (Figura 16). Após a determinação da dureza interna, os dados foram analisados e transformados para que a perda mineral interna fosse determinada.

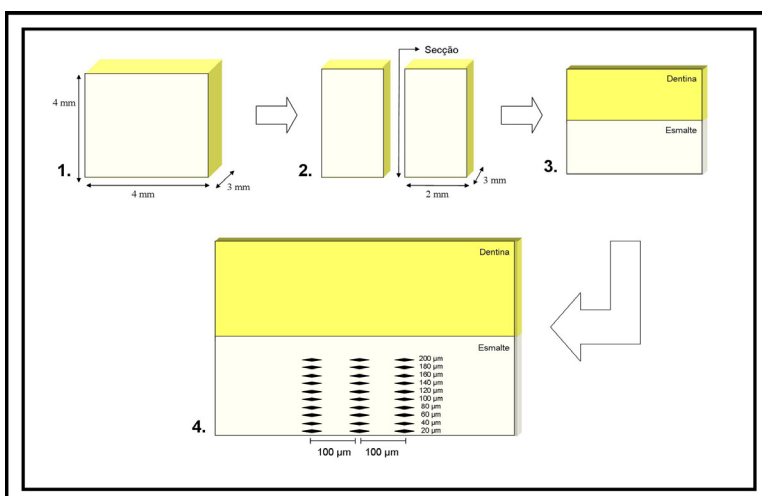


Figura 16 - Esquema da microdureza interna. 1. Bloco de esmalte inicial, ao qual foi submetido ao tratamento clareador; 2. Bloco de esmalte seccionado; 3. Vista da parte interna do bloco, onde podemos visualizar esmalte e dentina; 4. Edentações realizadas na parte interna do esmalte.

Para determinar a porcentagem de volume mineral (%VM) os valores médios da microdureza interna em cada profundidade são transformados aplicando-se a seguinte fórmula (Featherstone *et al.* 1983):

$$\% \text{ VM} = 4,3(\text{KHN})^{1/2} + 11,3$$

Os valores de microdureza interna e % volume mineral foram avaliados com a Análise de Variância (ANOVA) e teste de Tukey ($\alpha = 5\%$) considerando agentes clareadores (3 níveis), formas de irradiação (3 níveis) e profundidade em relação a superfície (10 níveis). Cada grupo experimental foi comparado com o grupo controle utilizando o teste de Dunnet. O programa estatístico utilizado foi o SAS 9.1 (SAS Institute Inc., Cary: NC, 1999).

4.5.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A outra metade da secção das amostras (Figura 16) foram utilizados para observação em microscopia eletrônica de varredura para avaliação da superfície do esmalte que foi tratada com os agentes clareadores.

As amostras foram armazenadas em estufa (Modelo 315 SE - Fanem, SP, Brasil) para secagem durante 12 horas e fixadas com foram fixadas em suportes de alumínio (stubs) com o auxílio de uma fita dupla face de carbono (Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 – USA) e revestidos com liga de ouro/paládio usando o equipamento evaporador (Balzers SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL-9496 – Germany) através do processo de metalização utilizando corrente de 45mA por 160 segundos.

Em seguida, os espécimes foram observados em microscópio eletrônico de varredura (JSM – 5600 – JEOL USA, Inc., Peabody, MA 01960 - USA) a uma aceleração de voltagem de 15KV, distância de trabalho (WD – Work Distance) de 12mm e abertura das lentes objetivas (spotsizes) de 20nm, com aumento de 5.000X (Figura 17).



Figura 17 - Microscópio eletrônico de varredura (MEV).

4.5.6 Microscopia de Luz Polarizada (MLP)

As mesmas amostras utilizadas na análise da microdureza interna foram preparadas e analisadas em microscópio de luz polarizada (DM LSP, Leica, Wetzlar, Germany) para avaliar a profundidade de desmineralização e as áreas afetadas pelo clareamento (Figura 18).

As amostras foram novamente seccionadas verticalmente, utilizando disco diamantado de alta concentração. Secções das amostras com espessura aproximada de 150 μm foram obtidas e reduzidas por polimento com lixas de carbetto de silício nas granulações 1200 e 4000 a uma espessura de $100 \pm 10 \mu\text{m}$.

Para visualização dos espécimes em microscópio de luz polarizada as secções foram imersas em água deionizada e colocadas em lâminas de vidro e sob estas, lamínulas. Os espécimes foram visualizados em aumento de 20x.

As imagens foram transferidas para um microcomputador através de uma câmara digital e a desmineralização do esmalte foi verificada com ajuda de um programa de análise de imagens (Image-Pro Plus; Media Cybernetics, Silver Spring, MD, USA).



Figura 18 - Microscópio de luz polarizada.

5 RESULTADOS

Os resultados estão apresentados na seguinte ordem: 1) Microdureza superficial, antes e após o tratamento clareador; 2) Microdureza interna, a porcentagem de volume mineral (%VM); 3) Determinação da composição química do esmalte através de Espectroscopia Raman Transformada de Fourier (ERTF), a análise do Carbonato (CO_3) de Fosfato (PO_4); 4) Determinação da perda de cálcio do esmalte após tratamento clareador através de Espectroscopia de Absorção Atômica; 5) Análise das alterações superficiais através de microscopia eletrônica de varredura (MEV); 6) Análise das alterações no esmalte através de microscopia de luz polarizada (MLP).

Os valores individuais, médias e desvio padrão de todas as análises realizadas estão em Anexo.

5.1 Microdureza Superficial

A Tabela 2 mostra os valores médios da microdureza de superfície em médias e desvios padrão antes e após o tratamento clareador.

Tabela 2 – Valores médios ($\pm$ desvio padrão) da microdureza de superfície antes e após o tratamento clareador ($n=10$).

Grupos Experimentais	Tempo	
	Antes	Depois
Whiteness HP Maxx – Sem Irradiação	301,70 $\pm$ 14,12 Aa	284,06 $\pm$ 13,55 Ba*
Whiteness HP Maxx – Lâmpada de luz Halógena	304,00 $\pm$ 11,09 Aa	291,68 $\pm$ 16,20 Ba
Whiteness HP Maxx – LED/Laser Diodo	304,04 $\pm$ 17,44 Aa	268,66 $\pm$ 25,18 Ba*
Pola Office – Sem Irradiação	298,60 $\pm$ 16,25 Aa	268,78 $\pm$ 23,90 Ba*
Pola Office – Lâmpada de luz Halógena	300,08 $\pm$ 17,03 Aa	279,10 $\pm$ 23,76 Ba*
Pola Office – LED/Laser Diodo	317,86 $\pm$ 09,62 Aa	283,18 $\pm$ 22,82 Ba*
Opalescence Xtra – Sem Irradiação	297,48 $\pm$ 16,29 Aa	260,94 $\pm$ 17,17 Ba*
Opalescence Xtra – Lâmpada de luz Halógena	307,46 $\pm$ 11,98 Aa	276,26 $\pm$ 22,16 Ba*
Opalescence Xtra – LED/Laser Diodo	299,86 $\pm$ 08,52 Aa	264,92 $\pm$ 16,63 Ba*
Grupo Controle	307,72 $\pm$ 20,13	

* Difere de controle do controle pelo teste de Dunnett.
Houve diferença no antes e depois para todos os grupos ($p<0,0001$).
Minúscula na vertical dentro de cada agente clareador.
Maiúscula na horizontal dentro de cada tempo.

Os resultados da Tabela 2 a partir da análise estatística mostram que depois do tratamento clareador todos os grupos diferiram do grupo controle com exceção do grupo que foi aplicado a agente clareador Whiteness irradiado com lâmpada de luz halógena. Comparando cada grupo antes e depois do tratamento clareador todos os grupos apresentaram diferença estatisticamente significativa depois da aplicação dos tratamentos.

Comparando os grupos nos mesmos tempos e individualmente para cada agente não houve diferença estatística significativa em nenhum grupo experimental.

5.2 Microdureza interna

Os valores médios de microdureza interna em cada profundidade foram submetidos à análise estatística como mostrado na Tabela 3. Foram aplicados o teste de Dunnett e teste Tukey ($p < 0,05$).

Tabela 3 - Valores médios de microdureza interna e desvio padrão ($n=10$).

Irradiação	Profundi- dade	Agente			
		Controle	Whitness	Pola Office	Opalescence
Sem Irradiação	20	197,35 ± 48,78c	167,22 ± 71,27c	167,60 ± 65,25c	125,24 ± 74,79c
	40	263,83 ± 51,64b	190,44 ± 55,89*b	215,47 ± 23,46b	178,04 ± 43,83*b
	60	281,97 ± 54,21a	213,87 ± 25,27 *a	232,80 ± 22,55*a	221,33 ± 22,83*a
	80	288,13 ± 53,16a	228,50 ± 35,98*a	228,30 ± 30,26 *a	228,11 ± 17,29*a
	100	280,43 ± 41,52a	226,30 ± 46,61*a	245,17 ± 30,77 a	228,81 ± 22,58*a
	120	279,10 ± 41,46a	228,13 ± 44,06*a	243,07 ± 38,80a	227,81 ± 25,21*a
	140	280,57 ± 51,91a	235,07 ± 45,74 a	230,77 ± 38,18*a	223,70 ± 22,94*a
	160	276,63 ± 41,90a	227,47 ± 49,22*a	231,17 ± 38,90*a	231,85 ± 17,87a
	180	271,00 ± 42,44a	219,27 ± 40,54 *a	230,67 ± 29,33a	226,52 ± 24,13*a
	200	279,10 ± 38,54a	228,23 ± 44*a	234,60 ± 34,96*a	229,93 ± 22,39*a
Luz Halógena	20		120,45 ± 57,38c	161,55 ± 65,33c	115,06 ± 70,16*c
	40		199,06 ± 41,27*b	185,39 ± 39,81*b	155,25 ± 74,00*b
	60		247,67 ± 38,00a	215,07 ± 28,52*a	200,19 ± 53,41*a
	80		249,67 ± 44,70a	222,00 31,56*a	214,97 ± 46,35*a
	100		248,00 ± 22,35a	231,40 ± 19,98*a	218,03 ± 38,19*a
	120		242,90 ± 38,27a	230,37 ± 28,07*a	215,30 ± 38,42*a
	140		263,00 ± 36,11a	223,07 ± 28,95 *a	228,57 ± 36,83*a
	160		259,57 ± 38,47a	235,80 ± 31,57a	234,57 ± 37,09a
	180		249,20 ± 35,66a	225,73 ± 31,96*a	228,50 ± 35,58*a
	200		249,63 ± 32,24a	233,07 ± 28,48*a	232,77 ± 31,67*a
LED/laser	20		170,60 ± 75,94c	82,53 ± 69,67*c	69,55 ± 42,02*c
	40		191,18 ± 44,59*b	151,40 ± 67,13*b	150,44 ± 58,83*b
	60		220,87 ± 38,69*a	211,65 ± 37,12*a	226,00 ± 20,23*a
	80		232,37 ± 35,64*a	231,88 ± 34,40*a	238,87 ± 38,70*a
	100		241,27 ± 41,31a	242,40 ± 35,51a	232,80 ± 37,86*a
	120		231,63 ± 49,52*a	238,29 ± 31,69a	237,13 ± 29,72a
	140		224,73 ± 44,74*a	245,13 ± 33,59a	242,50 ± 38,32a
	160		217,23 ± 40,01*a	241,88 ± 33,45a	241,40 ± 33,34a
	180		239,43 ± 30,01a	237,63 ± 38,11a	235,20 ± 31,20a
	200		226,20 ± 31,44*a	247,29 ± 37,57a	243,00 ± 28,08a

* Difere do controle pelo teste de Dunnett ($p<0,05$)

Médias seguidas de letras distintas na vertical dentro de cada tratamento diferem entre si pelo teste de Tukey ($p<0,05$).

Os resultados da Tabela 3 mostram que somente houve diferença estatisticamente significativa nas profundidades 20 e 40 μ m em todos os tratamentos. Sendo que na profundidade de 20 μ m todos os grupos apresentaram os menores valores de dureza, seguidos da profundidade de 40 μ m. A partir da profundidade 60 μ m todos os valores não foram estatisticamente diferentes em todos os grupos experimentais, inclusive no grupo controle.

Quando comparou-se os valores de microdureza dos grupos experimentais com os valores do grupo controle, em algumas profundidades se obteve diferença estatisticamente significativa. O grupo Whiteness sem irradiação só não apresentou diferença estatisticamente significativa comparado com o controle nas profundidades de 20 e 140 μ m. Para o Whiteness irradiado com luz halógena, somente na profundidade 40 μ m se obteve diferença estatística significativa. No Whiteness irradiado com LED/Laser Diodo para as profundidades 20, 100 e 180 μ m não se observou diferenças estatísticas com relação ao grupo controle. Para o agente clareador Pola Office sem irradiação, nas profundidades de 60, 80, 140, 160 e 200 μ m houve diferenças estatísticas do grupo controle. Quando o Pola Office foi irradiado com luz halógena só não se obteve diferença estatística do controle nas profundidades de 20 e 160 μ m. Quando irradiado com LED/Laser Diodo somente observou-se diferença estatística significativa nas profundidades de 20, 40, 60 e 80 μ m. Comparando os grupos tratados com Opalescence Xtra com o grupo controle, quando o agente clareador não foi irradiado, nas profundidades de 20 e 160 μ m não houve diferenças estatísticas com relação ao grupo controle. Utilizando a lâmpada de luz halógena como fonte de irradiação somente na profundidade de 160 μ m não houve diferença do grupo controle. Utilizando-se o LED/Laser na irradiação deste agente clareador, nas profundidades de 20, 40, 60, 80 e 100 μ m houve diferença estatística com relação ao grupo controle.

A Tabela 4 mostra os valores médios e desvio padrão de porcentagem de volume mineral (%VM), conforme a profundidade.

Tabela 4 - Valores de %VM conforme profundidade ($n=10$).

Grupos	% Volume mineral após o tratamento									
	20 μm	40 μm	60 μm	80 μm	100 μm	120 μm	140 μm	160 μm	180 μm	200 μm
Controle	71,70 $\pm$ 7,67c	81,14 $\pm$ 7,87b	83,50 $\pm$ 7,69a	84,29 $\pm$ 8,54a	83,47 $\pm$ 5,57a	83,13 $\pm$ 5,69a	83,32 $\pm$ 7,13a	82,82 $\pm$ 5,35a	82,08 $\pm$ 6,37a	83,13 $\pm$ 5,19a
Whiteness	66,90 $\pm$ 13,47c	70,64 $\pm$ 9,52b	74,18 $\pm$ 3,68a	76,29 $\pm$ 5,10a	75,98 $\pm$ 6,75a	76,24 $\pm$ 6,50a	77,22 $\pm$ 6,41a	76,15 $\pm$ 6,94a	74,97 $\pm$ 5,65a	76,26 $\pm$ 6,18a
Whit+Hal	58,49 $\pm$ 11,91c	71,96 $\pm$ 6,59b	78,97 $\pm$ 5,05a	79,24 $\pm$ 6,20a	79,01 $\pm$ 3,12a	78,31 $\pm$ 5,22a	81,03 $\pm$ 4,77a	80,57 $\pm$ 5,25a	79,18 $\pm$ 4,89a	79,23 $\pm$ 4,42a
Whit+LED	67,46 $\pm$ 13,70c	70,75 $\pm$ 7,90b	75,20 $\pm$ 5,93a	76,84 $\pm$ 4,95a	78,09 $\pm$ 5,66a	76,74 $\pm$ 7,00a	75,76 $\pm$ 6,35a	74,67 $\pm$ 5,72a	77,83 $\pm$ 4,19a	75,97 $\pm$ 4,46a
Pola Office	66,98 $\pm$ 10,77c	74,41 $\pm$ 3,45b	76,90 $\pm$ 3,17a	76,27 $\pm$ 4,31a	78,62 $\pm$ 4,28a	78,33 $\pm$ 5,56a	76,62 $\pm$ 5,61a	76,67 $\pm$ 5,67a	76,60 $\pm$ 4,24a	77,16 $\pm$ 5,02a
Pola+Hal	65,95 $\pm$ 11,51c	69,84 $\pm$ 6,50b	74,36 $\pm$ 4,23a	75,36 $\pm$ 4,61a	76,71 $\pm$ 2,83a	76,56 $\pm$ 4,07a	75,52 $\pm$ 4,34a	77,32 $\pm$ 4,48a	75,90 $\pm$ 4,57a	76,94 $\pm$ 4,05a
Pola+LED	50,36 $\pm$ 13,90c	64,20 $\pm$ 12,68b	73,85 $\pm$ 5,73a	76,77 $\pm$ 4,78a	78,26 $\pm$ 4,96a	77,67 $\pm$ 4,36a	78,62 $\pm$ 4,71a	78,17 $\pm$ 4,65a	77,58 $\pm$ 5,46a	78,91 $\pm$ 5,29a
Opalescence	55,11 $\pm$ 14,86c	75,41 $\pm$ 7,39b	76,22 $\pm$ 3,30a	78,51 $\pm$ 2,44a	72,86 $\pm$ 3,18a	73,61 $\pm$ 3,62a	73,16 $\pm$ 3,29a	77,21 $\pm$ 2,56a	77,35 $\pm$ 3,47a	75,84 $\pm$ 3,26a
Opa+Hal	57,42 $\pm$ 13,98c	64,87 $\pm$ 13,22b	72,14 $\pm$ 8,06a	74,34 $\pm$ 6,71a	74,79 $\pm$ 5,31a	74,39 $\pm$ 5,51a	76,30 $\pm$ 5,16a	77,15 $\pm$ 5,17a	76,29 $\pm$ 4,99a	76,90 $\pm$ 4,35a
Opal+LED	47,16 $\pm$ 10,41c	64,04 $\pm$ 10,58b	75,94 $\pm$ 2,87a	77,75 $\pm$ 5,34a	76,90 $\pm$ 5,24a	77,51 $\pm$ 4,16a	78,26 $\pm$ 5,36a	78,10 $\pm$ 4,64a	77,24 $\pm$ 4,25a	78,33 $\pm$ 3,84a

Médias seguidas de letras distintas na vertical dentro de cada agente diferem entre si pelo teste de Tukey ($p<0,05$).

A Figura 19 compara a porcentagem de volume mineral em cada grupo experimental conforme as distâncias (μm) da microdureza interna.

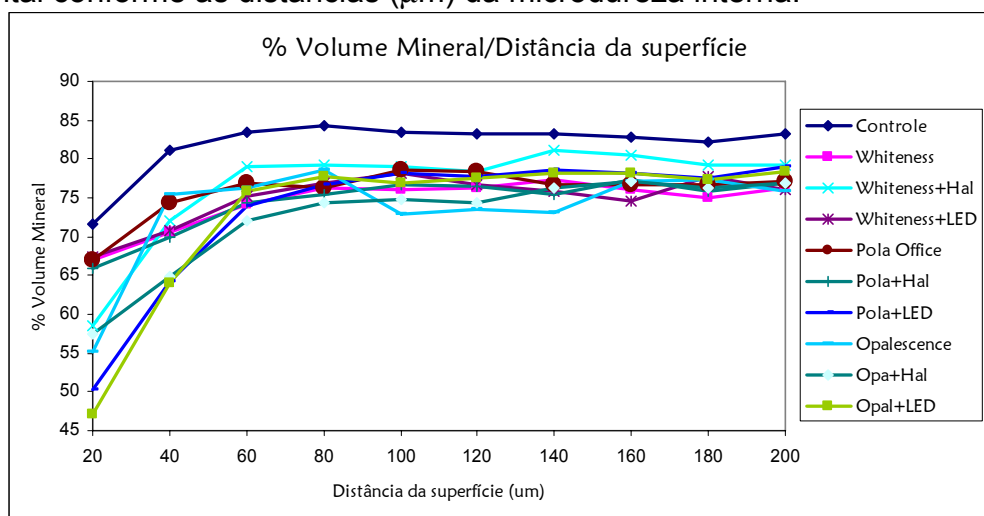


Figura 19 - Gráfico de dispersão - Porcentagem de volume mineral em função da distância (μm) em função dos tratamentos.

5.3 Determinação da composição química do esmalte humano através de Espectroscopia Raman Transformada de Fourier (ERTF)

5.3.1 Determinação do Fosfato (PO_4)

Através de ERTF foi determinada a composição química do esmalte analisando-se a área dos picos do fosfato (PO_4) e carbonato (CO_3).

A Figura 20 mostra o pico do PO_4 que corresponde no eixo x a 961 cm^{-1} antes e após o tratamento clareador.

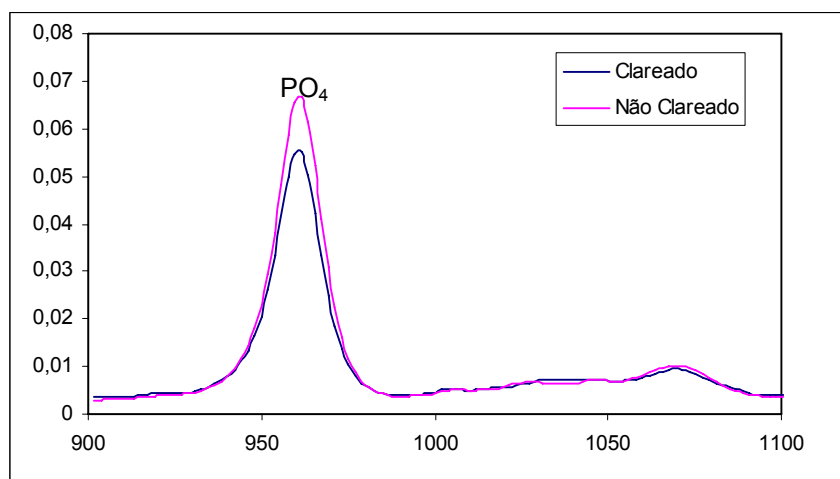


Figura 20 - Pico do Fosfato (PO_4) antes e após o tratamento clareador.

A Figura 21 compara os valores de área antes e depois do tratamento clareador de cada grupo experimental.

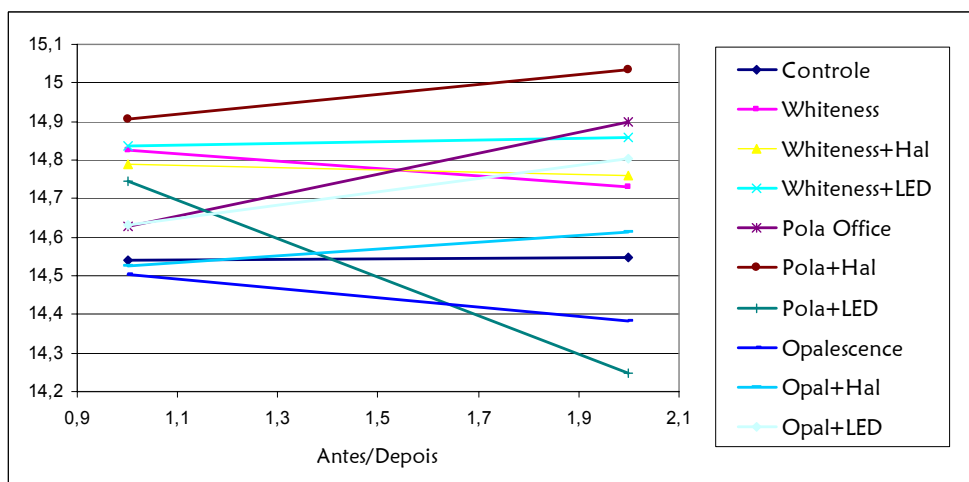


Figura 21 - Gráfico de dispersão. Comparação dos valores médios de área do pico de PO_4 antes e depois do tratamento clareador.

A Tabela 5 mostra os resultados em termos de média e desvio padrão dos valores de área do pico do fosfato (PO_4 ; 961 cm^{-1}).

Tabela 5 - Médias e desvio padrão da área do pico de fosfato ($n=5$).

Tempo	Agente	Irradiação		
		Sem ativação	Halógena	LED/laser
Antes	Whiteness	14,82 ± 0,13	14,78 ± 0,17	14,83 ± 0,20
	Pola Office	14,62 ± 0,40	14,90 ± 0,28	14,74 ± 0,09
	Opalescence	14,50 ± 0,32	14,52 ± 0,29	14,63 ± 0,09
	Grupo Controle	14,54 ± 0,22		
Depois	Whiteness	14,73 ± 0,12	14,76 ± 0,16	14,85 ± 0,18
	Pola Office	14,90 ± 0,28	15,03 ± 0,23	14,24 ± 0,72
	Opalescence	14,38 ± 0,32	14,61 ± 0,38	14,80 ± 0,21
	Grupo Controle	14,55 ± 0,20		

(*) Diferem do grupo controle (ANOVA/Dunnett, $\alpha = 5\%$).

Não houve diferença significativa de nenhum grupo em relação ao controle ($p>0,05$) pelo teste de Dunnett. Além disso, nenhuma diferença estatística foi observada entre agentes clareadores (0,3408), métodos de ativação ($p=0,3893$) e tempos de avaliação ($p=0,9116$).

5.3.2 Determinação do Carbonato (CO_3)

A Figura 22 mostra o pico do CO_3 que corresponde ao eixo x (1063cm^{-1}) antes e após o tratamento clareador. A área foi calculada utilizando o software Origin 6.0.

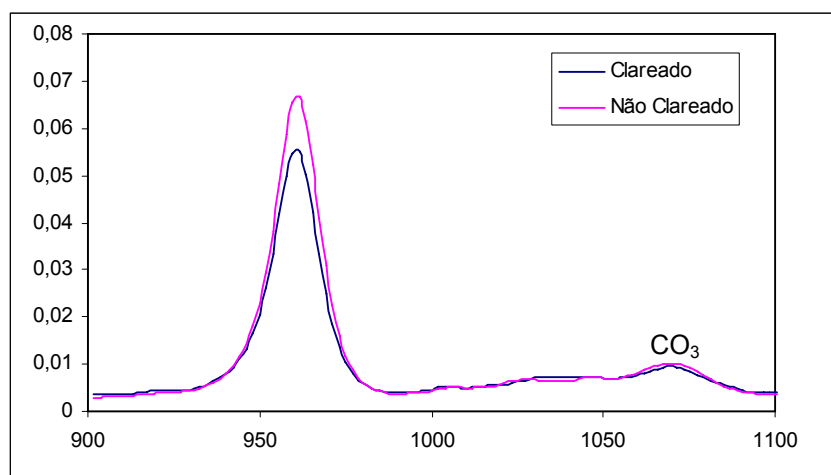


Figura 22 - Pico do Carbonato (CO_3) antes e após o tratamento clareador.

A Figura 23 compara os valores de área antes e depois do tratamento clareador de cada grupo experimental.

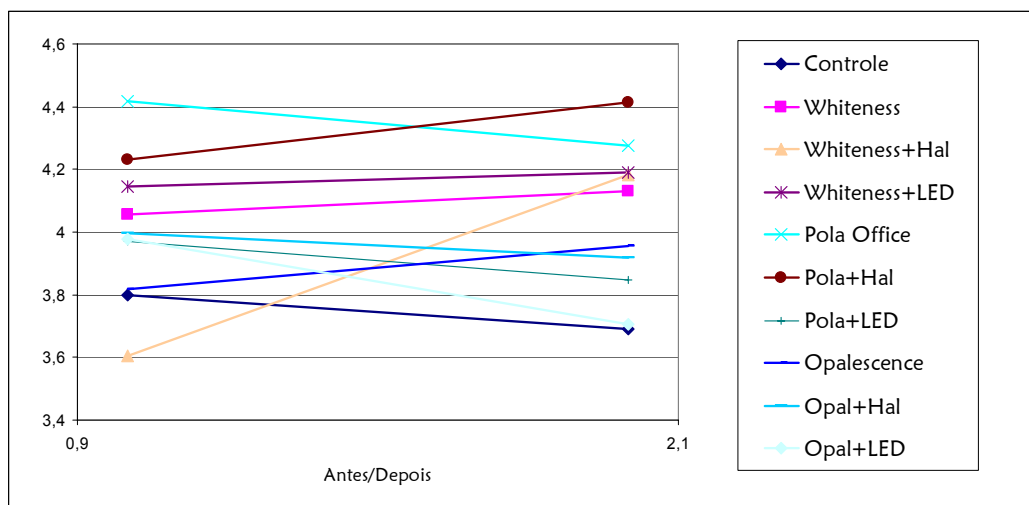


Figura 23 - Gráfico de dispersão - Comparação dos valores médios de área do pico de CO₃ antes e depois do tratamento clareador.

A Tabela 6 mostra as médias e desvio padrão dos valores de área do pico do carbonato (CO₃; 1063 cm⁻¹).

Tabela 6 - Médias e desvio padrão da área do pico de carbonato ($n=5$).

Tempo	Agente	Ativação		
		Sem Irradiação	Halógena	LED/laser
Antes	Whiteness	4,05 ± 0,30	3,60 ± 0,52	4,14 ± 0,36
	Pola Office	4,41 ± 0,67	4,23 ± 0,72	3,97 ± 0,21
	Opalescence	3,81 ± 0,20	3,99 ± 0,91	3,97 ± 0,38
	Grupo Controle	3,80 ± 0,33		
Depois	Whiteness	4,12 ± 0,33	4,18 ± 0,46	4,19 ± 0,46
	Pola Office	4,27 ± 0,63	4,41 ± 0,13	3,84 ± 0,40
	Opalescence	3,95 ± 0,52	3,91 ± 0,74	3,70 ± 0,35
	Grupo Controle	3,69 ± 0,29		

(*) Diferem do grupo controle (ANOVA/Dunnett, $\alpha = 5\%$).

Não houve diferença significativa de nenhum grupo em relação ao controle ($p > 0,05$) pelo teste de Dunnett.

Nenhum grupo experimental diferiu do grupo controle. Além disso, nenhuma diferença estatística foi observada entre agentes clareadores ($p = 0,2965$), métodos de irradiação ($0,3131$) e tempos de avaliação ($p = 0,6603$).

5.4 Determinação do cálcio presente na solução de enxágüe

Os dados foram submetidos a análise estatística, Kruskal-Wallis ($p < 0,05$). A Tabela 7 mostra os valores médios de perda de cálcio e as diferenças entre os grupos.

Tabela 7 - Média da perda de cálcio ($\mu\text{g/mL}$) por grupo experimental ($n=10$).

	Sem Irradiação	Lâmpada de Luz Halógena	LED + Laser Diodo
Whiteness	0,32 Bb	1,69* Aa	1,10 Aa
Pola Office	1,58* Aa	1,24 Aab	1,28 Aa
Opalescence	1,50* Aa	1,01 Ab	1,61* Aa
Grupo Controle	0,85		

* Difere do grupo controle pelo teste de Dunn ($p < 0,05$).

Médias seguidas de letras distintas (maiúscula na horizontal e minúscula na vertical) diferem entre si pelo teste de Kruskal-Wallis e Dunn ($p < 0,05$).

A Figura 24 ilustra os valores de perda de cálcio por grupo experimental após o tratamento clareador.

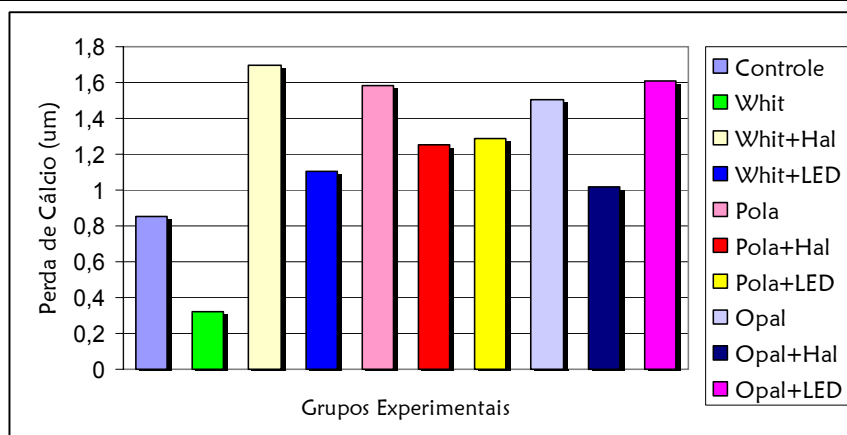


Figura 24 - Gráfico de barras - Comparação entre os grupos experimentais para perda de cálcio ($\mu\text{g/mL}$).

Comparando as formas de irradiação de cada gel clareador, o grupo Whiteness sem irradiação apresentou a menor perda de cálcio diferindo estatisticamente da irradiação com lâmpada de luz halógena e LED/laser, as quais não apresentaram diferença. Quando foi utilizado o Pola Office e o Opalescence, não se obteve diferença estatística significativa entre os três métodos de irradiação. Comparando cada grupo experimental com o grupo controle, somente os grupos Whiteness irradiado com lâmpada de luz halógena, Pola Office sem irradiação, Opalescence sem irradiação e com LED/laser foram diferentes estatisticamente do grupo controle.

Na comparação entre os agentes clareadores em cada modo de irradiação, quando não se usou irradiação, o Whiteness diferiu do Pola Office e do Opalescence. Utilizando luz halógena como fonte de irradiação, o Whiteness foi similar ao Pola Office mas diferente do Opalescence, sendo que este foi similar ao Pola Office. Quando usado o LED/laser na irradiação não houve diferença estatística significativa entre os géis clareadores.

5.5 Análise das alterações na superfície através de microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Após o tratamento clareador os espécimes foram analisados através de microscopia eletrônica de varredura. As Figuras de 25 a 34 mostram as alterações causadas pela exposição ao gel clareador e sua respectiva irradiação.

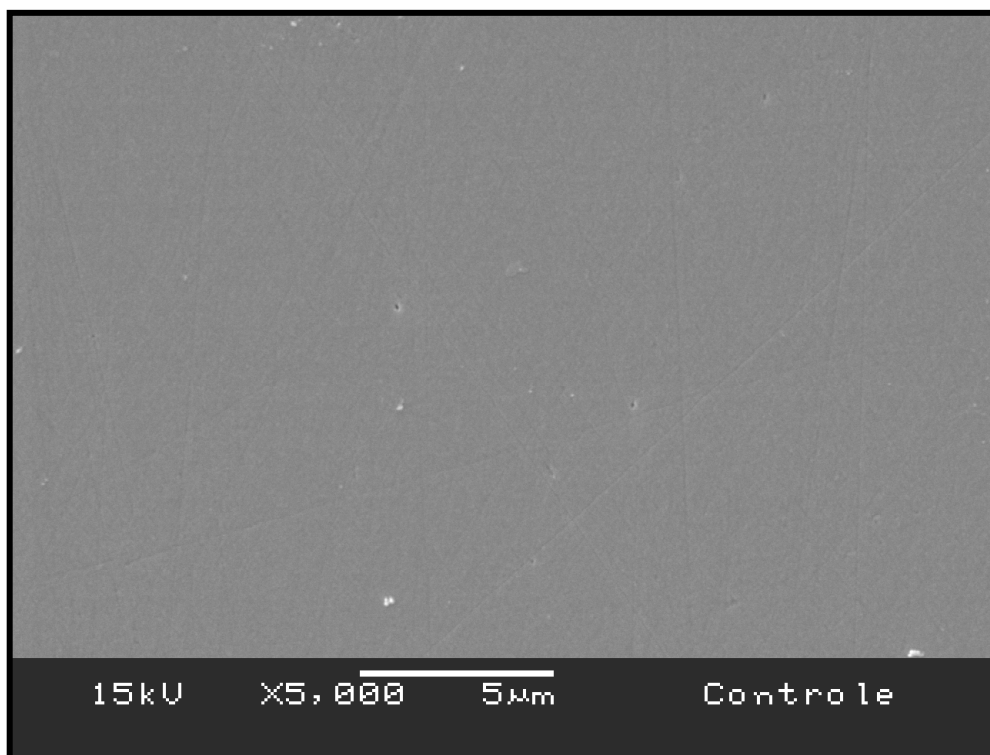


Figura 25 - Morfologia da superfície do esmalte do grupo controle (sem tratamento). Sem alteração de superfície.

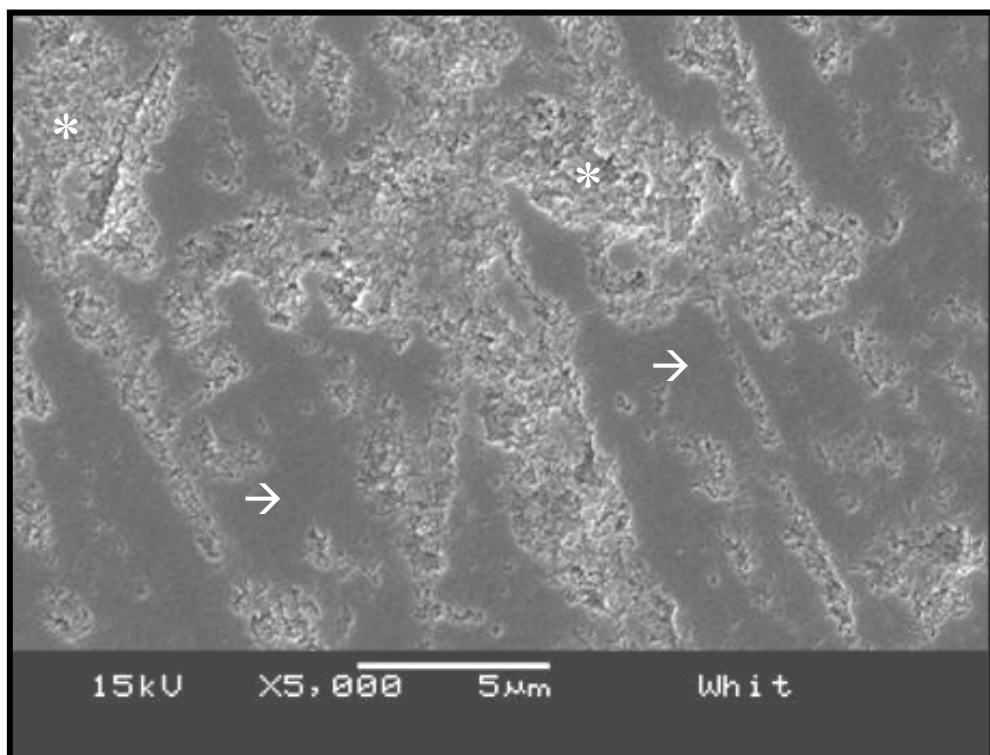


Figura 26 - Morfologia da superfície do esmalte para o grupo tratado com Whiteness sem irradiação. O asterisco (*) mostra a área de alteração superficial, enquanto a seta (→) mostra áreas não afetadas pelo clareamento.

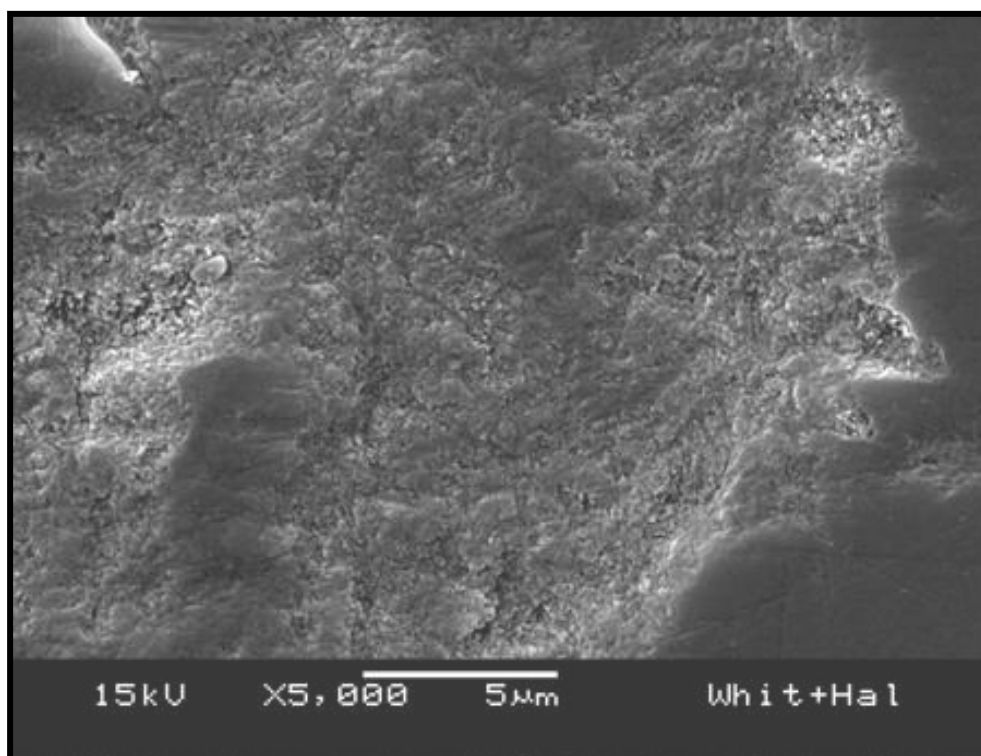


Figura 27 - Morfologia da superfície do esmalte para o grupo tratado com Whiteness e irradiado com Luz Halógena. Esta imagem mostra que neste grupo houve alterações mais significativas.

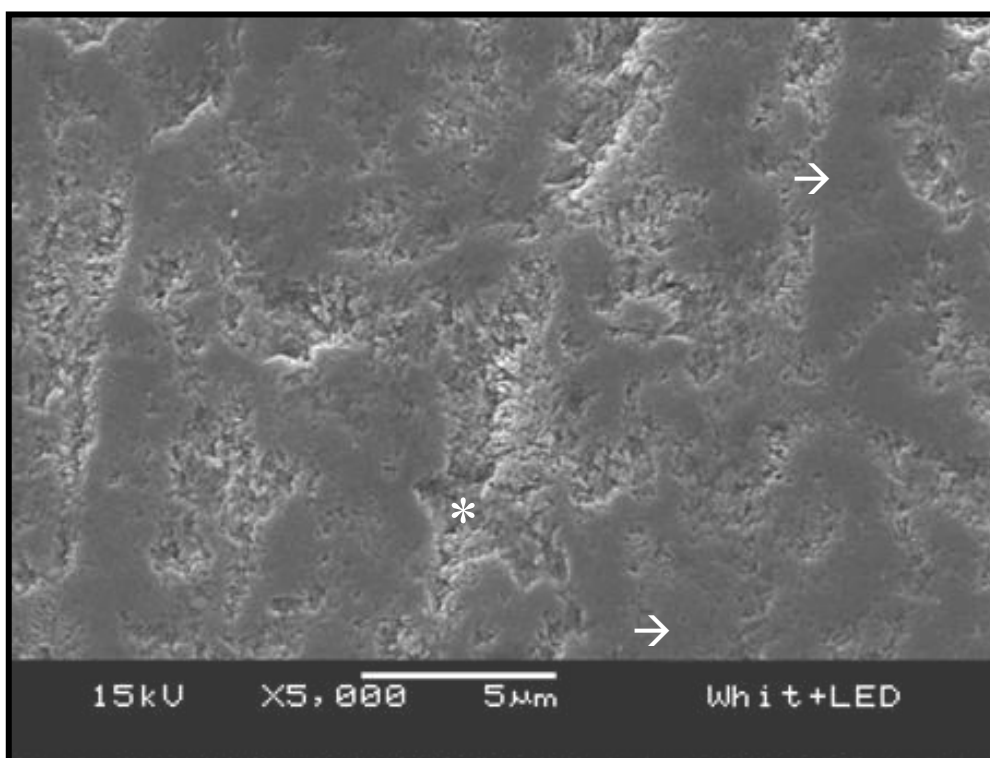


Figura 28 - Morfologia da superfície do esmalte para o grupo tratado com Whiteness e irradiado com LED/Laser Diodo. O asterisco (*) mostra a área de alteração superficial, enquanto a seta (→) mostra áreas não afetadas pelo clareamento.

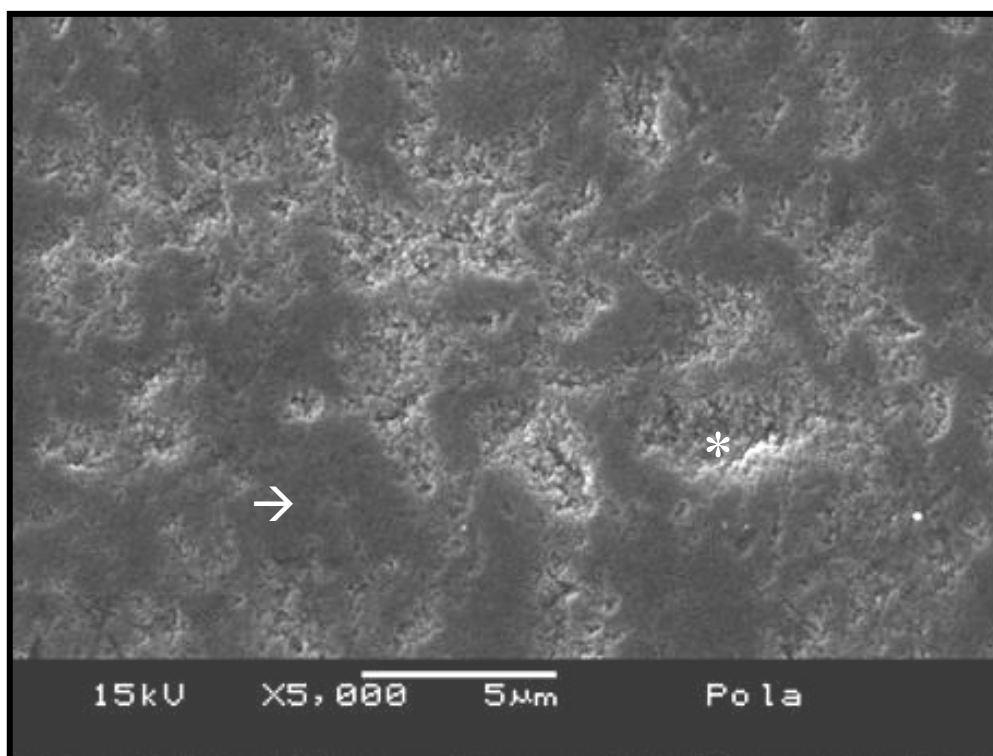


Figura 29 - Morfologia da superfície do esmalte para o grupo tratado com Pola Office sem irradiação. O asterisco (*) mostra a área de alteração superficial, enquanto a seta (→) mostra áreas não afetadas pelo clareamento.

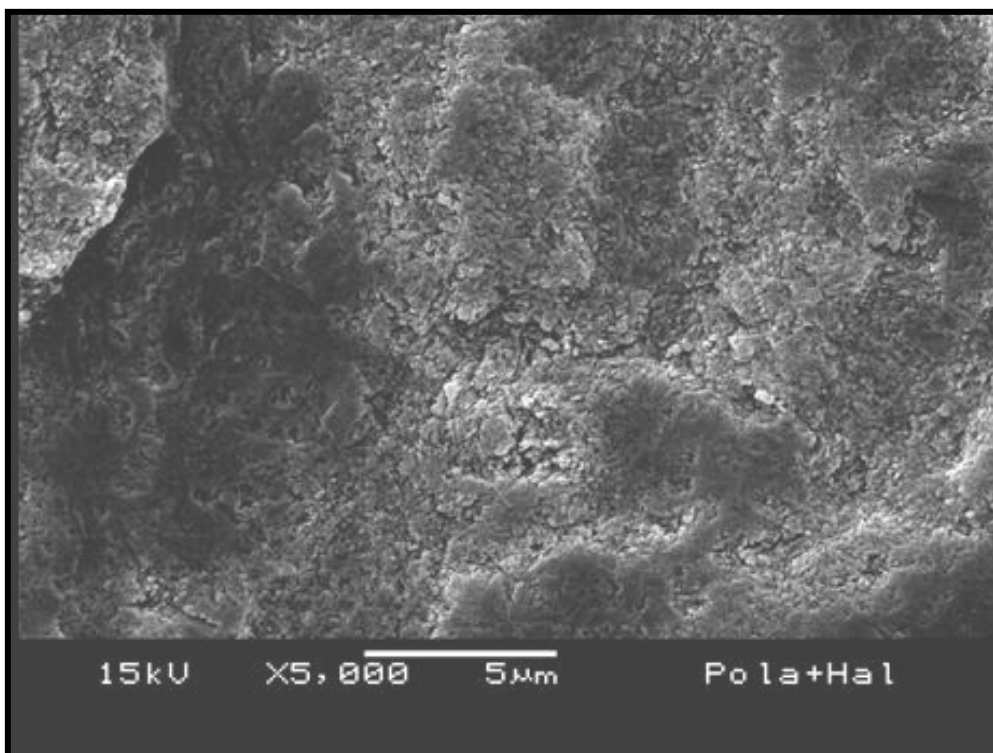


Figura 30 - Morfologia da superfície do esmalte para o grupo tratado com Pola Office irradiado com Luz Halógena. A imagem mostra que neste grupo houve alterações superficiais significativas.

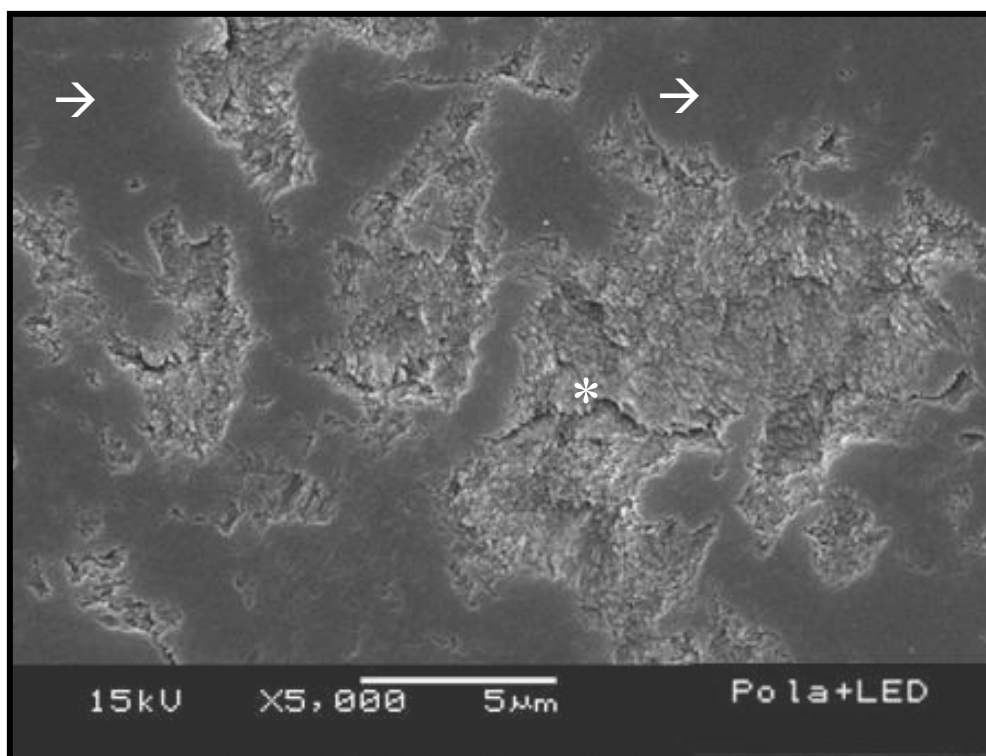


Figura 31 - Morfologia da superfície do esmalte para o grupo tratado com Pola Office irradiado com + LED/Laser Diodo. O asterisco (*) mostra a área de alteração superficial, enquanto a seta (→) mostra áreas não afetadas pelo clareamento.

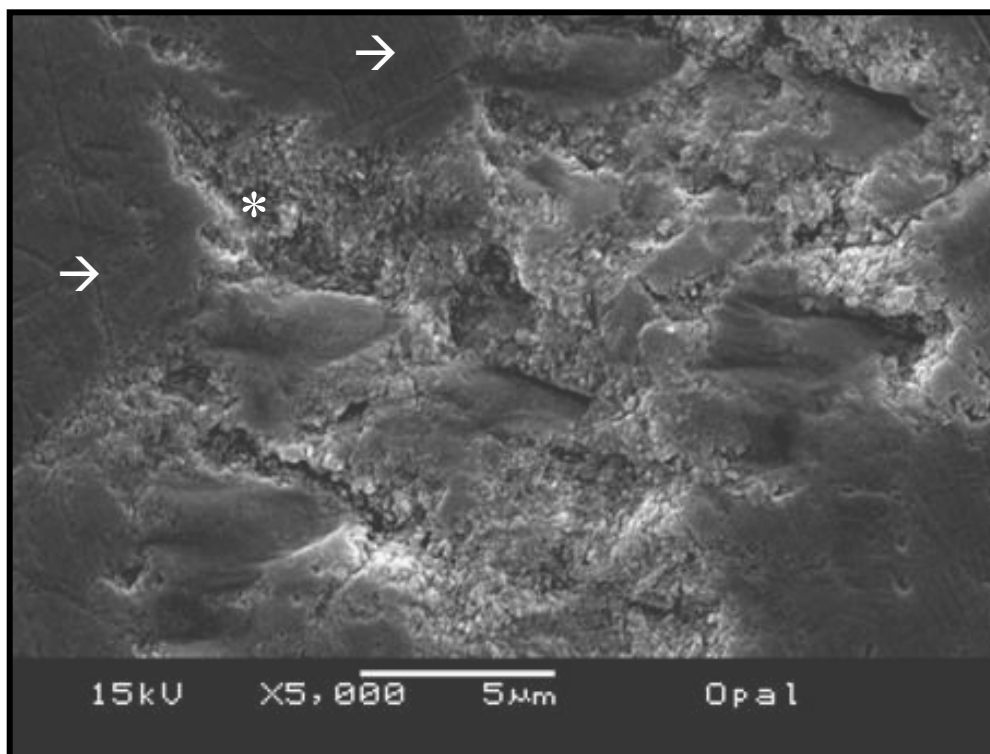


Figura 32 - Morfologia da superfície do esmalte para o grupo tratado Opalescence sem irradiação. O asterisco (*) mostra a área de alteração superficial, enquanto a seta (→) mostra áreas não afetadas pelo clareamento.

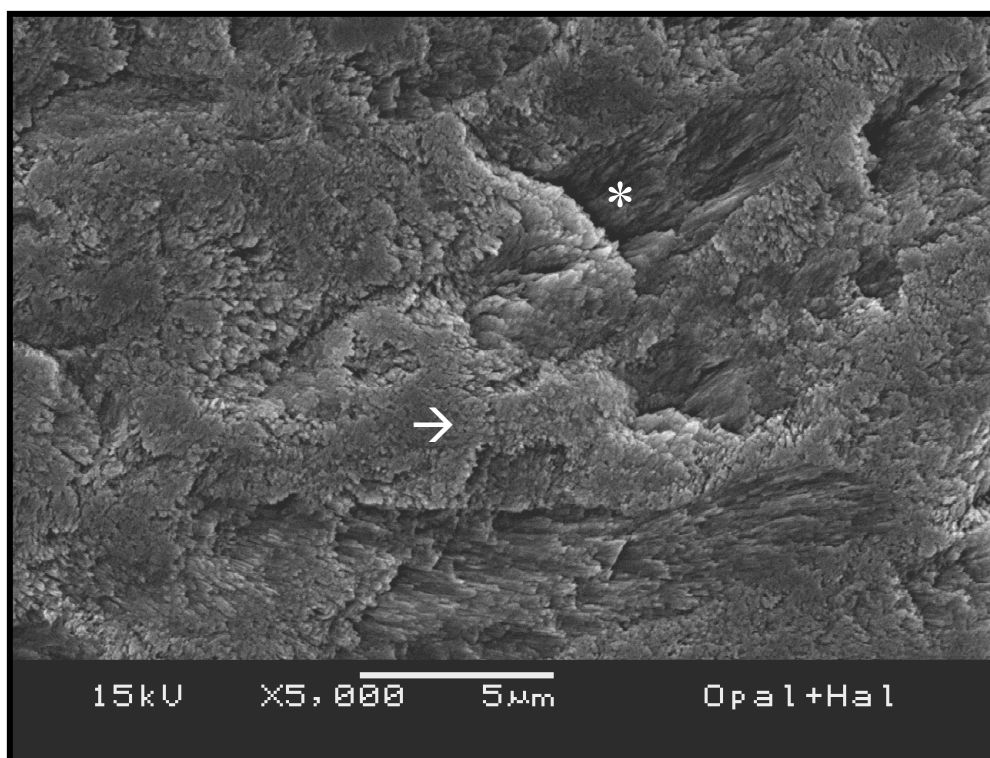


Figura 33 - Morfologia da superfície do esmalte para o grupo tratado Opalescence irradiado com Luz Halógena. O asterisco (*) mostra a área de alteração superficial com porosidade mais acentuada, enquanto → mostra uma área com porosidade mais moderada.

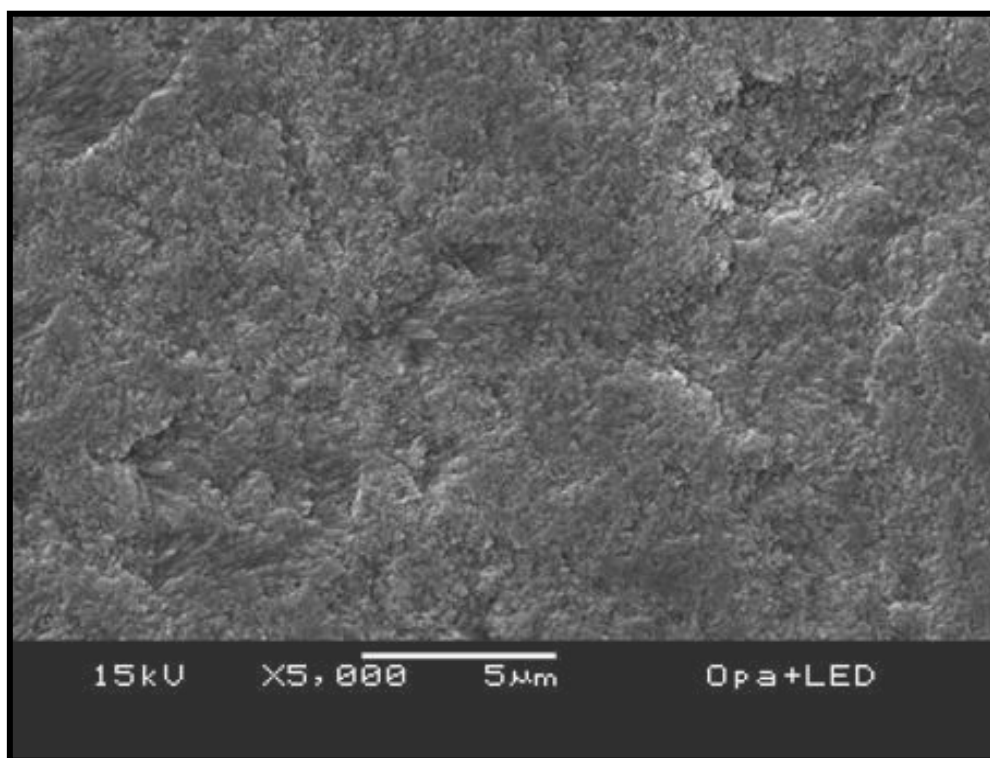


Figura 34 - Morfologia da superfície do esmalte para o grupo tratado com Opalescence irradiado LED/Laser Diodo. A imagem mostra que neste grupo houve alterações superficiais mais significativas.

5.6 Análise em Microscopia de Luz Polarizada (MLP)

As figuras de 35 a 44 mostram são as imagens obtidas em microscopia de luz polarizada.

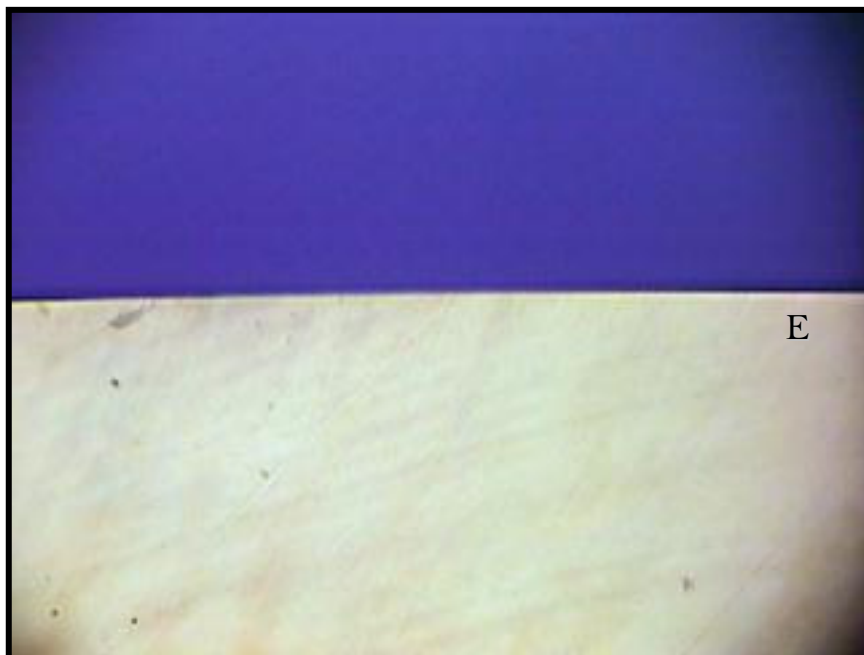


Figura 35 - Imagem em microscopia de luz polarizada para o grupo controle. (E) Esmalte íntegro.



Figura 36 - Imagem em microscopia de luz polarizada para o grupo Whiteness sem irradiação. (E) Esmalte íntegro; (*) Esmalte com leve desmineralização na subsuperfície.

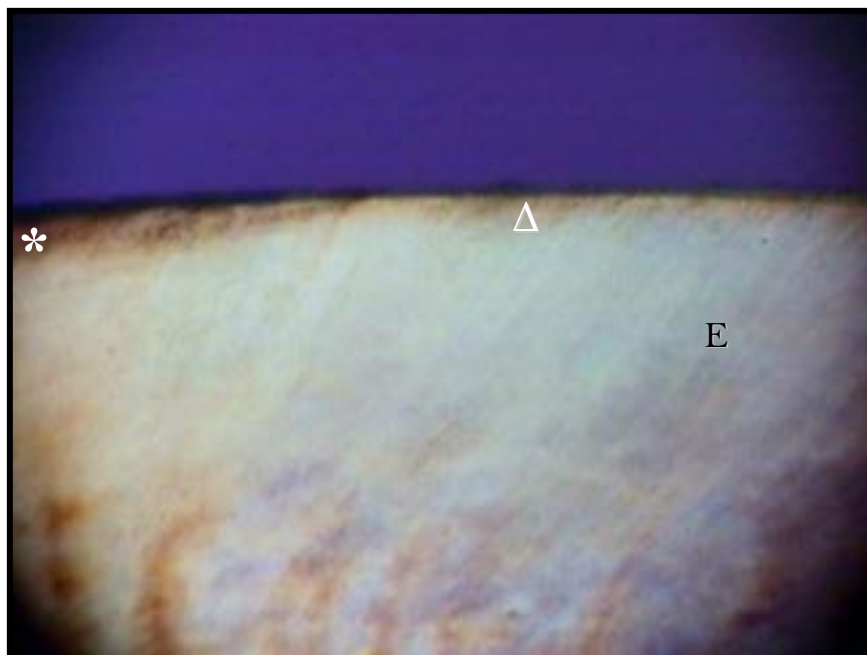


Figura 37 - Imagem em microscopia de luz polarizada para o grupo Whiteness irradiado com Luz Halógena. (E) Esmalte íntegro; (*) Esmalte desmineralizado; (Δ) Esmalte sub-superficial com leve grau de desmineralização.

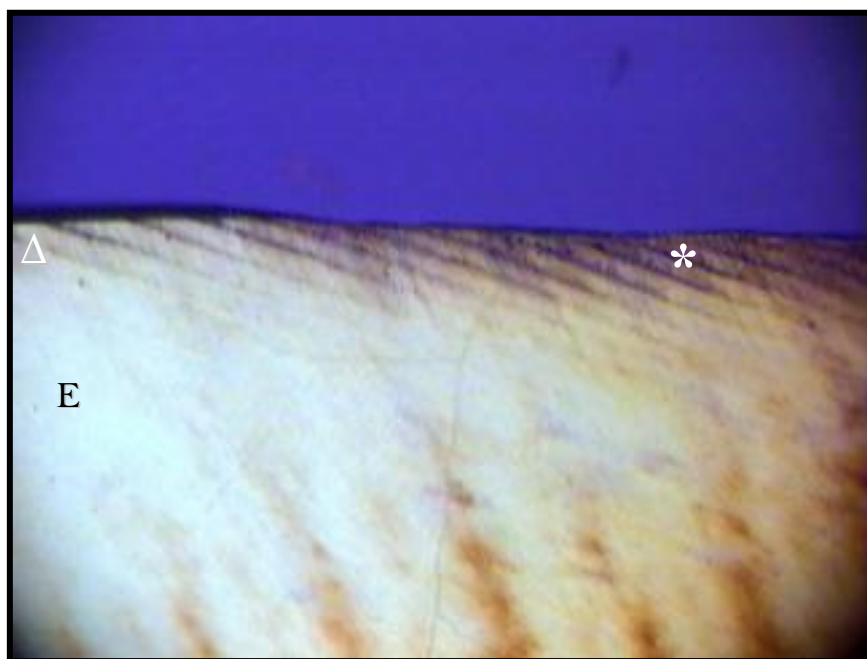


Figura 38 - Imagem em microscopia de luz polarizada para o grupo Whiteness irradiado com LED/Laser Diodo. (E) Esmalte íntegro; (*) Esmalte desmineralizado; (Δ) Esmalte com leve desmineralização.



Figura 39 - Imagem em microscopia de luz polarizada para o grupo Pola Office sem irradiação. (E) Esmalte íntegro.



Figura 40 - Imagem em microscopia de luz polarizada para o grupo Pola Office irradiado com Luz Halógena. (E) Esmalte íntegro.

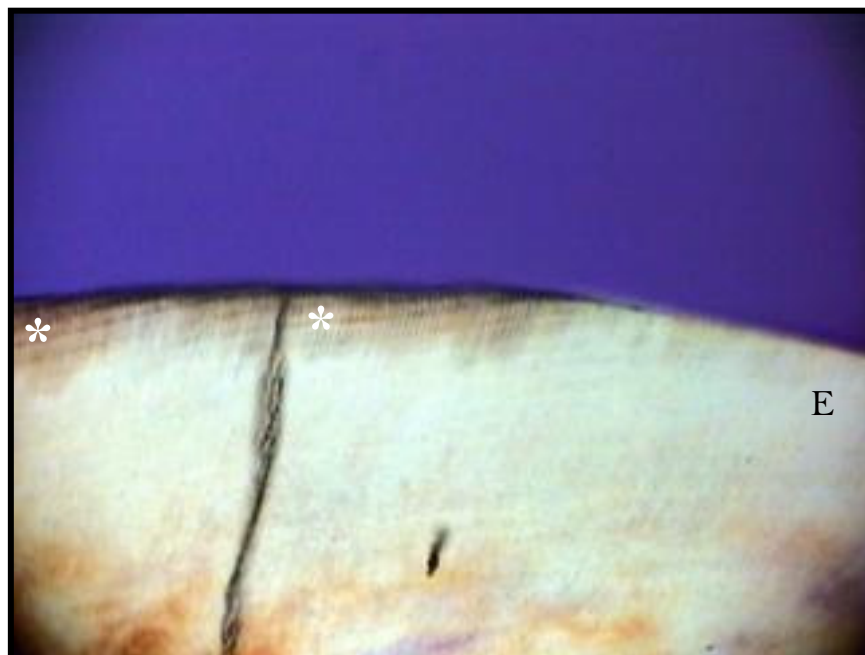


Figura 41 - Imagem em microscopia de luz polarizada para o grupo Pola Office irradiado com LED/Laser Diodo. (E) Esmalte íntegro; (*) Esmalte desmineralizado.

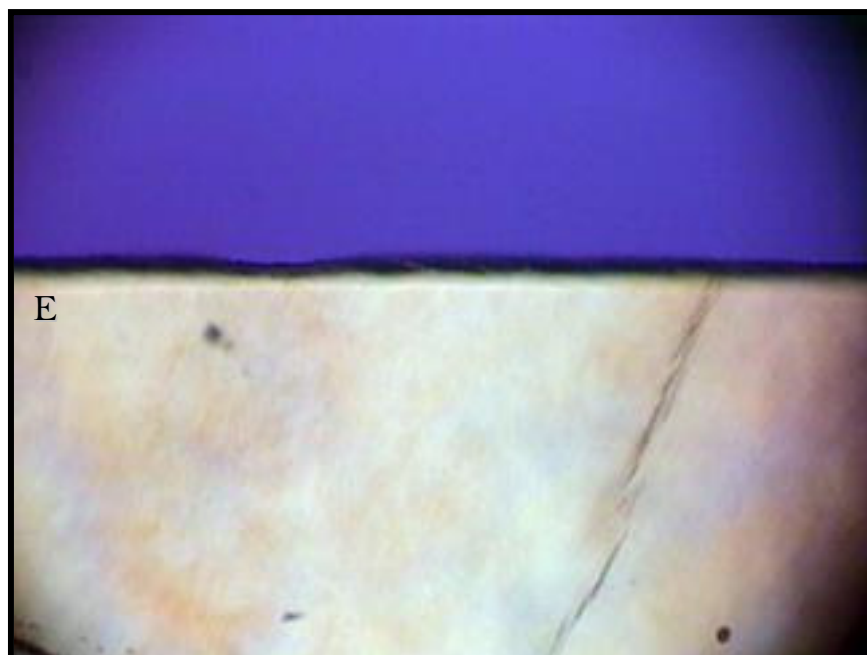


Figura 42 - Imagem em microscopia de luz polarizada para o grupo Opalescence sem irradiação. (E) Esmalte íntegro.

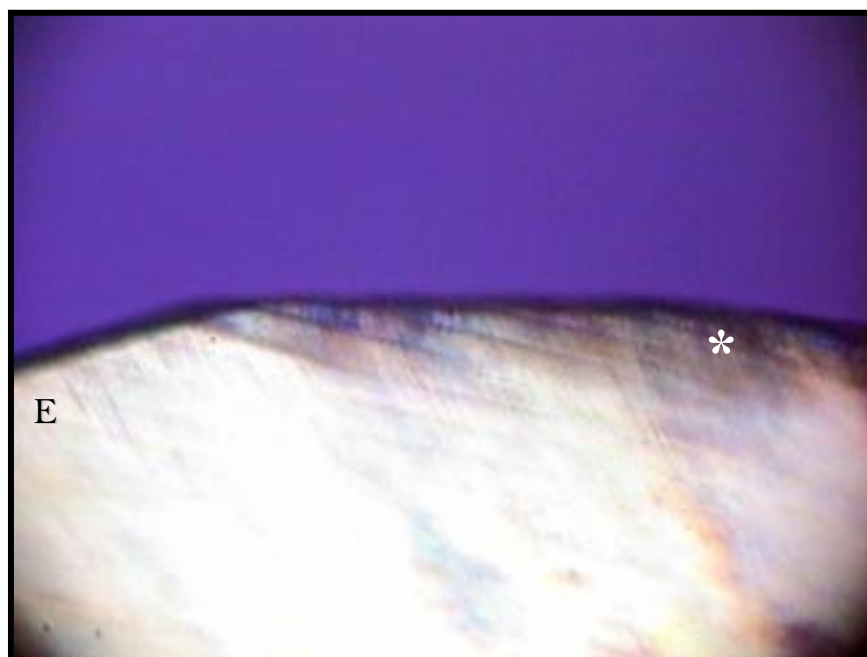


Figura 43 - Imagem em microscopia de luz polarizada para o grupo Opalescence irradiado com Luz Halógena. (E) Esmalte íntegro; (*) Esmalte desmineralizado.



Figura 44 - Imagem em microscopia de luz polarizada para o grupo Opalescence irradiado com LED/Laser Diodo. (E) Esmalte íntegro; (*) Esmalte com leve desmineralização.

6 DISCUSSÃO

O clareamento dentário é um procedimento executado desde o final do século XIX (Dwinelle, 1850). Inicialmente, era um processo empírico realizado através de conhecimentos adquiridos pela experimentação clínica. Substâncias químicas com ação ácida ou oxidante e efeito branqueador, utilizadas em Odontologia ou outras especialidades, eram aplicadas sobre os dentes e os resultados eram relatados à comunidade odontológica. Essas investigações demonstraram o poder clareador do peróxido de hidrogênio, o qual se tornou amplamente utilizado para o clareamento de dentes vitalizados e não-vitalizados (Dah & Pallesen, 2003; Haywood *et al.*, 1990).

Entretanto, naquele período, a reação de clareamento ainda era lenta. Como solução, foi proposto o uso de calor através de espátulas aquecidas e lâmpadas para acelerar o clareamento (Goldstein & Garber, 1996). Dessa forma, a técnica de clareamento de consultório foi desenvolvida, porém sua indicação permaneceu restrita aos dentes com escurecimentos severos ou manchamentos por tetraciclina ou minociclina, em função da sensibilidade trans e pós-operatória e do risco de lesar a polpa dentária pela aplicação do calor (Goldstein & Garber, 1996; Haywood & Heymann, 1996).

Haywood & Heymann, em 1989, introduziram a técnica caseira de clareamento dentário que revolucionou a Odontologia Estética, tornando-a amplamente utilizada por clínicos e requisitada pelos pacientes. A popularidade dessa técnica é devida aos seus grandes índices de sucesso, baixo custo, simplicidade e segurança pelo uso de um agente clareador em baixa concentração e sem a necessidade da aplicação de calor.

Apesar de autores afirmarem ser um procedimento absolutamente seguro (Haywood, 1992; Ritter *et al.*, 2002; Joiner & Thakker, 2004), muitas dúvidas ainda são levantadas a respeito dos possíveis efeitos deletérios e adversos provocados pelos produtos à base de peróxido de hidrogênio e peróxido de carbamida utilizados na remoção de manchas dentais intrínsecas que são

resultado de uma complexa interação física e química entre o dente e o agente causador do manchamento (Nathoo, 1997).

Muitos estudos têm avaliado os efeitos dos agentes clareadores na estrutura dentária, em diferentes concentrações. Os trabalhos analisaram a microdureza, alterações na superfície, conteúdo mineral e resistência a tração (Shanon *et al.*, 1993; Lee *et al.*, 1995; Lewinstein *et al.*, 1994; McCracken & Haywood, 1995; Attin *et al.*, 1997; Potocnik *et al.*, 2000; Cimilli & Pamejeir, 2001; Basting *et al.*, 2003; De Oliveira *et al.*, 2003; Titley *et al.*, 1988; Haywood *et al.*, 1990; Bitter & Sanders, 1993; Zalking *et al.*, 1996; Ernst *et al.*, 1996; Gultz *et al.*, 1999; Hegedüs *et al.*, 1999; Pinto *et al.*, 2004; Cavalli *et al.*, 2004; McCracken & Haywood, 1996; Goo *et al.*, 2004; Park *et al.*, 2004; Lee *et al.*, 2006; Murchinson *et al.*, 1992; Segui & Denry, 1992; Cavalli *et al.*, 2004; Silva *et al.*, 2005; Giannini *et al.*, 2006). Em 1995, Lee *et al.* avaliaram a efetividade e os efeitos superficiais de agentes clareadores à base de peróxido de hidrogênio a 35 e a 50% em fragmentos de esmalte humano. A avaliação da cor e os ensaios de microdureza foram realizados antes e após uma e duas horas de exposição aos agentes clareadores. Os materiais foram capazes de alterar significativamente a cor dos fragmentos, porém essa alteração não foi significativa entre as aplicações. Não foram observadas alterações significativas na microdureza do esmalte.

Lopes *et al.* (2002), após duas semanas de aplicação dos clareadores não encontraram diferenças na microdureza do esmalte dentário tratado com peróxido de carbamida a 10%. Entretanto, este agente foi aplicado por três horas diárias e imerso em saliva artificial por 21 horas, o que pode ter colaborado para remineralização do esmalte. Este mesmo trabalho demonstrou uma queda significativa na microdureza do esmalte, após o tratamento com peróxido de hidrogênio a 3%.

Poucos estudos avaliaram o efeito do tratamento clareador de consultório sobre a microdureza do esmalte dentário (Lee *et al.*, 1995; Lewinstein *et al.*, 1994; Oltu & Gürkan, 2000). Nessa técnica, o agente clareador é aplicado em concentrações mais elevadas e age sobre os dentes que estão isolados do

meio bucal livres da ação protetora da saliva durante o tratamento, tornando-se de extrema importância o uso de um agente clareador com pH neutro.

Os dados de microdureza não é uma informação específica sobre as mudanças estruturais no substrato, sendo um teste comumente utilizado para detectar a desmineralização e remineralização destes substratos. Este estudo avaliou três marcas comerciais de agentes clareadores utilizados em consultório à base de peróxido de hidrogênio a 35%. Verificou-se a diminuição dos valores de dureza após o tratamento clareador (Tabela 2), que corrobora com os achados de outros estudos (Shannon *et al.*, 1993; Lewinstein *et al.* 1994; Basting *et al.*, 2001; Attin *et al.*; 2001; McCracken & Haywood, 1996; Rodrigues *et al.* 2001; Smidt *et al.*, 1998; Pinheiro *et al.*, 1996; Basting *et al.* 2003).

Após a aplicação do agente clareador todos os grupos experimentais sofreram diminuição dos valores de microdureza após o tratamento. Quando foi comparado os grupos tratados com peróxido de hidrogênio à 35% (Pola Office e Opalescence Xtra) associado às diferentes formas de irradiação com o grupo controle, não houve diferença significativa. Somente quando utilizou-se o agente clareador Whiteness HP Maxx irradiado com luz halógena. Comparando os grupos dentro de cada agente clareador e dentro forma de irradiação não foi notada diferença nos valores de microdureza entre os grupos, mostrando que as marcas comerciais dos agentes clareadores e as formas de irradiação não foram fatores determinantes para a alteração dos valores de microdureza, mas sim a exposição ao peróxido de hidrogênio a 35%. Oltu & Gurgan, em 2000, notaram alterações estruturais após o uso de peróxido de carbamida a 35% e Lewinstein *et al.*, em 1994, relataram queda na microdureza, após a aplicação de peróxido de hidrogênio a 30% para uso em consultório após 15 minutos. Em contrapartida, Lee *et al.*, em 1995, não encontraram alterações significativas na microdureza do esmalte após a aplicação de peróxido de hidrogênio a 35 e 50%.

Outros estudos, entretanto, relatam que o peróxido de carbamida a 10% não alterou a microdureza do esmalte (Murchison *et al.*, 1992; Potocnik *et al.*, 2000; Lopes *et al.* 2002). Esta diferença nos resultados pode ser devido aos

diferentes delineamentos dos estudos e materiais utilizados para a realização do clareamento. Alguns estudos utilizam edentador Vickers, outros Knoop, bem como carga e tempo de edentação diferentes. Uma carga maior pode penetrar mais profundamente na camada não afetada pelo clareamento, produzindo resultados similares em esmalte clareado e não clareado. A redução da microdureza pode ser devido ao potencial de desmineralização do agente clareador, por este apresentar baixo pH durante o seu uso (Rodrigues *et al.*, 2001; Frysh *et al.*, 1995).

Efeoglu *et al.* (2006), avaliaram através de tomografia a profundidade de desmineralização do esmalte dentário submetido ao peróxido de carbamida 35%. Notaram que o agente clareador foi capaz de penetrar 250µm em profundidade. Attin *et al.*, em 2005, utilizando o agente clareador Opalescence Quick no esmalte dentário bovino durante 2 horas observaram diminuição dos valores de microdureza Knoop até a profundidade de 700µm.

Este estudo também avaliou a microdureza interna após tratamento clareador em diferentes profundidades para analisar a desmineralização interna do esmalte. Entretanto os resultados mostraram que o grupo controle se comportou da mesma maneira que os grupos tratados. Este comportamento pode ser explicado por que no presente estudo o esmalte permaneceu em contato com o agente clareador por um curto período de tempo (1 sessão apenas), o que pode não ter sido suficiente para alterar a microdureza interna do esmalte. Apesar da alta permeabilidade do esmalte ao peróxido, permitindo sua difusão até a dentina (Haywood & Heymann, 1991), os efeitos dos agentes clareadores foram mostradas serem somente superficiais. Quanto se comparou cada profundidade com o grupo controle em algumas profundidades obteve-se diferença estatisticamente significativa.

Um fator importante a ser analisado sobre os resultados deste estudo é a ausência de saliva artificial. Como foi realizada somente uma sessão de clareamento de consultório durante os ensaios de microdureza inicial e final os espécimes ficaram armazenados em 100% de umidade relativa. Muitos estudos sugerem que a ação da saliva possa reverter a perda mineral causada pelo

tratamento clareador (Akai *et al.*, 2001; Basting *et al.*, 2003; de Oliveira *et al.*, 2003; Flaitz & Hicks, 1996; Leonard Jr *et al.*, 1994). Basting *et al.*, em 2003, encontraram aumento de microdureza em fragmentos de esmalte dentário expostos a sete diferentes tipos de agentes clareadores em um período pós-clareamento de duas semanas de imersão em uma solução remineralizadora semelhante à saliva artificial, demonstrando o possível efeito remineralizador da saliva.

A perda de cálcio do esmalte dentário foi quantificada após o tratamento clareador através da análise da solução de enxágüe com espectrofotometria de absorção atômica, como realizado em estudos anteriores (Cimilli & Pameijer, 2001; Covington *et al.* 1990; Crews *et al.* 1997; Justino *et al.*, 2004; McCracken & Haywood, 1996; Potonick *et al.*, 2000; Rotstein *et al.*, 1996). Os resultados mostraram que todos os agentes clareadores nas diferentes irradiações produziram perda de cálcio no esmalte dentário.

O agente clareador Whiteness HP Maxx quando não foi irradiado produziu a menor perda de cálcio pelo esmalte quando comparado com a irradiação com luz halógena e LED/laser. Este resultado é esperado uma vez que, quando se utiliza irradiação para acelerar ou otimizar os resultados do clareamento pode-se aumentar os danos na estrutura dentária (Arens, 1989; Reyto, 1998; Sun, 2000; Dostolova *et al.*, 2000; Luk *et al.*, 2004). Entretanto, com a utilização dos géis clareadores, Opalescence Xtra e Pola Office, o mesmo não ocorreu. Não houve diferença significativa comparando as formas de irradiação destes géis clareadores. Esses resultados mostram que a interação gel/irradiação para estes agentes clareadores também não foi significativa para a perda de cálcio, isto é, a irradiação neste caso não foi fator determinante para a perda de cálcio e sim o gel clareador. O grupo controle apresentou perda de cálcio, o que não era esperado, uma vez que este grupo não foi submetido a nenhum tipo de tratamento e a coleta para a solução de enxágüe foi realizada da mesma maneira que nos grupos tratados. É possível que a água destilada utilizada para a coleta das soluções tenha ocasionado a perda de cálcio nesses espécimes. O esmalte

polido, com remoção da estrutura superficial pode deixá-lo mais susceptível a desmineralização, mesmo com imersão em água destilada. Os grupos Pola Office sem irradiação, Whiteness HP Maxx irradiado com luz halógena, Opalescence Xtra sem irradiação e com LED/laser diferiram do grupo controle, mostrando que a relação entre a perda de cálcio e o produto clareador foi determinante.

Goo *et al.* (2004) avaliaram através de espectroscopia Raman transformada de Fourier (ERTF), a perda mineral de dentes humanos clareados com peróxido de carbamida 10%. Os dentes foram expostos ao gel clareador por 6 horas diárias durante duas semanas, estes foram comparados com dentes sem tratamento e imersos em água destilada. Antes e após o tratamento clareador, os espécimes foram avaliados no ERTF e mensurada a perda mineral, através da análise do pico do fosfato (PO_4) e do carbonato (CO_3), comparando estes valores. Concluíram que o conteúdo mineral teve uma leve diminuição após o tratamento clareador. Já Park *et al.* (2004) também realizaram análise em espectroscopia Raman transformada de Fourier (ERTF) e verificaram alterações na composição do esmalte bovino submetido a um longo período de clareamento com peróxido de hidrogênio 30%. Os dentes foram submetidos ao clareamento num total de 120 horas de exposição ao peróxido de hidrogênio. Os espectros dos espécimes não clareados e clareados foram obtidos para mensurar os picos do carbonato (CO_3) e fosfato (PO_4) e desta forma verificar se ocorreu perda mineral. Comparando os espectros ERTF dos dentes clareados e não clareados, foram notadas insignificantes alterações. Desta forma, os autores concluíram que o peróxido de hidrogênio 30% não causa alterações no conteúdo mineral do esmalte.

Os resultados do presente estudo quando foram analisadas as concentrações do fosfato e do carbonato nas amostras através de espectroscopia Raman transformada de Fourier (ERTF) corrobora com os estudos citados anteriormente. Não foi encontrada nenhuma alteração significativa antes e depois da exposição do esmalte dentário aos agentes clareadores e nas diferentes formas de irradiação. Este resultado é esperado uma vez que o tempo em que o agente clareador permaneceu em contato com o esmalte, por apenas trinta

minutos (uma sessão clínica), pode não ter causado efeito significativo. Outro fator importante a ser analisado é que a leitura através do ERTF foi feita em apenas um ponto do espécime e não sendo possível fazer a leitura antes e depois do tratamento na mesma localidade. Para que se possa afirmar que realmente não houve alteração na concentração de carbonato e fosfato após o tratamento seria necessário realizar leituras em vários pontos do espécime e se possível que também fossem realizadas as leituras no mesmo ponto, uma vez que o esmalte não é um tecido uniforme.

Vários estudos têm avaliado as alterações na superfície do esmalte após a exposição à agentes clareadores em diferentes concentrações. Haywood *et al.* (1990) avaliaram os efeitos do clareamento caseiro (peróxido de carbamida 10%) no esmalte e não encontraram alterações do esmalte clinicamente pela análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Oltu & Gürgen (2000) testaram o peróxido de carbamida nas concentrações de 10, 16 e 35% através de espectroscopia de absorção infravermelho e difração de raio x e os resultados mostraram que quando utilizaram as concentrações de 10 e 16% não houve efeito na estrutura, entretanto, com a concentração de 35% ocorreu alteração na morfologia superficial.

Pinto *et al.* (2004) avaliaram através de microscopia eletrônica de varredura a morfologia superficial do esmalte dentário humano tratado com seis marcas comerciais de agentes clareadores (Whiteness Perfect – Peróxido de carbamida 10%, Colgate Platinum – peróxido de carbamida 10%, Day White 2Z, peróxido de hidrogênio 7,5%, Whiteness Super – peróxido de carbamida 37%, Opalescence Quick – peróxido de carbamida 35% e Whiteness HP – peróxido de hidrogênio 35%). Alterações morfológicas foram observadas em todas as superfícies tratadas, sendo que a maior alteração ocorreu nas amostras tratadas com o peróxido de hidrogênio 35%. Cavalli *et al.* (2004) avaliaram através de microscopia eletrônica de varredura os efeitos de altas concentrações de peróxido de carbamida, nas concentrações de 35 e 37%, na superfície do esmalte dentário humano. Os achados mostram que o peróxido de carbamida a 35% foi menos

danoso ao esmalte. Quando se utilizou a concentração de 37% maiores alterações foram observadas, além do aumento da porosidade da superfície de esmalte.

No presente estudo foi notado alterações na superfície do esmalte através de microscopia eletrônica de varredura em todos os grupos experimentais como mostram os estudos citados anteriormente. O grupo controle, que não foi exposto ao gel clareador, apresentou uma superfície lisa que corresponde ao esmalte íntegro (Figura 25). Nos espécimes tratados com os diferentes géis e modos de irradiação observamos alterações em todos os grupos. Analisando as alterações causadas pelo Whiteness HP Maxx notamos que os espécimes irradiados com luz halógena foram os que sofreram maior alteração (Figura 26). O mesmo ocorreu com os agentes clareadores Pola Office e Opalescence (Figura 30 e 33).

Estas maiores alterações superfícies associadas ao uso de luz halógena podem ter ocorrido devido ao calor gerado durante o clareamento como foi sugerido por Titley *et al.* (1988). Estes avaliaram através de microscopia eletrônica de varredura o efeito de uma solução de peróxido de hidrogênio a 35% sobre a superfície do esmalte dentário humano após 1, 3, 5, 10, 20 e 60 minutos de exposição. Notaram que, quanto maior era o período de exposição, maior era a formação de porosidades e de um precipitado na superfície do esmalte. Após 60 minutos, a porosidade tornou-se menos aparente devido ao aumento do precipitado. Estes autores sugeriram que, além do tempo de exposição aumentar a formação de porosidades, a aplicação de calor potencializa os efeitos prejudiciais ao esmalte, pois o calor pode levar a solubilização do esmalte.

Zanin & Brugnera, 2004 relatam que a luz azul é mais facilmente absorvida pela cor vermelha do produto. O agente clareador Opalescence Xtra apresenta a coloração avermelhada, desta forma pode-se explicar as maiores alterações superficiais com a utilização do Opalescence irradiado com luz halógena e LED/laser (Figura 34 e 35). A irradiação com luz halógena produziu alterações mais significativas e esta pode ter resultado da interação da coloração

do gel clareador, que conseguiu absorver mais a luz azul com a associação do calor gerado por este equipamento.

As alterações superficiais poderiam ser revertidas caso fossem inseridas em soluções remineralizantes ou saliva humana como mostra o estudo realizado *in vivo* de Türkün *et al.*, em 2002. Através de microscopia eletrônica de varredura, constataram o desaparecimento de porosidades e defeitos na superfície do esmalte dentário humano três meses após o término do tratamento clareador.

A avaliação em microscopia de luz polarizada pode ser considerada quantitativa, além de, ilustrar a perda mineral com imagens (qualitativa). A área de desmineralização ou afetada pode ser calculada e visualizada através dessas imagens obtidas. Entretanto, apresenta limitações, visto que a qualidade da imagem obtida é dependente do método de preparação dos espécimes. A técnica de microscopia de luz polarizada tem sido descrita como complementar, visto que a microdureza Knoop não deve ser substituída (Arends & Bosh, 1992; White *et al.*, 1992; Argenta *et al.*, 2003; Paes Leme *et al.*, 2004; Hara *et al.*, 2004; Lobo *et al.*, 2005; Hara *et al.*, 2005; Liu *et al.*, 2006).

Analisando as imagens em microscopia de luz polarizada podemos observar pequenas regiões de desmineralização em profundidade após o tratamento clareador. O grupo controle como era esperado e como mostrou as outras análises de microscopia eletrônica de varredura, ERTF, microdureza não apresentou nenhum tipo de alteração (Figura 35). O agente clareador Whiteness foi o único em que se visualizou desmineralização em profundidade com as três formas de irradiação (sem irradiação, luz halógena e LED/laser) (Figura 36, 37 e 38). A alteração notada com o não uso de irradiação corrobora com os resultados obtidos para este grupo na microdureza interna, onde nas profundidades de 40, 60, 80, 100, 120, 160 e 180µm apresentaram diferenças estatísticas quando comparadas ao grupo controle. Quando o Whiteness foi irradiado com luz halógena, ao analisarmos em microscopia eletrônica de varredura, notou-se alterações significativas da superfície. Utilizando-se a irradiação com LED/laser

notou-se uma leve alteração morfológica, o que pode ser explicado pelos valores de microdureza interna, onde nas profundidades de 40, 60, 80, 120, 140, 160 e 200µm diferiram estatisticamente do grupo controle.

Entretanto, quando analisamos as imagens em microscopia de luz polarizada para o agente clareador Pola Office, não foi obtido o mesmo padrão encontrado com o uso do Whiteness. Somente a irradiação com LED/Laser promoveu suave desmineralização (Figura 41). Além disso, não foi possível associar as imagens encontradas com os valores de microdureza interna, na qual a maior diminuição de microdureza ocorreu quando o agente clareador foi irradiado com luz halógena. Essa variação pode ter ocorrido devido às diferenças entre a estrutura mineral, principalmente a configuração dos cristais de esmalte (Bitter & Sanders, 1993). Por outro lado, quando o agente Opalescence foi utilizado sob irradiação com luz halógena ou com LED/laser, a análise em microscopia de luz polarizada mostrou desmineralização em profundidade do esmalte dentário. Isso pode ser esperado uma vez que a análise em microscopia eletrônica de varredura demonstrou alterações superficiais mais intensas (Figura 43 e 44).

A utilização do peróxido de hidrogênio a 35% empregado no tratamento clareador em consultório é uma técnica eficaz, mas que requer cautela uma vez que causa alterações na estrutura do esmalte como mostrado no presente estudo. Observou-se alterações no conteúdo mineral pela diminuição significativa dos valores de microdureza, perda de cálcio, desmineralização visualizada em microscopia de luz polarizada e alterações morfológicas na superfície do esmalte visualizadas em microscopia eletrônica de varredura.

7 CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia empregada neste estudo e com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

1. Independentemente do tipo de agente clareador (Whiteness HP Maxx, Pola Office e Opalescence Xtra) e da forma de irradiação (sem irradiação, luz halógena e LED/laser diodo) todos os produtos ocasionaram alterações na estrutura dentária;
2. O conteúdo mineral sofreu alteração significativa analisado através da microdureza superficial e interna após a aplicação dos tratamentos;
3. Os tratamentos clareadores empregados no presente estudo não alteraram a composição química do esmalte humano, pela análise dos picos de Fosfato (PO_4) e Carbonato (CO_3) através de Espectroscopia Raman Transformada de Fourier;
4. O esmalte dentário perdeu cálcio como mostrado na análise da solução de enxágüe através de espectrofotometria de absorção atômica;
5. A utilização do peróxido de hidrogênio a 35% utilizado nas diferentes formas de irradiação promoveu alterações na morfologia do esmalte, como visualizado em microscopia eletrônica de varredura;
6. Foi possível visualizar a perda mineral do esmalte dentário submetido às técnicas de clareamento, utilizando a técnica de microscopia de luz polarizada.

8 REFERÊNCIAS*

1. Ada Council On Scientific Affairs. Laser-Assisted Bleaching: An Update. JADA. 1998; 129:1484-87.
2. Adept Institute. Lightening natural teeth. Adept Report. 1991; 2(1):1-24.
3. Arends J, Tem Bosh JJ. Demineralization and remineralization evaluation techniques. J Dent Res. 1992; 71(spec Issue): 924-928.
4. Argenta RM, Tabchoury CP, Cury JA. A modified pH-cycling model to evaluate fluoride effect on enamel demineralization. Pesqui Odontol Bras. 2003;17(3):241-6.
5. Attin T, Kielbassa AM, Schawanenber M, Hellwig E. The effect of fluoride treatment on remineralization of bleached enamel. J Oral Rehab. 1997; 24(4):282-86.
6. Attin T, Vollmer D, Wiegand A, Attin R, Betke H. Subsurface microhardness of enamel and dentine after different external bleaching procedures. Am J Dent 2005;18:8-12.
7. Baik JM, Rueggeberg FA, Liewer FR. Effect of enhanced bleaching on in vitro surface and intrapulpal temperature rise. J Esthet Rest Dent. 2001; 13(6): 370-78.
8. Baratieri LN *et al*. Clareamento dental. São Paulo: Santos; 1995.
9. Baratieri LN. Odontologia Restauradora: Fundamentos e Possibilidades. 1ed. São Paulo: Santos.
10. Bargui N. Making a clinical decision for vital tooth bleaching: at home or in office? Comp. Cont. Educ. Dent. 1998; 19(8): 831-838.
11. Basting RT, Rodrigues AL Jr, Serra MC. The effects of seven carbamide peroxide bleaching agents on enamel microhardness over time. J Am Dent Assoc 2003;134(1): 1335-42.

* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseadas na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

12. Basting RT, Rodrigues Jr AL, Serra MC. Effects of seven carbamida peroxide bleaching agents on enamel microhardness at different time intervals. *J Am Dent Assoc.* 2003; 134(10):1335-42
13. Ben-Amar A. et al. Effect of mouthguard bleaching on enamel surface. *Am J Dent.* 1995; 8: 29-32.
14. Bergman G. Microscopic demonstration of liquid flow through human dental enamel. *Arch Oral Biol.* 1963; 8: 233-4.
15. Bitter NC, SANDERS JL. The effect of four bleaching agents on the enamel surface: A scanning electron microscopic study. *Quintessence Int.* 1993; 24(11):817-824,.
16. Bitter NC. A scanning electron microscopy study of the effect of bleaching agents on enamel: A preliminary report. *J Prosthet Dent.* 1992; 67(6):852-855.
17. Bradbury S. An Introduction to the Optical Microscopy. Royal Microscopy Society, microscopy Handbooks 01. Oxford Science Publications, 1989.
18. Brudevold F, Seadmanltt, Smith FA. Inorganic and organic components of tooth structure. *Ann N Y Acad Sci.* 1960; 85: 110-32.
19. Burgess JO, Walker RS, Porche CJ, Rappold AJ. Light curing – an update. *Compendium.* 2002; 23(10):889-906.
20. Carlstrom D, Glas JE, Angmar B. Studies on the ultrastructure of dental enamel. V. The state of water in human enamel. *J Ultrastruct Res.* 1963; 8: 24-9.
21. Cavalli V, Arrais CAG, Giannini M, Ambrosano GMB. High-concentrated carbamide peroxide bleachings agents effects on enamel surface. *J Oral Rehabil* 2004; 31: 155-159.
22. Cavalli V, Giannini M, Carvalho RM. Effect of carbamide peroxide bleaching agents on tensile strenght of human enamel. *Dental Materials.* 2004; 20: 733-739.
23. Cavalli V, Reis AF, Giannini M, Ambrosando GM. The effect of elapsed time following bleaching on enamel bond strength of resin composite. *Oper Dent* 2001; 26(6) 597-602.

24. Churella DJ, Copeland TR. Interference of salt matrices in the determination of copper by atomic absorption spectrometry with electrothermal atomization. *Anal Chem.* 1978; 309-314.
25. Cimilli H, Pameijer CH. Effect of carbamide peroxide bleaching agents on the physical properties and chemical composition. *Am J Dent.* 2001; 14: 63-66.
26. Clesceri LSA, Greenberg E, Eaton AD. Standard methods for the examination of wastes and waste water. American Public Health Association, Washington. 1998; 3-55.
27. Conceição EN. *et al.* Dentística – Saúde e Estética. Porto Alegre: Artes Médicas, 2000.
28. Covington JS, Friend GW, Lamoreaux WJ, Perry T. Carbamide peroxide tooth bleaching: Effects on enamel composition and topograph [abstract 530]. *J Dent Res* 1990; 69 (sp issue): 175.
29. Crabb HS, Darling AI. The gradient of mineralization in developing enamel. *Arch Oral Biol.* 1960; 2: 308-18.
30. Crabb HS. The pattern of mineralization of human dental enamel. *Proc R Soc Med.* 1959; 52(2): 118-22.
31. Crews KM, Duncand, Lentz D, Gordy FM. Effect of bleaching agents on chemical composition of enamel. *MDAJ.* 1997; 53(1):20-21.
32. Cubbon T, Ore D. Hard tissue and home tooth whiteners. *CDS Rev.* 1991; 84(5): 32-5.
33. Darling AI, Mortimer KV, Poole DF, Ollis WD. Molecular sieve behaviour of normal and carious human dental enamel. *Arch Oral Biol.* 1961; 5: 251-73.
34. De Oliveira RO, Basting RT, Rodrigues JA, Rodrigues Jr AL, Serra MC. Effects of a carbamide peroxide agent and desensitizing dentifrices on enamel microhardness. *Am J Dent.* 2003.16(2):42-6,
35. Demtröder, W. *Laser Spectroscopy: basic concepts and instrumentation.* Nova York: Springer, 1996.
36. Duke ES. Light-Emitting diodes in composite resin photopolymerization. *Compendium.* 2001; 22(9): 722-25.

37. Dwinelle WW. Ninth Annual Meeting of American Society of Dental Surgeons. Article X. Amer J Dent Sci. 1850; 1: 57-61.
38. Ernst C, Marroquin BB, Willerhausen-Zönnchen B. Effects of hydrogen peroxide-containing bleaching agents on the morphology of human enamel. Quintessence Int. 1996; 27(1):53-56.
39. Estoe JE. The Amino Acid Composition of Proteins from the Oral Tissues – II. The Matrix Proteins in Dentine and Enamel from Developing Human Deciduous Teeth. Arch Oral Biol. 1963; 8: 633-52.
40. Efeoglu N, Wood DJ, Efeoglu C. Thirty-five percent carbamide peroxide application causes in vitro demineralization of enamel. Dental Materials. 2006 In Press
41. Fat JC. Cytotoxicity and dentin permeability of carbamide peroxide and hydrogen peroxide vital bleaching materials, in vitro. [thesis]. University of Michigan; 1991.
42. Featherstone JDB, Duncan JF, Cutress TW. The mechanism for dental caries based on chemical processes and diffusion phenomena during in vitro caries simulation in human tooth enamel. Archs Oral Biol. 1979; 24: 101-12.
43. Featherstone JD, Ten Cate JM, Shariati M, Arends J. Comparison of artificial caries-like lesions by quantitative microradiography and microhardness profiles. Caries Res. 1983;17(5):385-91
44. Fejerskov O, Josephsen K, Nyvad B. Surface ultrastructure of unerupted mature human enamel. Caries Res. 1984; 18:302-14.
45. Flaitz CM, Hicks MJ. Effects of carbamide peroxide whitening agents on enamel surfaces and caries-like lesion formation: an SEM and polarized light microscopy in vitro study. Journal Of Dentistry for Children. 1996; 249-256.
46. Fortuna CR. Clareamento dos dentes vitais com gel de peróxido de carbamida a 10% com carbopol e a possível alteração na força de adesão por cisalhamento de resinas compostas fotopolimerizáveis aplicadas ao esmalte clareado. [dissertação]. São Paulo: USP; 1996.

47. Frank RM, Sognnaes RF. Electron microscopy of matrix formation and calcification in rat enamel. *Arch Oral Biol*. 1960; 1: 339-48.
48. Friedman S, Rotstein I, Libfeld IH, Stabholth A, Healing I. Incidence of external root resorption and esthetic results in 58 bleached pulpless teeth. *Endod Dent Traumatol*. 1988; 4:63-67.
49. Frysh H, Bowles WH, Baker F, Rivere-Hidalgo F, Guillen G. Effect of pH on hydrogen peroxide bleaching agents. *J Esthet Dent*. 1995; 7(3):130-3.
50. Galleti SR. Introdução a microscopia eletrônica. *Biológico*. 2003; 65(1/2): 33-35.
51. Giannini M, Silva AP, Cavalli V, Paes Leme AF. Effect of carbamide peroxide-based bleaching agentes containing fluoride or calcium on tensile strenght of human enamel. *Journal of Applied Oral Science*. 2006; 14(2): 82-7.
52. Goldstein RE, Garber DA. *Complete Dental Bleaching*. Quintessence Publishing Co, 1995.
53. Gomes MJ. A influência da microabrasão do esmalte dental no desenvolvimento de cárie artificial [dissetação]. Piracicaba: UNICAMP/FOP; 2003.
54. Goo D, Kwon T, Nam S, Kim H, Kim K, Kim Y. The efficiency of 10% carbamida peroxide gel on dental enamel. *Dental Materials Journal*. 2004; 23(4): 522-527.
55. Goodman JD, Kaufman HW. Effects of Argon Laser on the Crystalline properties an rate dissolution in acid of tooth enamel in the presence of sodium floride. *J Dent Res*. 1977; 56: (10)1201-1207.
56. Gray JA, Francys MD. Physical chemistry of enamel dissolution. In: Sognnares RF, editor. *Mechanisms of Hard Tissue Destruction*. Washington: AAAS;1963.
57. Gultz J, Kaim J, Scherer W, Gupta H. Two in-office bleaching systems: A scanning electron microscope study. *Compendium, Newton*. 1999; 20(10): 965-969.

58. Gunnar R, Foley DE, Fairhurst CW. Microindentation hardness. J Dent Res. 1961; 40(6):1116-1125.
59. Gwinnett AJ. Normal enamel. I. Quantitative polarized light study. J Dent Res. 1966; 45(1): 120-7.
60. Gwinnett AJ. Normal enamel. II. Qualitative polarized light study. J Dent Res. 1966b; 45(2): 261-5.
61. Gwinnett AJ. Structure and composition of enamel. Oper Dent. 1992; (Suppl 5):10-7.
62. Haines R. Optical Microscopy of Materials. International Textbook Company, Glasgow, 1984
63. Hara AT, Queiroz CS, Freitas PM, Giannini M, Serra MC, Cury JA. Fluoride release and secondary caries inhibition by adhesive systems on root dentine. Eur J Oral Sci. 2005; 113: 245-250.
64. Haywood VB, Heymann HO. Nighthguard vital bleaching: how safe is it? Quintessence Int. 1991; 22(7): 515-523.
65. Haywood VB. History, safety, and effectiveness of current bleaching techniques and applications of nighthguard vital bleaching technique. Quintessence Int. 1992; 23(7): 471-88.
66. Hershey JM, Keliher PN. Observations on arsenic and selenium determinations using hydride generation atomic absorption and/or plasma emission spectrometry. Appl Spectrosc Rev. 1989; 25: 213-228.
67. Hill W, Petrou, V. Detection of caries and composite resin restorations by near-infrared Raman Spectroscopy. Appl Spectrosc. 1997; 51:1265-1268.
68. Hirata R. Clareamento de dentes vitalizados: situação clínica atual. J Bras Odontol Clin. 1997. 1:13-21.
69. Hodge HC. Hardness tests on the teeth. J Dent Res. 1936; 15(5):271-279.
70. Joiner A, Trakker G. In vitro evaluation of a novel 6% hydrogen peroxide tooth whitening product. J Dent. 2004; 32(Suppl 1): 19-25.
71. Junqueira LC, Carneiro J. Histologia básica. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2004.

72. Justino LM, Tames DR, Demarco FF. In situ and in vitro effects of bleaching with carbamida peroxide on human enamel. *Oper Dent*. 2004; 29(2): 219-25.
73. Kaiser ML, Koirtjohann SR, Hinderberger EJ, Taylor HE. Reduction of matrix interferences in furnace atomic absorption with the L'vov platform. *Spectrochim Acta*. 1981; 773-783.
74. Kendall C, Stone N, Shepherd N, Geboes K, Warren B, Bennett R, *et al*. Raman spectroscopy, a potential tool for the objective identification and classification of neoplasia in Barrett's oesophagus. *J Pathol*. 2003; 200: 602-9.
75. Kirchener MT, Edward HGM, Lucy D, Pollard M. Ancient and modern specimens of human teeth: a Fourier Transformed Raman spectroscopy study. *J Raman Spectrosc*. 1997; 28: 171-178.
76. Lee CQ, Cobb CM, Zargartalebi BS, Hu N. Effect of bleaching on microhardness, morfology, and color of enamel. *Gen. Dent*. 1995; 43(2):158-62.
77. Lee KH, Kim KI, Kim KH, Kwon YH. Mineral loss from bovine enamel by a 30% hydrogen peroxide solution. *Journal of Oral Reabilitation*. 2006; 33: 229-233.
78. Leonard Jr RH, Sharma A, Haywood VB. Use of different concentrations of carbamide peroxide for bleaching teeth: an in vitro study. *Quintessence Int*. 1998; 29(8):503-7.
79. Lewinstein I, Hirschfeld Z, Stabhol Z. Effect of hydrogen peroxide and sodium perborate on the dentin. *J Endod, Baltimore*. 1994; 20(2):61-63.
80. Liu JF, Liu Y, Stephen HCY. Optimal Er: YAG laser energy for preventing enamel demineralization. *J Dent*. 2006; 34: 62-66.
81. Lobo MM, Gonçalves RB, Pimenta LAF, Bredan-de-Castro AKB, Pereira PNR. In vitro evaluation of caries inhibition promoted by self-etching adhesives systems containing antibacterial agents. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005; 75(1):122-7.

82. Lopes GC, *et al.* Efeito dos agentes clareadores caseiros na dureza do esmalte. *Pesq Odont Bras.* 2000; 14: 119 (B093).
83. Lynch E. *et al.* Molecular mechanisms of the bleaching actions associated with commercially-available whitening oral health care products. *J. Ir. Dent. Assoc.* 1955; 41(4):94-102.
84. Lyon DG, Darling AI. Orientation of the crystallites in human dental enamel (I). *Br Dent J.* 1957; 102: 483-8.
85. McCracken M, Haywood VB. Effects of 10% carbamide peroxide on subsurface hardness on enamel. *Quintessence Int, Berlin.* 1995; 26:21-4.
86. McCracken MS, Haywood VB. Demineralization effects of 10% carbamide peroxide. *J Dent.* 1996; 24: 395-398.
87. McGuckin R, Thurmond BA, Osovitz S. Enamel shear bond strengths after vital bleaching. *Am J Dent.* 1992; 5: 216-222.
88. McGuckin RS, Babin JF, Meyer BJ. Alterations in human enamel surface morphology following vital bleaching. *J Prosthet Dent.* 1992; 68(11):754-60.
89. Meckel AH, Griebstein WJ, Neal RJ. Structure of mature human dental enamels observed by electron microscopy. *Arch Oral Biol.* 1965; 10(5): 775-83.
90. Mendonça CCL, Paulillo LAMS. Clareamento em dentes vitais: utilização do peróxido de carbamida. *Rev. Bras. Odontol.* 1998; 55(4): 216-221.
91. Meredith N. *et al.* Measurement of the microhardness and Young's modulus of human enamel and dentine using an indentation technique. *Arch Oral Biol.* 1996; 41(6):539-545.
92. Moreno HC, Zahradnik RT. Chemistry of enamel subsurface desmineralization in vitro. *J Dent Res.* 1974; 53: 226-235.
93. Murchison DF, Charlton DG, Moore BK. Carbamide peroxide bleaching: effects on enamel surface hardness and bonding. *Oper Dent.* 1992; 17:181-5.
94. Nathoo SA. The chemistry and mechanisms of extrinsic and intrinsic discoloration. *J Am Dent Assoc.* 1997; 128(Suppl):6S-10S.

95. Nakamura S, Mukai T; Senoh M. Candelacclass high brightness InGaN/ AlGaN double heterostructure blue-light-emitting diodes. *Appl Phys Lett* 1994; 64: 1687-9.
96. Oltu Ü, Gürgan S. Effects of three concentrations of carbamide peroxide on the structure of enamel. *J Oral Rehab*, Oxford, 27(4): 332-40, 2000.
97. Osborn JW. The nature of the Hunter-Schreger bands in enamel. *Arch Oral Biol*. 1965; 10(6): 929-35.
98. Paes Leme AF, Dalcico R, Tabchoury CP, Del Bel Cury AA, Rosalen PL, Cury JA. In situ effect of frequent sucrose exposure on enamel demineralization and on plaque composition after APF application and F dentifrice use. *J Dent Res*. 2004; 83(1):71-5.
99. Papathanasiou A. *et al*. A clinical study evaluation a new chairside and take-home whitening system. *Compendium*. 2001; 22(4): 289-298.
100. Park H, Kwon T, Nam S, Kim H, Kim K, Kim Y. Changes in bovine enamel after treatment with a 30% hydrogen peroxide bleaching agent. *Dental Materials Journal*. 2004; 263(4): 517-521.
101. Pinheiro Jr EC, *et al*. In vitro action of various carbamide peroxide bleaching agentes onthe microhardness of human enamel. *Braz Dent J*. 1996; 7: 75-9.
102. Pinto CF, Oliveira R, Cavalli V, Giannini M. Peroxide bleaching agent effects on enamel surface microhardness, roughness and morphology. *Pesq Odontol Bras*. 2004; 18: 306-311.
103. Poole DF, Tailby PW, Berry DC. The movement of water and other molecules through human enamel. *Arch Oral Biol*. 1963; 38: 771-2.
104. Potocnik I, Kosec L, Gaspersic D. Effect of 10% Carbamide peroxide bleaching gel on enamel microhardness, microstruture, and mineral content. *J Endod*. 2000; 26(4): 203-6.
105. Rehman I, Smith R, Hench LL, Bonfiel W. Structural evaluation of human and sheep bone and comparison with synthetic hydroxyapatite by FT-Raman spectroscopy. *J Biomed Mater Res*. 1995; 29: 1287-1294.

106. Reyto R. Laser tooth whitening. *Dental Clinics of North America*. 1998; 42(4): 755-62.
107. Rodrigues JA, Basting RT, Serra MC, Rodrigues Jr AL. Effects of 10% carbamide peroxide bleaching materials on enamel microhardness. *American Journal of Dentistry*. 2001;14(2).
108. Ronnholm E. The amelogenesis of human teeth as revealed by electron microscopy. II. The development of the enamel crystallites. *J Ultrastruct Res*. 1962; 6: 249-303.
109. Rotstein I, Torek Y, Lewinstein I. Effect of bleaching time and temperature on the radicular penetration of hydrogen peroxide. *Endod. Dent. Traumat*. 1991; 7(5):196-8.
110. Rotstein I, Friedman S. pH variation among materials used for intracoronary bleaching. *J. Endod*. 1991; 17(8): 376-9.
111. Ruse ND, *et al*. Preliminary surface analyses of etched, bleached and normal bovine enamel. *J Dent Res*. 1990; 69: 1610-1613.
112. Sathaiah S, Zângaro RA, Pacheco MTT. Near Infrared Raman studies of CO₂-laser-induced changes in human tooth enamel. Sixteenth Int Conf on Raman Spectroscopy. Am. Heyns Eds. 1998; 782-783.
113. Scott DB, Wyckoff RW. The study of enamel by electron microscopy. *J Am Dent Assoc*. 1952; 44(4): 377-85.
114. Shanon H, Spenser P, Gross K, Tira D. Characterization of enamel exposed to 10% carbamide peroxide bleaching agents. *Quintessence Int*. 1993; 24: 39-44,
115. Sharawy M, Yaeger JA. Esmalte. In: Bhaskar SN. *Histologia e Embriologia de Orban*. São Paulo: Artes Médicas, 1989.
116. Siew C. ADA guidelines for the acceptance of tooth-whitening products. *Compend Contin Educ Dent*. 2000; 28:S44-7.
117. Silva AP, Oliveira R, Cavalli V, Arrais CAG, Giannini M, Carvalho RM. Effect of peroxide-based bleaching agents on enamel ultimate tensile strength. *Operative Dentistry*. 2005; 30(3): 318-324.

118. Skoog AL, Leary JJ. Principles of Instrumental Analysis. USA: Saunders College Publishing, 1992.
119. Smidt A, Weller D, Roma I, Gedalia I. Effect of bleaching agents on microhardness and surface morphology of tooth enamel. *Am J Dent*. 1998; 11(2):83-85.
120. Souza FB, Pacheco MTT, Vila Verde AB, Silveira JR LS, Marcos RL, Lopes-Martins RAB. Avaliação do ácido láctico intramuscular através da espectroscopia Raman: novas perspectivas em medicina do esporte. *Rev. Bras. Med. Esporte*. 2003; 9(6): 388-95.
121. Sun G. The role of lasers in cosmetic dentistry. *Dent Clin North Am*. 2000; 44(4): 831-49.
122. Ten Bosch JJ, Angmar-Mansson B. A review of quantitative methods for studies of mineral content of intra-oral caries lesions. *J Dent Res*. 1991; 70(1): 2-14.
123. Ten Cate AR. Oral histology: development, structure and function. St Louis: Mosby, 1998.
124. Titley K, Torneck CD, Smith D. The effect of concentrated hydrogen peroxide solutions on the surface morphology of human tooth enamel. *J Endod*. 1988; 14(2):69-74.
125. Turkun M, Sevgican F, Pehlivan Y, Aktener BO. Effects of 10% carbamida peroxide on the enamel surface morphology: a scanning electron microscopy study. *J Esthet Restorative Dent*. 2002; 14(4): 238-44.
126. Walsh, A. The application of atomic absorption spectra to chemical analysis *spectochim. Acta*. 1955; 7: 108-117.
127. Welz B, Schelemmer G, Mudakavi R. Palladium – nitrate – magnesium nitrate modifier for electrothermal atomic absorption spectrometry Part 5 - Performance for determination of 21 elements. *J Anal at Spectrom*. 1992; 7: 1257-1271.

128. White DJ, Faller RV, Bowman WD. Demineralization and remineralization evaluation techniques – added consideration. J Dent Res. 1992; 71(Spec Iss): 929-933.
129. White JM, Pelino JEP, Rodrigues RO, Zwhalen BJ, Nguyen MH, Wu EH. Surface and pulpal temperature comparison of tooth whitening using lasers and lights. Prog Biomed Opt. 2000; 1(4): 95-101.
130. Zalkind M, Arwaz, JR, Goldman A, Rotstein I. Surface morphology changes in human enamel, dentin and cementum following bleaching: a scanning electron Microscopy study. Endod Dent Traumatol. 1996; 12(2): 82-88.
131. Zanin F, Brugnera Jr A. Clareamento Dental – com luz – Laser. São Paulo: Santos, 2004
132. Zanin SLB. *et al.* Clareamento dental a laser de argônio em uma única sessão. Revista da APCD. 2002; 56 (supl): 30.

ANEXO A



COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



CERTIFICADO

O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa "**Efeitos de agentes clareadores de alta concentração para tratamento em consultório na microdureza, morfologia e composição química do esmalte humano**", protocolo nº **112/2005**, dos pesquisadores **SANDRINE BITTENCOURT BERGER e MARCELO GIANNINI**, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde – Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 19/10/2005.

The Research Ethics Committee of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that project "**Effects of bleaching agents of high concentration for treatment in office in micro hardness, morphology and chemical composition of the human enamel**", register number **112/2005**, of **SANDRINE BITTENCOURT BERGER and MARCELO GIANNINI**, comply with the recommendations of the National Health Council – Ministry of Health of Brazil for researching in human subjects and was approved by this committee at 19/10/2005.



Cíntia Pereira Machado Tabchoury
 Secretária
 CEP/FOP/UNICAMP



Jacks Jorge Júnior
 Coordenador
 CEP/FOP/UNICAMP

Nota: O título do protocolo aparece como fornecido pelos pesquisadores, sem qualquer edição.
 Notice: The title of the project appears as provided by the authors, without editing.

ANEXO B

Tabela 9 - Valores médios por espécime das edentações de microdureza superficial antes (inicial) e após (final) o tratamento clareador, média por grupo experimental e desvio padrão.

Espécime	Microdureza interna (KHN)																			
	Controle		Whiteness		Whit+Hal		Whit+LED		Pola Office		Pola+Hal		Pola+LED		Opalescence		Opa+Hal		Opa+LED	
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
1	237,0	237,0	310,2	265	285,8	305,8	306,8	300,4	281	224,2	283	265,2	305,2	280,4	309,6	259,6	306,2	303,8	292	282,6
2	302,4	302,4	293,8	272,6	311,6	297,6	308,6	293	302	278,2	324,8	297,2	315,2	297,4	306	236,6	308,4	302,6	296,8	287,2
3	313,8	313,8	319	280	305	296	293	264,4	296	280,6	276	251,6	333,6	270,6	288,2	280,8	321	278	283,6	269,8
4	273,6	273,6	304,6	289,4	301,6	299	299,6	228,2	287	273,6	300	242,8	324,8	311,2	305	248,6	296	272,6	308	243,4
5	300,8	300,8	298,6	289,8	311,4	261,4	317,2	228,2	318,2	297,8	293,2	264,8	319,4	292,4	310,4	248,8	288,2	246	299,8	248,4
6	326,8	326,8	318,8	281	288,2	299,4	328,8	288,8	307	284	321,4	300,4	307,4	273,6	311,6	280,2	313,4	305,4	310	285,2
7	314,4	314,4	273	302,4	305	292,8	276	259,4	299,4	260,6	281,4	277,4	308,2	232,6	266,8	259,6	306,2	251	297,6	248,2
8	307,6	307,6	310,6	290,4	297,8	303,4	329	285,2	284,2	237,2	313,4	319	317,6	310,2	287,6	289,6	327,4	254,6	296,6	250,4
9	277,2	277,2	298,4	303,6	312,4	262	293,6	274,4	329,6	296,4	309,8	278,2	330,6	287,4	312,2	257,2	295,4	268,4	303,4	269,2
10	332,8	332,8	290	266,4	321,2	299,4	287,8	264,6	281,6	265,2	297,8	294,4	316,6	276	277,4	248,4	312,4	280,2	310,8	264,8
Média	307,72	307,72	301,7	284,06	304	291,68	304,04	268,66	298,6	269,78	300,08	279,1	317,86	283,18	297,48	260,94	307,46	276,26	299,86	264,92
DP	20,14	20,14	14,12	13,54	11,08	16,20	17,44	25,18	16,24	23,90	17,03	23,76	9,61	22,82	16,28	17,17	11,98	22,15	8,51	16,62

Tabela 10 - Grupo Controle – Valores de microdureza individuais, % de volume mineral e valores médios da microdureza interna.

Grupo 1	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
G1-1	114	256	195	287	274	254	207	264	184	240
G1-1	266	294	278	297	253	238	269	217	286	280
G1-1	277	277	291	305	255	275	308	316	281	252
Média	219,00	275,67	254,67	296,33	260,67	255,67	261,33	265,67	250,33	257,33
Volume %	74,93	82,69	79,92	85,32	80,72	80,06	80,81	81,39	79,33	80,28
G1-2	234	315	352	334	284	318	326	320	326	295
G1-2	169	363	311	298	329	315	327	272	283	290
G1-2	190	269	348	316	317	303	253	317	297	319
Média	197,67	315,67	337,00	316,00	310,00	312,00	302,00	303,00	302,00	301,33
Volume %	71,76	87,70	90,24	87,74	87,01	87,25	86,03	86,15	86,03	85,94
G1-3	256	273	238	244	228	250	287	249	190	206
G1-3	242	301	277	242	292	275	269	201	189	181
G1-3	210	260	159	177	254	263	267	246	202	191
Média	236,00	278	224,67	221	258,0	262,67	274,33	232	193,67	192,67
Volume %	77,36	83,00	75,75	75,22	80,37	80,99	82,52	76,80	71,14	70,99
G1-4	32,2	289	300	321	300	288	312	325	313	298
G1-4	316	265	309	331	304	300	337	318	270	290
G1-4	299	295	326	348	326	331	260	283	321	305
Média	215,73	283,00	311,67	333,33	310,00	306,33	303,00	308,67	301,33	297,67
Volume %	74,46	83,64	87,21	89,81	87,01	86,56	86,15	86,85	85,94	85,49
G1-5	183	329	346	329	329	329	307	306	262	303
G1-5	214	298	301	321	316	316	311	290	263	306
G1-5	267	313	318	273	338	268	272	240	250	257
Média	221,33	313,33	321,67	307,67	327,67	304,33	296,67	278,67	258,33	288,67
Volume %	75,27	87,42	88,42	86,72	89,14	86,31	85,36	83,08	80,41	84,36
G1-6	289	261	213	283	255	167	241	298	256	306
G1-6	287	285	301	306	274	255	230	203	199	236
G1-6	266	304	304	295	174	278	282	237	246	197
Média	280,67	283,33	272,67	294,67	234,33	233,33	251,00	246,00	233,67	246,33
Volume %	83,34	83,68	82,30	85,11	77,12	76,98	79,42	78,74	77,03	78,79
G1-7	203	190	210	220	189	208	179	164	305	285
G1-7	67,3	103	179	253	191	171	210	327	295	251
G1-7	254	138	219	276	279	230	234	229	295	356
Média	174,77	143,67	202,67	249,67	219,67	203,00	207,67	240,00	298,33	297,33
Volume %	68,15	62,84	72,52	79,24	75,03	72,57	73,27	77,92	85,57	85,45
G1-8	128	194	342	302	273	288	317	314	319	301
G1-8	157	330	277	319	306	338	344	338	310	310
G1-8	145	322	374	370	324	321	322	301	309	331
Média	143,33	282,00	331,00	330,33	301,00	315,67	327,67	317,67	312,67	314,00
Volume %	62,78	83,51	89,53	89,45	85,90	87,70	89,14	87,94	87,33	87,50
G1-9	130	310	346	342	357	303	385	361	337	304
G1-9	124	290	318	321	318	333	367	330	314	344
G1-9	75	161	373	381	359	360	372	358	318	318
Média	109,67	253,67	345,67	348,00	344,67	332,00	374,67	349,67	323,00	322,00
Volume %	56,33	79,79	91,25	91,52	91,13	89,65	94,53	91,71	88,58	88,46
G1-10	138	235	212	186	281	284	164	214	263	270
G1-10	202	207	251	219	238	275	267	235	248	274
G1-10	186	188	191	148	234	239	191	227	199	277
Volume %	69,94	70,26	70,73	63,61	77,08	77,78	70,73	76,09	71,96	82,87
Média	175,33	210,00	218,00	184,33	251,00	266,00	207,33	225,33	236,67	273,67
Média/Grupo	197,35	263,83	281,97	288,13	281,70	279,10	280,57	276,67	271,00	279,10
Média %VM	71,43	80,45	82,79	83,38	83,05	82,58	82,80	82,67	81,33	83,01

Tabela 11 - Whiteness – Valores de microdureza individuais, % de volume mineral e valores médios da microdureza interna.

Grupo 2	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
G2-1	164	157	206	172	166	154	151	123	168	270
G2-1	214	168	176	164	145	153	172	174	245	223
G2-1	217	205	187	181	130	120	205	166	157	183
Média	198,33	176,67	189,67	172,33	147,00	142,33	176,00	154,33	190,00	225,33
Volume %	71,86	68,45	70,52	67,75	63,43	62,60	68,35	64,72	70,57	75,85
G2-2	44,5	119	258	285	284	262	177	119	133	246
G2-2	255	147	260	280	116	264	305	202	264	230
G2-2	274	207	233	291	253	174	247	280	238	164
Média	191,17	157,67	250,33	285,33	217,67	233,33	243,00	200,33	211,67	213,33
Volume %	70,75	65,29	79,33	83,93	74,74	76,98	78,33	72,16	73,86	74,11
G2-3	36,6	62,8	111	232	290	292	284	301	184	269
G2-3	29,7	63	212	274	255	271	270	270	217	206
G2-3	59	89,5	221	273	301	327	308	329	315	345
Média	41,77	71,77	181,33	259,67	282,00	296,67	287,33	300,00	238,67	273,33
Volume %	39,09	47,73	69,20	80,59	83,51	85,36	84,19	85,78	77,73	82,39
G2-4	280	288	176	301	306	236	272	296	290	302
G2-4	277	264	289	276	293	290	321	296	314	307
G2-4	271	282	281	245	288	290	317	322	307	315
Média	276,00	278,00	248,67	274,00	295,67	272,00	303,33	304,67	303,67	308,00
Volume %	82,74	83,00	79,11	82,48	85,24	82,22	86,19	86,36	86,23	86,76
G2-5	244	263	169	239	249	193	241	199	173	170
G2-5	132	218	205	221	245	247	247	234	179	247
G2-5	95,6	266	261	179	248	235	265	220	203	242
Média	157,20	249,00	211,67	213,00	247,33	225,00	251,00	217,67	185,00	219,67
Volume %	65,21	79,15	73,86	74,06	78,93	75,80	79,42	74,74	69,79	75,03
G2-6	137	177	188	180	179	210	178	210	213	239
G2-6	179	204	223	245	202	203	181	164	186	182
G2-6	66,7	191	205	235	239	247	223	210	210	217
Média	127,57	190,67	205,33	220,00	206,67	220,00	194,00	194,67	203,00	212,67
Volume %	59,87	70,68	72,92	75,08	73,12	75,08	71,19	71,29	72,57	74,01
G2-7	183	179	247	223	167	172	185	209	196	150
G2-7	229	164	177	223	223	214	229	237	223	195
G2-7	229	198	167	179	168	151	190	203	163	153
Média	213,67	180,33	197,00	208,33	186,00	179,00	201,33	216,33	194,00	166,00
Volume %	74,15	69,04	71,65	73,37	69,94	68,83	72,31	74,55	71,19	66,70
G2-8	249	239	250	212	212	227	203	198	185	208
G2-8	217	244	219	203	218	262	230	232	212	216
G2-8	180	205	170	195	218	239	247	229	217	185
Média	215,33	229,33	213,00	203,33	216,00	242,67	226,67	219,67	204,67	203,00
Volume %	74,40	76,42	74,06	72,62	74,50	78,28	76,04	75,03	72,82	72,57
G2-9	88,8	245	271	264	276	272	279	254	288	250
G2-9	71	203	266	260	322	237	278	275	255	255
G2-9	39,6	104	196	211	208	251	291	289	281	320
Média	66,47	184,00	244,33	245,00	268,67	253,33	282,67	272,67	274,67	275,00
Volume %	46,36	69,63	78,51	78,61	81,78	79,74	83,59	82,30	82,56	82,61
G2-10	234	202	206	180	183	200	160	197	221	186
G2-10	162	204	199	203	171	222	188	204	195	182
G2-10	158	155	187	229	234	229	208	182	146	190
Média	184,67	187,00	197,33	204,00	196,00	217,00	185,33	194,33	187,33	186,00
Volume %	69,73	70,10	71,70	72,72	71,50	74,64	69,84	71,24	70,15	69,94
Média	167,22	190,44	213,87	228,50	226,30	228,13	235,07	227,47	219,27	228,23
Média %VM	76,91	81,64	86,65	89,25	88,12	90,19	88,50	88,13	86,47	87,60

Tabela 12 - Whiteness + Luz Halógena – Valores de microdureza individuais, % de volume mineral e valores médios da microdureza interna.

Grupo 3	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
G3-1	67,9	238	250	261	240	246	246	239	276	247
G3-1	74,8	79,4	231	271	227	275	273	207	219	247
G3-1	39,7	83,9	228	251	260	260	274	267	240	208
Média	60,80	133,77	236,33	261,00	242,33	260,33	264,33	237,67	245,00	234,00
Volume %	44,83	61,03	77,40	80,77	78,24	80,68	81,21	77,59	78,61	77,08
G3-2	139	241	243	188	207	183	277	246	221	263
G3-2	231	218	185	175	284	236	235	237	246	242
G3-2	96,9	196	233	172	244	244	270	245	236	255
Média	155,63	218,33	220,33	178,33	245,00	221,00	260,67	242,67	234,33	253,33
Volume %	64,94	74,84	75,13	68,72	78,61	75,22	80,72	78,28	77,12	79,74
G3-3	46,9	257	222	307	290	218	247	303	212	205
G3-3	116	152	276	308	189	294	230	253	249	245
G3-3	155	183	205	239	264	286	186	277	163	213
Média	105,97	197,33	234,33	284,67	247,67	266,00	221,00	277,67	208,00	221,00
Volume %	55,56	71,70	77,12	83,85	78,97	81,43	75,22	82,95	73,32	75,22
G3-4	107	269	310	268	264	251	262	270	271	235
G3-4	56,6	239	298	250	237	280	274	274	275	271
G3-4	39,2	84,4	255	265	272	232	246	253	279	237
Média	67,60	197,47	287,67	261,00	257,67	254,33	260,67	265,67	275,00	247,67
Volume %	46,65	71,72	84,23	80,77	80,32	79,88	80,72	81,39	82,61	78,97
G3-5	76,2	290	332	306	248	284	332	334	309	306
G3-5	90,9	246	315	321	241	353	319	313	312	312
G3-5	82,9	222	325	323	316	311	306	314	308	292
Média	83,33	252,67	324,00	316,67	268,33	316,00	319,00	320,33	309,67	303,33
Volume %	50,55	79,65	88,70	87,82	81,74	87,74	88,10	88,26	86,97	86,19
G3-6	46,6	82,6	250	228	255	283	288	281	270	251
G3-6	32,9	244	282	282	291	191	250	275	264	246
G3-6	30,6	54,5	128	180	194	199	247	250	278	297
Média	36,70	127,03	220,00	230,00	246,67	224,33	261,67	268,67	270,67	264,67
Volume %	37,35	59,76	75,08	76,51	78,83	75,70	80,86	81,78	82,04	81,25
G3-7	200	237	215	226	280	174	251	266	170	254
G3-7	126	211	220	257	284	207	320	289	324	266
G3-7	211	263	209	274	264	209	292	306	271	284
Média	179,00	237,00	214,67	252,33	276,00	196,67	287,67	287,00	255,00	268,00
Volume %	68,83	77,50	74,30	79,61	82,74	71,60	84,23	84,15	79,97	81,69
G3-8	135	271	277	305	249	181	298	257	310	269
G3-8	129	149	292	299	306	341	323	305	305	294
G3-8	260	279	284	284	251	309	321	301	217	288
Média	174,67	233,00	284,33	296,00	268,67	277,00	314,00	287,67	277,33	283,67
Volume %	68,13	76,94	83,81	85,28	81,78	82,87	87,50	84,23	82,91	83,72
G3-9	89	231	271	261	192	185	235	212	256	251
G3-9	233	190	212	189	274	217	193	220	204	192
G3-9	92,3	181	247	241	218	241	232	238	217	239
Média	138,10	200,67	243,33	230,33	228,00	214,33	220,00	223,33	225,67	227,33
Volume %	61,83	72,21	78,38	76,56	76,23	74,25	75,08	75,56	75,90	76,13
G3-10	223	203	205	192	251	184	231	166	257	201
G3-10	234	194	203	209	174	216	216	209	171	169
G3-10	151	183	227	158	174	197	216	180	146	210
Média	202,67	193,33	211,67	186,33	199,67	199,00	221,00	185,00	191,33	193,33
Volume %	72,52	71,09	73,86	70,00	72,06	71,96	75,22	69,79	70,78	71,09
Média	120,45	199,06	247,67	249,67	248,00	242,90	263,00	259,57	249,20	249,63
Média %VM	70,14	83,87	92,58	90,62	91,71	90,84	95,46	91,92	91,08	91,33

Tabela 13 - Whiteness + LED/Laser – Valores de microdureza individuais, % de volume mineral e valores médios da microdureza interna.

Grupo 4	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
G4-1	216	236	214	214	184	185	180	193	194	206
G4-1	222	191	108	224	151	186	207	195	213	207
G4-1	244	213	208	237	199	157	235	247	225	204
Média	227,33	213,33	176,67	225,00	178,00	176,00	207,33	211,67	210,67	205,67
Volume %	76,13	74,11	68,45	75,80	68,67	68,35	73,22	73,86	73,71	72,97
G4-2	87,4	197	226	243	233	216	203	207	258	225
G4-2	79,7	238	321	260	252	264	249	180	241	184
G4-2	81,1	231	234	231	246	273	243	240	247	247
Média	82,73	222,00	260,33	244,67	243,67	251,00	231,67	209,00	248,67	218,67
Volume %	50,41	75,37	80,68	78,56	78,42	79,42	76,75	73,46	79,11	74,89
G4-3	136	263	276	253	295	285	297	284	275	287
G4-3	93,3	188	237	256	247	274	258	218	230	248
G4-3	134	269	268	247	242	205	238	273	290	282
Média	121,10	240,00	260,33	252,00	261,33	254,67	264,33	258,33	265,00	272,33
Volume %	58,62	77,92	80,68	79,56	80,81	79,92	81,21	80,41	81,30	82,26
G4-4	97,9	188	189	208	230	241	228	243	251	264
G4-4	130	184	252	147	235	198	211	210	238	247
G4-4	118	197	213	209	187	165	239	218	253	193
Média	115,30	189,67	218,00	188,00	217,33	201,33	226,00	223,67	247,33	234,67
Volume %	57,47	70,52	74,79	70,26	74,69	72,31	75,94	75,61	78,93	77,17
G4-5	242	153	191	225	195	228	203	226	242	235
G4-5	237	217	234	158	213	164	233	225	190	185
G4-5	191	188	247	204	227	203	168	189	155	167
Média	223,33	186,00	224,00	195,67	211,67	198,33	201,33	213,33	195,67	195,67
Volume %	75,56	69,94	75,66	71,45	73,86	71,86	72,31	74,11	71,45	71,45
G4-6	111	141	109	181	226	167	213	168	167	210
G4-6	167	168	167	232	222	180	147	185	249	244
G4-6	251	181	136	222	257	168	200	192	243	193
Média	176,33	163,33	137,33	211,67	235,00	171,67	186,67	181,67	219,67	215,67
Volume %	68,40	66,25	61,69	73,86	77,22	67,64	70,05	69,26	75,03	74,45
G4-7	196	151	206	199	222	225	130	162	197	168
G4-7	236	176	198	214	215	215	202	197	177	191
G4-7	145	245	222	189	184	131	127	130	249	179
Média	192,33	190,67	208,67	200,67	207,00	190,33	153,00	163,00	207,67	179,33
Volume %	70,93	70,68	73,41	72,21	73,17	70,62	64,49	66,20	73,27	68,88
G4-8	268	148	318	287	269	284	276	280	291	275
G4-8	268	295	277	186	274	300	195	201	177	174
G4-8	209	210	141	269	253	269	264	209	256	269
Média	248,33	217,67	245,33	247,33	265,33	284,33	245,00	230,00	241,33	239,33
Volume %	79,06	74,74	78,65	78,93	81,34	83,81	78,61	76,51	78,10	77,82
G4-9	269	175	143	171	259	208	281	176	302	291
G4-9	271	150	264	286	313	317	193	209	266	146
G4-9	280	301	308	300	234	337	172	159	268	228
Média	273,33	208,67	238,33	252,33	268,67	287,33	215,33	181,33	278,67	221,67
Volume %	82,39	73,41	77,68	79,61	81,78	84,19	74,40	69,20	83,08	75,32
G4-10	47,2	85,2	285	341	366	315	355	308	232	230
G4-10	51,8	78,1	196	269	286	277	285	307	315	322
G4-10	38,5	78,1	238	309	322	312	310	286	292	285
Média	45,83	80,47	239,67	306,33	324,67	301,33	316,67	300,33	279,67	279,00
Volume %	40,41	49,87	77,87	86,56	88,78	85,94	87,82	85,82	83,21	83,12
Média	170,60	191,18	220,87	232,37	241,27	231,63	224,73	217,23	239,43	226,20
Média %VM	66,48	73,34	91,14	98,66	101,46	97,95	98,36	95,90	97,36	95,42

Tabela 14 - Pola Office – Valores de microdureza individuais, % de volume mineral e valores médios da microdureza interna.

Grupo 5	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
G5-1	203	213	218	205	204	217	138	183	182	174
G5-1	106	183	201	204	201	210	190	152	183	184
G5-1	192	190	198	217	212	198	174	172	173	156
Média	167,00	195,33	205,67	208,67	205,67	208,33	167,33	169,00	179,33	171,33
Volume %	66,87	71,40	72,97	73,41	72,97	73,37	66,92	67,20	68,88	67,58
G5-2	191	243	253	249	249	227	263	252	255	184
G5-2	268	168	101	275	269	293	175	257	258	238
G4-2	251	296	299	182	225	274	274	256	286	196
Média	236,67	235,67	217,67	235,33	247,67	264,67	237,33	255,00	266,33	206,00
Volume %	77,45	77,31	74,74	77,26	78,97	81,25	77,54	79,97	81,47	73,02
G5-3	164	173	208	145	220	188	184	175	165	189
G5-3	181	204	238	229	179	130	172	144	215	165
G5-3	115	191	182	159	182	182	150	187	199	226
Média	153,33	189,33	209,33	177,67	193,67	166,67	168,67	168,67	193,00	193,33
Volume %	64,55	70,47	73,51	68,62	71,14	66,81	67,14	67,14	71,04	71,09
G5-4	98,7	236	261	188	208	217	226	253	296	274
G5-4	169	266	218	210	243	264	298	218	201	219
G5-4	57,1	123	233	231	228	264	267	200	211	224
Média	108,27	208,33	237,33	209,67	226,33	248,33	263,67	223,67	236,00	239,00
Volume %	56,04	73,37	77,54	73,56	75,99	79,06	81,12	75,61	77,36	77,78
G5-5	120	207	245	217	266	257	248	207	170	239
G5-5	97,9	206	230	237	237	218	220	239	221	224
G5-5	88,8	220	211	189	267	265	192	195	228	244
Média	102,23	211,00	228,67	214,33	256,67	246,67	220,00	213,67	206,33	235,67
Volume %	54,78	73,76	76,32	74,25	80,19	78,83	75,08	74,15	73,07	77,31
G5-6	208	202	281	102	301	283	215	204	294	194
G5-6	290	256	263	263	283	291	291	309	231	266
G5-6	270	272	221	289	289	289	251	313	208	283
Média	256,00	243,33	255,00	218,00	291,00	287,67	252,33	275,33	244,33	247,67
Volume %	80,10	78,38	79,97	74,79	84,65	84,23	79,61	82,65	78,51	78,97
G5-7	106	270	289	271	270	255	230	259	268	278
G5-7	110	248	273	269	277	283	281	283	251	270
G5-7	125	231	243	252	267	283	284	265	243	257
Média	113,67	249,67	268,33	264,00	271,33	273,67	265,00	269,00	254,00	268,33
Volume %	57,14	79,24	81,74	81,17	82,13	82,43	81,30	81,83	79,83	81,74
G5-8	69,7	209	263	299	284	267	252	238	282	297
G5-8	137	203	276	261	266	251	267	229	249	262
G5-8	75,9	247	237	260	271	244	256	292	240	300
Média	94,20	219,67	258,67	273,33	273,67	254,00	258,33	253,00	257,00	286,33
Volume %	53,03	75,03	80,46	82,39	82,43	79,83	80,41	79,70	80,23	84,06
G5-9	252	197	252	278	184	266	246	258	252	194
G5-9	271	228	191	262	282	305	273	254	246	249
G5-9	268	246	272	249	293	265	276	275	246	319
Média	263,67	223,67	238,33	263,00	253,00	278,67	265,00	262,33	248,00	254,00
Volume %	81,12	75,61	77,68	81,03	79,70	83,08	81,30	80,95	79,02	79,83
G5-10	208	175	230	255	299	150	179	235	244	258
G5-10	102	218	177	266	202	266	249	215	214	251
G5-10	236	143	220	136	197	190	202	216	209	224
Média	182,00	178,67	209,00	219,00	232,67	202,00	210,00	222,00	222,33	244,33
Volume %	69,31	68,78	73,46	74,93	76,89	72,41	73,61	75,37	75,42	78,51
Média	167,70	215,47	232,80	228,30	245,17	243,07	230,77	231,17	230,67	234,60
Média %VM	77,31	85,32	90,39	90,55	94,08	91,09	90,04	91,12	91,17	93,57

Tabela 15 - Pola Office + Luz Halógena – Valores de microdureza individuais, % de volume mineral e valores médios da microdureza interna.

Grupo 6	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
G6-1	131	244	263	278	273	291	237	257	254	222
G6-1	91,7	220	256	256	275	281	278	295	284	305
G6-1	95,3	201	282	294	266	266	264	254	290	278
Média	106,00	221,67	267,00	276,00	271,33	279,33	259,67	268,67	276,00	268,33
Volume %	55,57	75,32	81,56	82,74	82,13	83,17	80,59	81,78	82,74	81,74
G6-2	203	133	160	166	181	161	122	220	233	150
G6-2	142	143	158	162	197	143	179	166	183	217
G6-2	112	221	160	161	202	207	175	164	140	206
Média	152,33	165,67	159,33	163,00	193,33	170,33	158,67	183,33	185,33	191,00
Volume %	64,37	66,65	65,58	66,20	71,09	67,42	65,46	69,52	69,84	70,73
G6-3	176	204	251	248	247	256	227	228	198	262
G6-3	279	275	215	205	206	225	214	219	131	194
G6-3	278	190	185	249	220	220	242	251	240	225
Média	244,33	223,00	217,00	234,00	224,33	233,67	227,67	232,67	189,67	227,00
Volume %	78,51	75,51	74,64	77,08	75,70	77,03	76,18	76,89	70,52	76,09
G6-4	151	206	251	207	248	247	263	292	290	277
G6-4	265	204	202	216	219	203	244	247	242	235
G6-4	223	235	147	257	266	209	197	243	232	248
Média	213,00	215,00	200,00	226,67	244,33	219,67	234,67	260,67	254,67	253,33
Volume %	74,06	74,35	72,11	76,04	78,51	75,03	77,17	80,72	79,92	79,74
G6-5	135	124	193	179	201	249	231	231	195	174
G6-5	221	211	222	238	258	229	224	214	208	223
G6-5	211	240	225	238	228	258	235	220	239	180
Média	189,00	191,67	213,33	218,33	229,00	245,33	230,00	221,67	214,00	192,33
Volume %	70,42	70,83	74,11	74,84	76,37	78,65	76,51	75,32	74,20	70,93
G6-6	120	127	219	162	244	225	225	225	257	241
G6-6	94,5	239	202	218	239	253	234	173	166	243
G6-6	34,2	79,8	246	246	232	223	238	221	247	252
Média	82,90	148,60	222,33	208,67	238,33	233,67	232,33	206,33	223,33	245,33
Volume %	50,45	63,72	75,42	73,41	77,68	77,03	76,84	73,07	75,56	78,65
G6-7	233	260	173	206	288	249	221	217	213	211
G6-7	266	245	186	165	210	189	207	185	130	220
G6-7	147	169	253	199	158	203	210	207	232	213
Média	215,33	224,67	204,00	190,00	218,67	213,67	212,67	203,00	191,67	214,67
Volume %	74,40	75,75	72,72	70,57	74,89	74,15	74,01	72,57	70,83	74,30
G6-8	223	246	229	246	241	229	181	290	145	275
G6-8	228	204	258	277	268	246	282	309	310	284
G6-8	249	177	245	246	167	278	228	233	306	257
Média	233,33	209,00	244,00	256,33	225,33	251,00	230,33	277,33	253,67	272,00
Volume %	76,98	73,46	78,47	80,14	75,85	79,42	76,56	82,91	79,79	82,22
G6-9	21,6	72,9	184	229	208	196	194	210	259	255
G6-9	66,2	165	168	249	250	256	226	266	222	220
G6-9	138	132	250	191	230	224	162	259	168	197
Média	75,27	123,30	200,67	223,00	229,33	225,33	194,00	245,00	216,33	224,00
Volume %	48,61	59,05	72,21	75,51	76,42	75,85	71,19	78,61	74,55	75,66
G6-10	73,9	107	237	231	213	227	256	280	277	281
G6-10	58	91	219	226	261	251	251	264	213	172
G6-10	180	196	213	215	246	217	245	234	268	275
Média	103,97	131,33	223,00	224,00	240,00	231,67	250,67	259,33	252,67	242,67
Volume %	55,14	60,58	75,51	75,66	77,92	76,75	79,38	80,55	79,65	78,28
Média	161,55	185,39	215,07	222,00	231,40	230,37	223,07	235,80	225,73	233,07
Média %VM	69,73	76,60	88,98	90,05	92,86	91,94	92,52	95,07	93,06	93,27

Tabela 16 - Pola Office + LED/Laser – Valores de microdureza individuais, % de volume mineral e valores médios da microdureza interna.

Grupo 7	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
G7-1	29,5	65,8	109	206	187	215	224	202	131	187
G7-1	152	110	227	233	173	205	215	212	179	159
G7-1	40	80	171	216	216	216	218	179	204	185
Média	60,38	85,27	169,00	218,33	192,00	212,00	219,00	197,67	171,33	177,00
Volume %	44,71	51,01	67,20	74,84	70,88	73,91	74,93	71,76	67,58	68,51
G7-2	72,3	200	216	215	220	219	229	219	201	202
G7-2	91,5	206	221	201	218	200	208	208	198	214
G7-2	188	207	225	192	229	228	229	217	231	233
Média	117,27	204,33	220,67	202,67	222,33	215,67	222,00	214,67	210,00	216,33
Volume %	57,86	72,77	75,18	72,52	75,42	74,45	75,37	74,30	73,61	74,55
G7-3	55,3	194	237	250	260	249	253	240	262	267
G7-3	38,4	230	242	226	264	259	265	265	263	264
G7-3	23,6	220	283	293	292	305	242	262	275	279
Média	39,10	214,67	254,00	256,33	272,00	271,00	253,33	255,67	266,67	270,00
Volume %	38,19	74,30	79,83	80,14	82,22	82,09	79,74	80,06	81,52	81,96
G7-4	39,2	34	99,8	184	154	155	129	245	241	234
G7-4	30,5	43,9	85,7	130	211	235	191	147	233	257
G7-4	34,2	79,8	246	246	232	223	238	221	247	252
Média	34,63	52,57	143,83	186,67	199,00	204,33	186,00	204,33	240,33	247,67
Volume %	36,61	42,48	62,87	70,05	71,96	72,77	69,94	72,77	77,96	78,97
G7-5	38,1	218	208	204	262	172	234	239	279	231
G7-5	77,4	207	224	221	257	205	251	258	228	241
G7-5	65,1	76,9	222	268	259	268	281	248	253	254
Média	60,20	167,30	218,00	231,00	259,33	215,00	255,33	248,33	253,33	242,00
Volume %	44,66	66,92	74,79	76,65	80,55	74,35	80,01	79,06	79,74	78,19
G7-6	123	279	222	303	300	280	280	240	261	300
G7-6	50,1	150	300	293	266	290	283	319	277	278
G7-6	25,4	75,2	206	295	313	305	305	305	305	311
Média	66,17	168,07	242,67	297,00	293,00	291,67	289,33	288,00	281,00	296,33
Volume %	46,28	67,05	78,28	85,40	84,90	84,74	84,44	84,27	83,38	85,32
G7-7	51,8	95,2	197	215	279	286	302	287	297	299
G7-7	19,3	87,4	260	273	262	219	267	288	278	282
G7-7	49,3	84,5	188	247	236	247	242	260	238	257
Média	40,13	89,03	215,00	245,00	259,00	250,67	270,33	278,33	271,00	279,33
Volume %	38,54	51,87	74,35	78,61	80,50	79,38	82,00	83,04	82,09	83,17
G7-8	241	277	204	165	264	265	253	221	130	256
G7-8	244	179	250	278	182	252	297	276	270	261
G7-8	242	234	236	211	284	221	247	247	222	232
Média	242,33	230,00	230,00	218,00	243,33	246,00	265,67	248,00	207,33	249,67
Volume %	78,24	76,51	76,51	74,79	78,38	78,74	81,39	79,02	73,22	79,24
G7-9	52,32	96,15	198,97	217,15	281,79	288,86	305,02	289,87	299,97	301,99
G7-9	19,49	88,27	262,60	275,73	264,62	221,19	269,67	290,88	280,78	284,82
G7-9	52,79	88,35	192,88	252,47	241,36	252,47	247,42	265,60	243,38	262,57
Média	41,53	90,92	218,15	248,45	262,59	254,17	274,04	282,12	274,71	283,13
Volume %	39,01	52,30	74,81	79,08	80,98	79,85	82,48	83,52	82,57	83,65
G7-10	246,41	282,77	209,04	169,65	269,64	270,65	258,53	226,21	134,3	261,56
G7-10	251,44	182,79	254,5	282,78	256,52	256,52	301,97	280,76	274,7	265,61
G7-10	246,42	238,34	240,36	215,11	288,84	225,21	251,47	251,47	226,22	236,32
Média	248,09	234,63	234,63	222,51	248,10	250,79	270,66	252,81	211,74	254,50
Volume %	79,03	77,17	77,17	75,44	79,03	79,40	82,04	79,67	73,87	79,90
Média	82,53	151,40	211,65	231,88	242,50	238,29	245,13	241,88	237,63	247,29
Média/geral	67,32	82,77	102,55	106,02	112,98	113,93	120,28	121,26	118,59	124,30
Média %VM	67,32	82,77	102,55	106,02	112,98	113,93	120,28	121,26	118,59	124,30

Tabela 17 - Opalescence – Valores de microdureza individuais, % de volume mineral e valores médios da microdureza interna.

Grupo 8	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
G8-1	35,3	238	148	194	235	142	192	199	194	171
G8-1	83,1	141	217	214	141	195	202	184	186	191
G8-1	39,1	76,6	235	236	208	211	182	199	201	192
Média	52,50	151,87	200,00	214,67	194,67	182,67	192,00	194,00	193,67	184,67
Volume %	42,46	64,29	72,11	74,30	71,29	69,42	70,88	71,19	71,14	69,73
G8-2	37,6	85,9	129	217	221	223	247	224	223	228
G8-2	217	213	195	221	239	213	201	226	230	202
G8-2	26,2	44	223	243	242	247	226	250	234	227
Média	93,60	114,30	182,33	227,00	234,00	227,67	224,67	233,33	229,00	219,00
Volume %	52,90	57,27	69,36	76,09	77,08	76,18	75,75	76,98	76,37	74,93
G8-3	221	212	208	197	201	253	256	229	244	234
G8-3	219	161	223	221	221	212	223	223	161	163
G8-3	186	166	232	232	253	195	208	243	204	194
Média	208,67	179,67	221,00	216,67	225,00	220,00	229,00	231,67	203,00	197,00
Volume %	73,41	68,94	75,22	74,59	75,80	75,08	76,37	76,75	72,57	71,65
G8-5	211	205	223	237	216	233	228	216	236	238
G8-5	198	200	271	163	242	207	186	259	183	184
G8-5	145	207	155	226	199	198	187	217	165	210
Média	184,67	204,00	216,33	208,67	219,00	212,67	200,33	230,67	194,67	210,67
Volume %	69,73	72,72	74,55	73,41	74,93	74,01	72,16	76,61	71,29	73,71
G8-6	219	219	220	259	247	239	241	226	227	241
G8-6	131	223	251	233	222	220	193	235	255	256
G8-6	114	250	258	267	230	278	286	238	214	211
Média	154,67	230,67	243,00	253,00	233,00	245,67	240,00	233,00	232,00	236,00
Volume %	64,78	76,61	78,33	79,70	76,94	78,70	77,92	76,94	76,80	77,36
G8-7	26,3	159	227	206	185	161	204	182	190	221
G8-7	23,2	75,5	222	200	278	295	310	289	282	217
G8-7	64	95,1	200	261	253	252	256	285	277	272
Média	37,83	109,87	216,33	222,33	238,67	236,00	256,67	252,00	249,67	236,67
Volume %	37,75	56,37	74,55	75,42	77,73	77,36	80,19	79,56	79,24	77,45
G8-8	47,3	83,1	242	283	280	301	268	279	282	270
G8-8	39,7	252	296	248	264	260	243	242	262	272
G8-8	64,2	246	247	226	278	246	247	247	238	216
Média	50,40	193,70	261,67	252,33	274,00	269,00	252,67	256,00	260,67	252,67
Volume %	41,83	71,15	80,86	79,61	82,48	81,83	79,65	80,10	80,72	79,65
G8-9	240	239	245	254	244	216	191	254	242	232
G8-9	228	162	2189	200	249	238	187	174	242	264
G8-9	255	187	236	188	215	286	255	235	236	237
Média	241,00	196,00	890,00	214,00	236,00	246,67	211,00	221,00	240,00	244,33
Volume %	78,05	71,50	139,58	74,20	77,36	78,83	73,76	75,22	77,92	78,51
G8-10	92,4	215	242	247	197	223	184	220	238	248
G8-10	131	230	215	245	232	203	206	216	222	238
G8-10	88,1	222	227	241	186	204	231	269	248	190
Média	103,83	222,33	228,00	244,33	205,00	210,00	207,00	235,00	236,00	225,33
Volume %	55,12	75,42	76,23	78,51	72,87	73,61	73,17	77,22	77,36	75,85
Média	125,24	178,04	295,41	228,11	228,81	227,81	223,70	231,85	226,52	222,93
Média %VM	58,47	80,12	95,26	93,17	91,86	94,14	95,37	100,84	102,21	102,83

Tabela 18 - Opalescence + Luz Halógena – Valores de microdureza individuais, % de volume mineral e valores médios da microdureza interna.

Grupo 9	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
G9-1	69,5	63,5	165	178	218	219	219	218	216	231
G9-1	49	69,8	174	196	199	217	211	196	207	214
G9-1	55,7	68,7	140	161	204	155	190	187	194	191
Média	58,07	67,33	159,67	178,33	207,00	197,00	206,67	200,33	205,67	212,00
Volume %	44,07	46,58	65,63	68,72	73,17	71,65	73,12	72,16	72,97	73,91
G9-2	68,4	110	207	213	216	231	223	254	207	227
G9-2	61	76	192	235	212	237	229	238	228	221
G9-2	50,3	73	124	212	213	207	214	223	258	259
Média	59,90	86,33	174,33	220,00	213,67	225,00	222,00	238,33	231,00	235,67
Volume %	44,58	51,25	68,08	75,08	74,15	75,80	75,37	77,68	76,65	77,31
G9-3	161	171	192	141	158	189	160	194	189	189
G9-3	136	225	164	165	201	207	208	198	157	221
G9-3	156	178	195	149	170	201	159	225	256	168
Média	151,00	191,33	183,67	151,67	176,33	199,00	175,67	205,67	200,67	192,67
Volume %	64,14	70,78	69,58	64,26	68,40	71,96	68,29	72,97	72,21	70,99
G9-4	104	193	139	206	194	135	199	184	163	255
G9-4	88	131	166	207	192	199	248	194	258	215
G9-4	154	162	164	162	155	149	159	162	207	204
Média	115,33	162,00	156,33	191,67	180,33	161,00	202,00	180,00	209,33	224,67
Volume %	57,48	66,03	65,06	70,83	69,04	65,86	72,41	68,99	73,51	75,75
G9-5	80	245	198	200	218	277	269	241	241	242
G9-5	107	242	227	223	253	209	215	267	259	216
G9-5	229	215	247	257	233	219	250	291	212	247
Média	138,67	234,00	224,00	226,67	234,67	235,00	244,67	266,33	237,33	235,00
Volume %	61,94	77,08	75,66	76,04	77,17	77,22	78,56	81,47	77,54	77,22
G9-6	44,5	52,6	95,5	174	201	181	219	245	239	237
G9-6	35,2	77,8	177	168	180	194	212	245	245	246
G9-6	28,2	46,3	83,2	168	217	174	182	218	205	170
Média	35,97	58,90	118,57	170,00	199,33	183,00	204,33	236,00	229,67	217,67
Volume %	37,09	44,30	58,12	67,37	72,01	69,47	72,77	77,36	76,47	74,74
G9-7	180	175	274	192	162	151	207	190	173	187
G9-7	141	159	170	196	278	242	280	240	173	190
G9-7	252	170	246	212	162	178	151	200	174	230
Média	191,00	168,00	230,00	200,00	200,67	190,33	212,67	210,00	173,33	202,33
Volume %	70,73	67,03	76,51	72,11	72,21	70,62	74,01	73,61	67,91	72,46
G9-8	32,7	40,8	227	260	212	280	263	235	244	254
G9-8	238	244	212	227	225	221	249	226	250	246
G9-8	34,7	43,1	217	255	260	231	241	270	221	234
Média	101,80	109,30	218,67	247,33	232,33	244,00	251,00	243,67	238,33	244,67
Volume %	54,69	56,26	74,89	78,93	76,84	78,47	79,42	78,42	77,68	78,56
G9-9	244	265	337	332	326	294	299	313	317	302
G9-9	279	304	304	305	305	305	309	311	298	307
G9-9	237	280	288	276	302	293	293	293	299	297
Média	253,33	283,00	309,67	304,33	311,00	297,33	300,33	305,67	304,67	302,00
Volume %	79,74	83,64	86,97	86,31	87,13	85,45	85,82	86,48	86,36	86,03
G9-10	79,1	236	225	239	213	191	275	275	271	277
G9-10	33,7	105	231	308	266	212	265	262	255	256
G9-10	23,7	236	225	232	196	261	259	242	239	250
Média	45,50	192,33	227,00	259,67	225,00	221,33	266,33	259,67	255,00	261,00
Volume %	40,31	70,93	76,09	80,59	75,80	75,27	81,47	80,59	79,97	80,77
Média	115,06	155,25	200,19	214,97	218,03	215,30	228,57	234,57	228,50	232,77
Média %VM	55,99	75,53	86,75	91,93	89,51	88,78	94,61	94,88	93,63	94,80

Tabela 19 - Opalescence + LED/Laser – Valores de microdureza individuais, % de volume mineral e valores médios da microdureza interna.

Grupo 10	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200
G10-1	99,3	194	242	203	199	188	172	166	169	221
G10-1	65,1	214	224	188	208	224	172	185	218	159
G10-1	80,8	94	210	236	251	250	188	236	247	243
Média	81,73	167,33	225,33	209,00	219,33	220,67	177,33	195,67	211,33	207,67
Volume %	50,17	66,92	75,85	73,46	74,98	75,18	68,56	71,45	73,81	73,27
G10-2	232	245	199	226	208	165	171	255	193	290
G10-2	67,3	121	231	217	213	266	286	261	268	229
G10-2	113	191	212	162	135	160	188	227	196	195
Média	137,43	185,67	214,00	201,67	185,33	197,00	215,00	247,67	219,00	238,00
Volume %	61,71	69,89	74,20	72,36	69,84	71,65	74,35	78,97	74,93	77,64
G10-3	195	184	189	166	194	206	213	217	250	253
G10-3	124	182	192	217	213	262	178	178	212	263
G10-3	90,2	131	243	232	202	222	216	241	178	222
Média	136,40	165,67	208,00	205,00	203,00	230,00	202,33	212,00	213,33	246,00
Volume %	61,52	66,65	73,32	72,87	72,57	76,51	72,46	73,91	74,11	78,74
G10-4	56	92,6	237	244	197	257	221	238	218	208
G10-4	45,2	107	187	249	185	187	254	229	223	288
G10-4	22	54,1	253	261	290	323	333	273	257	265
Média	41,07	84,57	225,67	251,33	224,00	255,67	269,33	246,67	232,67	253,67
Volume %	38,86	50,84	75,90	79,47	75,66	80,06	81,87	78,83	76,89	79,79
G10-5	106	211	217	243	247	188	202	273	192	274
G10-5	160	230	155	266	254	220	264	263	245	255
G10-5	37	309	258	237	252	244	247	227	177	218
Média	101,00	250,00	210,00	248,67	251,00	217,33	237,67	254,33	204,67	249,00
Volume %	54,51	79,29	73,61	79,11	79,42	74,69	77,59	79,88	72,82	79,15
G10-6	34,1	223	214	246	198	197	251	229	227	249
G10-6	33,2	157	133	219	224	220	210	213	228	247
G10-6	24	217	246	220	204	175	210	249	226	236
Média	30,43	199,00	197,67	228,33	208,67	197,33	223,67	230,33	227,00	244,00
Volume %	35,02	71,96	71,76	76,28	73,41	71,70	75,61	76,56	76,09	78,47
G10-7	58,5	117	248	241	239	279	282	237	269	230
G10-7	50,5	265	203	121	211	189	196	189	150	165
G10-7	51,3	171	219	208	152	249	287	160	236	215
Média	53,43	184,33	223,33	190,00	200,67	239,00	255,00	195,33	218,33	203,33
Volume %	42,73	69,68	75,56	70,57	72,21	77,78	79,97	71,40	74,84	72,62
G10-8	36,1	176	248	277	278	272	297	292	259	284
G10-8	50,4	78,7	274	235	241	255	238	204	228	171
G10-8	30,2	62	241	273	246	257	255	292	249	220
Média	38,90	105,57	254,33	261,67	255,00	261,33	263,33	262,67	245,33	225,00
Volume %	38,12	55,48	79,88	80,86	79,97	80,81	81,08	80,99	78,65	75,80
G10-9	52,6	76,8	241	308	281	256	284	266	267	304
G10-9	40,6	77,1	264	323	346	331	316	310	309	326
G10-9	39,1	86,4	270	284	287	236	307	319	303	274
Média	44,10	80,10	258,33	305,00	304,67	274,33	302,33	298,33	293,00	301,33
Volume %	39,86	49,78	80,41	86,40	86,36	82,52	86,07	85,57	84,90	85,94
G10-10	26	120	282	290	269	262	284	250	274	283
G10-10	30,5	71,2	248	281	309	282	281	287	303	250
G10-10	36,5	55,2	200	293	251	292	272	276	285	253
Média	31,00	82,13	243,33	288,00	276,33	278,67	279,00	271,00	287,33	262,00
Volume %	35,24	50,27	78,38	84,27	82,78	83,08	83,12	82,09	84,19	80,90
Média	69,55	150,44	226,00	238,87	232,80	237,13	242,50	241,40	235,20	243,00
Média %VM	45,35	66,26	92,38	97,94	96,07	96,96	97,66	96,86	97,44	96,34

Tabela 20 - Valores da área de PO₄ dos grupos por espécime analisado.

Espécime	Microdureza interna (KHN)																			
	Controle		Whiteness		Whit+Hal		Whit+LED		Pola Office		Pola+Hal		Pola+LED		Opalescence		Opa+Hal		Opa+LED	
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
1	14,78	14,82	14,97	14,67	14,65	14,8	14,96	14,73	15,16	14,95	14,91	14,85	14,67	14,23	14,8	14,74	14,1	14,11	14,62	14,71
2	14,44	14,39	14,89	14,84	14,58	14,66	14,61	14,63	14,39	15,15	15,38	15,4	14,77	14,3	14,48	14,43	14,42	14,51	14,69	14,69
3	14,47	14,5	14,62	14,55	14,93	14,99	14,82	15	14,18	14,49	14,66	14,82	14,68	14,62	14,45	14,49	14,85	14,51	14,51	14,56
4	14,76	14,67	14,85	14,84	14,99	14,55	15,12	15,07	14,94	15,15	14,68	14,99	14,7	15,02	14,78	14,48	14,77	14,79	14,59	14,98
5	14,26	14,35	14,79	14,76	14,79	14,8	14,67	14,86	14,47	14,76	14,9	15,11	14,9	13,07	14	13,78	14,49	15,15	14,75	15,08
Média	14,54	14,54	14,82	14,73	14,78	14,76	14,83	14,85	14,62	14,9	14,90	15,03	14,74	14,24	14,50	14,38	14,52	14,61	14,63	14,80
DP	0,22	0,19	0,13	0,12	0,17	0,16	0,20	0,18	0,40	0,28	0,28	0,23	0,09	0,72	0,32	0,35	0,29	0,38	0,09	0,21

Tabela 21 - Valores da área de CO₃ dos grupos por espécime analisado.

Espécime																				
	Controle		Whiteness		Whit+Hal		Whit+LED		Pola Office		Pola+Hal		Pola+LED		Opalescence		Opa+Hal		Opa+LED	
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
1	4,01	3,46	4,28	3,69	3,77	4,75	4,55	3,82	4,29	4,59	5,65	4,2	4,28	4,25	4,05	4,73	3,14	3	4,05	3,74
2	3,42	3,35	4,02	4,08	3,01	3,96	3,82	3,72	5,05	4,97	3,93	4,49	3,9	3,85	3,69	3,49	4,04	3,51	4,26	3,71
3	4,24	4,09	3,97	4,21	4,08	4,55	3,77	4,24	3,34	4,02	4,15	4,42	4,09	3,62	3,84	3,44	3,8	4,13	3,58	3,4
4	3,81	3,72	4,38	4,61	3,09	4,07	4,48	4,28	4,9	4,47	3,65	4,35	3,72	4,21	3,97	4,06	5,51	3,94	3,89	3,89
5	3,52	3,83	3,61	4,03	4,08	3,59	4,1	4,89	4,5	3,32	3,78	4,6	3,87	3,3	3,54	4,06	3,49	5,01	3,71	4,38
Média	3,80	3,69	4,05	4,12	3,60	4,18	4,14	4,19	4,41	4,27	4,23	4,412	3,97	3,71	3,81	3,95	3,99	3,91	3,97	3,70
DP	0,33	0,29	0,30	0,33	0,52	0,46	0,36	0,46	0,67	0,63	0,7	0,13	0,21	0,46	0,20	0,52	0,91	0,74	0,38	0,35

Tabela 22 - Concentração de cálcio presente na solução de enxágüe.

Concentração de Cálcio presente na solução de enxágüe (µg/mL)										
	Controle	Whiteness	Whit+Hal	Whit+LED	Pola					
					Office	Pola+Hal	Pola+LED	Opalescece	Opal+Hal	Opa+LED
1	0,00	0,40	2,28	1,71	1,62	1,55	0,05	1,60	1,43	0,21
2	0,18	0,59	2,07	1,35	1,18	1,47	2,17	1,10	1,67	0,65
3	0,22	0,96	1,23	1,48	1,68	1,88	1,8	1,58	1,22	3,24
4	0,00	0,34	2,51	1,22	1,80	1,88	1,81	1,63	1,30	1,93
5	0,24	1,44	1,72	1,23	2,24	1,65	1,60	2,18	1,55	2,75
6	0,00	0,21	2,44	1,50	1,82	1,76	1,59	1,49	1,33	2,30
9	0,75	0,31	1,66	1,15	2,43	1,66	1,64	1,98	1,42	1,46
8	6,71	0,40	2,55	1,42	2,18	0,30	2,16	2,31	1,53	3,11
9	0,39	0,58	1,53	0,96	2,16	1,97	1,87	2,08	1,22	1,62
10	0,00	0,35	1,37	1,42	2,29	1,93	1,72	2,72	1,17	2,50
M	0,85	0,56	1,93	1,34	1,94	1,60	1,64	1,87	1,38	1,98
DP	2,07	0,37	0,49	0,20	0,38	0,48	0,59	0,47	0,16	1,00

Tabela 23 - Concentração de cálcio presente no gel clareador.

Concentração de cálcio presente no gel clareador (µg/mL)		
Whiteness	Pola Office	Opalescence
0,24	0,36	0,379

Tabela 24 - Concentração de cálcio perdida por espécime após o tratamento clareador.

Concentração de Cálcio presente na solução de enxágüe (µg/mL)										
	Controle	Whiteness	Whit+Hal	Whit+LED	Pola					
					Office	Pola+Hal	Pola+LED	Opalescece	Opal+Hal	Opa+LED
1	0,00	0,16	2,04	1,47	1,26	1,19	-0,30	1,23	1,06	-0,15
2	0,18	0,35	1,83	1,11	0,82	1,11	1,81	0,73	1,30	0,28
3	0,22	0,72	0,99	1,24	1,32	1,52	1,44	1,21	0,85	2,87
4	0,00	0,10	2,27	0,98	1,44	1,52	1,45	1,26	0,93	1,56
5	0,24	1,20	1,48	0,99	1,88	1,29	1,24	1,81	1,18	2,38
6	0,00	-0,02	2,20	1,26	1,46	1,40	1,23	1,12	0,96	1,93
9	0,75	0,07	1,42	0,91	2,07	1,30	1,28	1,61	1,05	1,09
8	6,71	0,16	2,31	1,18	1,82	-0,05	1,80	1,94	1,16	2,74
9	0,39	0,34	1,29	0,72	1,80	1,61	1,51	1,71	0,85	1,25
10	0,00	0,11	1,13	1,18	1,93	1,57	1,36	2,35	0,80	2,13
M	0,85	0,32	1,69	1,10	1,58	1,24	1,28	1,50	1,01	1,61
DP	2,07	0,37	0,49	0,20	0,38	0,48	0,59	0,47	0,16	1,0