

**TATIANY GABRIELLE FREIRE ARAÚJO**

**Resistência de união de materiais  
resinosos de baixa viscosidade em  
lesões incipientes de cárie em esmalte**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção de Título de Mestre em Materiais Dentários.

Orientadora: Profa. Dra. Regina Maria Puppim-Rontani

Piracicaba  
2011

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

Bibliotecária: Elis Regina Alves dos Santos – CRB-8<sup>a</sup> / 8099

Ar15r

Araújo, Tatiany Gabrielle Freire.

Resistência de união de materiais resinosos de baixa viscosidade em lesões incipientes de cárie em esmalte / Tatiany Gabrielle Freire Araújo. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2011.

Orientador: Regina Maria Puppim-Rontani.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Infiltração dentária. 3. Monômeros. I. Puppim-Rontani, Regina Maria. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.  
(eras/fop)

Título em Inglês: Bond strength of experimental low viscosity resin materials in initial enamel caries

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dental materials. 2. Dental leakage. 3. Monomers

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Regina Maria Puppim-Rontani, Roberta Caroline Bruschi Alonso, Marcelo Giannini

Data da Defesa: 18-02-2011

Programa de Pós-Graduação em 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 18 de Fevereiro de 2011, considerou a candidata TATIANY GABRIELLE FREIRE ARAÚJO aprovada.

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Regina Maria Puppin Rontani".

---

Profa. Dra. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Roberta Caroline Bruschi Alonso".

---

Profa. Dra. ROBERTA CAROLINE BRUSCHI ALONSO

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Marcelo Giannini".

---

Prof. Dr. MARCELO GIANNINI

## **Dedico este trabalho...**

Aos meus pais, Reges e Águida, que sempre me deram a força do exemplo. Exemplo de amor, de garra, superação, de conquistas e de respeito ao próximo. Não poupando esforços para formação de seus filhos, incentivando e sempre apoiando minhas decisões. Sem vocês não seria nada do que sou hoje!

Ao meu irmão Yuri por toda amizade, alegria e amor que me transmite em todos os momentos; e ao meu namorado Diógenes, que sempre apoiou e estimulou minha caminhada até a concretização dos meus sonhos e também por me fazer feliz, demonstrando amor, compreensão e cumplicidade, tornando-se essencial em minha vida.

Com certeza tudo isso é o alicerce para que eu possa alcançar meus objetivos. Amo vocês!

## **Agradecimentos especiais**

A Deus, que me deu o maior dom, o da existência, e nesta existência pelos que a geraram, e por todos que me cercaram de cuidados, amor e carinho no correr dos anos. Obrigada por sempre iluminar meu caminho, e assim transpor todo e qualquer obstáculo para que eu possa vencer, atingindo sempre meus objetivos.

À minha orientadora, Profa. Dra. Regina Maria Puppim Rontani, por ter aberto as portas, nesse caminhada científica, pela confiança, incentivo, oportunidades, ensinamentos transmitidos e pelo apoio com palavras amigas nas horas mais difíceis, mostrando sempre o melhor caminho com simplicidade e experiência.

## **Agradecimentos**

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas em nome do Diretor Prof. Dr. Jacks Jorge Junior.

Aos professores da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, Prof. Dr. Simonides Casoni, Prof. Dr. Mario Fernando de Goes, Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti e Profa. Dra. Marcela Rocha de Oliveira Carrilho e aos professores da Área de Dentística Restauradora, dessa mesma faculdade, Prof. Dr. Luís Roberto M. Martins e Prof. Dr. Marcelo Giannini pelo empenho, respeito e dedicação durante as aulas e no decorrer do curso, contribuindo para minha formação científica.

À Profa. Dra. Roberta Caroline Bruschi Alonso, docente da Universidade Bandeirantes-São Paulo (UNIBAN/SP), pela preocupação, disponibilidade e ajuda neste trabalho. Seus ensinamentos contribuíram para o meu crescimento científico e humano, com sua sabedoria, amizade e dedicação.

Aos funcionários do Laboratório de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, Marcos Blanco Cangiani, pela constante disponibilidade de auxílio na solução de dificuldades, para concretização deste trabalho e Selma Aparecida Barbosa Segalla, pela amizade, paciência e presteza durante o programa do curso.

Ao funcionário do Laboratório de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, Marcelo Corrêa Maistro, pela dedicação, seriedade e paciência que conduz seu trabalho. Auxiliando com seus conhecimentos a concretização deste projeto.

Ao biólogo Adriano Luis Martins, pela amizade e co-orientação da técnica para a realização do presente estudo.

À Eliene Aparecida Orsini Narvaes Romani, pela amizade e conhecimentos transmitidos.

À bibliotecária Marilene Girello, pela organização das referências bibliográficas.

À nova família que fiz fora de casa, com quem tive o privilégio de conviver todos os dias, com muito carinho, desde a graduação, pessoas que amo, que me incentivam e me ajudam tanto na minha vida acadêmica, inclusive na concretização deste trabalho, como na minha vida pessoal, minhas irmãs de coração Ravana e Roberta.

À toda a minha família pela confiança em mim depositada e a todos meus amigos, que mesmo de longe, sempre me deram força e coragem para concluir este projeto.

A todos os amigos do programa de pós-graduação, nesta e outras áreas, pela amizade e companheirismo, e pelo privilégio de tantos momentos juntos.

À CAPES pela concessão da bolsa de estudos.

A todos que indiretamente contribuíram para a execução deste trabalho.

“... Não faça do amanhã o sinônimo de nunca,  
nem o ontem te seja o mesmo que nunca mais.

Teus passos ficaram.

Olhes para trás...mas vá em frente.

Pois há muitos que precisam  
que chegues para poderem seguir-te...”

**Charles Chaplin**

## Resumo

A infiltração de resinas de baixa viscosidade (infiltrantes) em lesões incipientes de cárie em esmalte parece ser uma abordagem promissora na odontologia apresentando vantagens em relação à remineralização ou tratamentos invasivos. Para isso o material deve penetrar e selar a entrada das lesões, reforçando a estrutura cariada e eventualmente impedindo a progressão da lesão, com capacidade de manter a resistência de união duradoura com o esmalte cariado. O objetivo do trabalho foi avaliar a resistência de união de resinas experimentais de baixa viscosidade com diferentes composições sobre a lesão de cárie incipiente em esmalte pelo teste de micro tração. Noventa terceiros molares humanos inclusos foram utilizados. As raízes dos dentes foram seccionadas e os fragmentos coronários foram lixados e seccionados, mesio-distalmente, para produção da lesão artificial, subsuperficial de cárie de esmalte. Cada espécime foi mantido individualmente em 50 mL de solução produtora de cárie, durante 10h a 37°C. Os amostras foram distribuídos aleatoriamente em 9 grupos compostos por 10 dentes (n = 10) de acordo com a composição do material resinoso de baixa viscosidade (Grupo 1: TEGDMA 100%, Grupo 2: TEGDMA 80% + etanol 20%, Grupo 3 : TEGDMA 80% + HEMA 20%, Grupo 4: TEGDMA 75% + UDMA 25%, Grupo 5: TEGDMA 60% + UDMA 20% + etanol 20%, Grupo 6 : TEGDMA 60% + UDMA 20% + HEMA 20%, Grupo 7: TEGDMA 75% + BisEMA 25%, Grupo 8: TEGDMA 60% + BisEMA 20% + etanol 20% e Grupo 9: TEGDMA 60% + BisEMA 20% + HEMA 20 %). Os resultados mostraram que os maiores valores de resistência de união foram observados para G1, G3, G4, G6 e G7. Os valores intermediários de resistência de união foram para G2, G5 e G9. O grupo G8 apresentou o menor valor de resistência de união. Pode se concluir que os materiais infiltrantes com composição livre do solvente etanol, apresentaram maiores valores de resistência de união ao esmalte cariado.

Palavras chave: Lesão incipiente de cárie em esmalte, monômeros, resistência a tração.

## **Abstract**

Infiltration of enamel-like initial caries lesions with low viscosity resins (infiltrants) seems to be a promising approach in dentistry and it have showed advantages regarding to remineralization or invasive treatments. In this way, material must penetrate and seal lesions intake, reinforcing carious structure and eventually avoiding lesion progression, with capacity in maintaining a long-term strength bond with carious enamel. The aim of this study was to evaluate bond strength of experimental low viscosity resins with different compositions of monomers over artificial enamel caries lesions by micro tensile bond strength test. Ninety human molars third without caries were used. Tooth root were cut and crown fragments were polished and cut, in mesio-distal sense, for the enamel-like initial caries lesions production. Each specimen was immersed individually in 50 mL of caries former solution, during 10 h at 37°C. Specimens were distributed randomly in 9 groups (n=10), according to low viscosity experimental material composition (Group 1: TEGDMA 100%, Group 2: TEGDMA 80% + ethanol 20%, Group 3: TEGDMA 80% + HEMA 20%, Group 4: TEGDMA 75% + UDMA 25%, Group 5 : TEGDMA 60% + UDMA 20% + ethanol 20% , Group 6: TEGDMA 60% + UDMA 20% + HEMA 20%, Group 7: TEGDMA 75% + BisEMA 25%, Group 8: TEGDMA 60% + BisEMA 20 % + ethanol 20%, Group 9 : TEGDMA 60% + BisEMA 20% + HEMA 20%). Results showed that higher values of bond strength were observed to the groups G1, G3, G4, G6 and G7. Intermediate values of bond strength were observed to G2, G5 and G9. Group G8 showed lower mean value of bond strength. It could be concluded that the use of infiltrant materials with composition without ethanol solvent showed higher value of bond strength on the carious enamel.

**Key Words:** Enamel initial caries lesions, monomers, bond strength.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b>	1
<b>2. REVISÃO DA LITERATURA</b>	5
2.1. Esmalte	5
2.1.1 Composição	5
2.1.2 Estrutura	6
2.1.3 Propriedades	9
2.2. Condicionamento Ácido do Esmalte	10
2.3. Cárie	13
2.3.1. Mecanismo de desmineralização dos tecidos dentais	14
2.3.2. Cárie em esmalte	15
2.4. Monômeros comumente utilizados em odontologia	17
2.5. Métodos interceptativos da lesão inicial de cárie	21
2.6. Ensaio mecânicos para teste de união	33
<b>3. PROPOSIÇÃO</b>	36
<b>4. MATERIAL E MÉTODOS</b>	37
4.1. Seleção e preparo dos dentes	37
4.2. Produção das lesões artificiais sub-superficiais de cárie em esmalte	39

4.3. Confeção dos Corpos-de-Prova para Ensaio da Resistência à microtração	40
4.4. Análise estatística	45
<b>5. RESULTADOS</b>	46
<b>6. DISCUSSÃO</b>	51
<b>7. CONCLUSÃO</b>	57
<b>REFERÊNCIAS</b>	58
<b>ANEXO</b>	73

## 1.INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, tem-se observado a diminuição da doença cárie, identificada pela menor prevalência de lesões de cárie em crianças e adultos jovens no Brasil (Narvai *et al.*, 2000, Gushi *et al.*, 2005). Este achado associa-se a diminuição na frequência do consumo de carboidratos fermentáveis, melhora na qualidade de higiene bucal e disseminação no uso diário de flúor, pela disponibilização de água de abastecimento público e dentifrícios fluoretados (Horowitz & Ismael,1996). Entretanto, esse benéfico tem sido constatado em superfícies lisas, livres, isto é, nas faces vestibular e lingual dos dentes. Contudo, persistindo o problema nas faces oclusais (Carvalho *et al.*, 1989) e interproximais.

As lesões cariosas incipientes do esmalte dental, geralmente denominadas lesões de mancha branca, apresentam-se como área de desmineralização da camada sub-superficial do esmalte (Bergman e Lind, 1966). Quando a mancha branca é identificada clinicamente, os cristais na subsuperfície apresentam redução em volume e os espaços ou poros intercristalinos aumentam. (Bergam e Lind, 1966). Estas lesões incipientes podem ser paralisadas ou até regredirem, desde que sejam empregados métodos interceptivos adequados, tal como a diminuição do risco/atividade de cárie do paciente e a aplicação de selantes.

O uso dos selantes de fóssulas e fissuras têm sido indicados na ausência de cárie, como medida preventiva nessas áreas, principalmente em pacientes com alto risco à cárie (Truman *et al.*, 2002; Ahovuo-Saloranta *et al.*, 2004). Porém, esses indivíduos geralmente apresentam lesões iniciais de cárie tanto em superfície proximal quanto oclusal.

Essas áreas cariadas apresentam resistência mecânica alterada, considerando que são áreas desmineralizadas e o tratamento com fluoretos pode não devolver as características do esmalte sadio, pois à remineralização não é homogênea em toda a extensão da lesão (Mejare, *et al.*1998).

Uma forma de se interceptar a lesão inicial de cárie e provavelmente devolver a resistência semelhante ao esmalte sadio seria a penetração de monômeros resinosos nestas áreas através das microporosidades produzidas pelo condicionamento ácido (Davilla *et al.*1975). Dessa forma, os monômeros poderiam infiltrar os espaços criados nas lesões de cárie, selando a entrada e eventualmente impedindo a progressão da lesão (Haldelman *et al.* 1985).

Com base nesse princípio, pesquisadores iniciaram a busca por materiais que possuíssem as características adequadas para penetrar no corpo da lesão. Inicialmente, ultrapassar a barreira oferecida pela superfície do esmalte, área altamente mineralizada com número e volume de poros reduzidos. Em seguida, por capilaridade, penetrar nos espaços interprismáticos, atingindo o corpo da lesão, polimerizando-se nesta área e formando a estrutura perdida pela desmineralização produzida pelos ácidos do biofilme (Davilla *et al.*1975).

Os primeiros materiais testados foram os selantes de fósulas e fissuras. Porém, por serem muito viscosos, eles não conseguiam penetrar no corpo da lesão. Outros materiais testados foram os adesivos por serem mais fluidos e possuírem maior coeficiente de penetração que os selantes. No entanto, não obtiveram uma penetração positiva (Paris *et al.*2007b).

Para atuar efetivamente na lesão, os materiais chamados infiltrantes, constituídos por monômeros resinosos à base de metacrilato precisam penetrar no corpo da lesão promovendo o reforço mecânico da área. Para que isso ocorra, eles devem apresentar algumas características, como baixa viscosidade, baixo ângulo de contato e baixa tensão superficial, gerando um alto coeficiente de penetração do material na lesão incipiente de cárie. Paris *et. al.*, (2007a) utilizando monômeros em concentrações diferentes daquela encontrada nos selantes de fósulas e fissuras e adesivos propuseram resinas otimizadas para infiltrar lesões de cárie em esmalte, nomeando-as como “infiltrantes”.

Os monômeros mais utilizados tem como base o BisGMA, monômero hidrófobo com baixa contração de polimerização, polimerização rápida, capaz de formar polímeros com resistência mecânica e rigidez satisfatórias, porém, com alta

viscosidade. O BisEMA e UDMA são monômeros hidrófobos, utilizados em substituição ao BisGMA. O BisEMA difere do BisGMA pela ausência dos grupos hidroxilas (radicais pendentes) que são responsáveis pela sorção de água, sendo um monômero menos viscoso (Siderou *et al.*, 2003). O UDMA apresenta baixa viscosidade, com ligações uretano, altamente flexíveis, o que pode melhorar a dureza dos materiais (Barszczewska-Rybarek, 2009).

O TEGDMA é um monômero de baixa viscosidade, utilizado na matriz resinosa de compósitos como diluente, permitindo a incorporação de maior quantidade de partículas de carga no material. Após a polimerização possui menor tamanho e maior concentração de ligações duplas (Barszczewska-Rybarek, 2009). É um monômero mais flexível, formando uma rede polimérica com maior densidade de ligações cruzadas, apresentando estrutura mais heterogênea, com maior sorção de água, o que provoca maior entrelaçamento das cadeias poliméricas. Outro monômero diluente utilizado nos adesivos é o HEMA, hidrófilo, que apresenta alto coeficiente de penetração, solúvel em água, etanol e acetona, os três solventes mais utilizados na composição dos adesivos (Siderou *et al.*, 2003).

Com a finalidade de melhorar as propriedades dos materiais, estudou-se a mistura desses monômeros para formação da matriz dos materiais resinosos chamados infiltrantes. Foram encontrados maiores valores de coeficiente de penetração (CP) a partir de mistura com maiores teores de HEMA, TEGDMA e etanol. Em contraste, a incorporação de BisGMA e UDMA aumenta a viscosidade e diminui o CP do material. No entanto, apesar do favorável CP, as resinas compostas contendo altas porcentagens de HEMA e etanol não polimerizaram suficientemente, produzindo materiais líquidos ou borrachóides. Resinas à base de TEGDMA contendo 10% ou 20% de etanol apresentaram alto CP e polimerização satisfatória. Assim, estas misturas de resina podem ser promissoras para a rápida penetração na lesão inicial de cárie (Paris *et al.*, 2007a).

Paris e Meyer Lueckel, 2010c, concluíram em estudo *in vitro* que resinas de baixa viscosidade (infiltrantes) à base de TEGDMA apresentando

coeficiente de penetração relativamente alto (>200 cm/seg) foram capazes de inibir quase que completamente a progressão de lesões de cárie naturais em esmalte em meio desmineralizante.

Atualmente, foi introduzido no mercado odontológico o material resinoso Icon (DMG; Hamburg, Germany) com propósito de infiltrar as lesões iniciais de cárie. Esse material, com base no TEGDMA, tem sido estudado e apresentado êxito. Paris *et al.*, 2010b, após 18 meses obtiveram resultados satisfatórios, demonstrando que a progressão das lesões de cárie interproximal *in vivo* foi interrompida.

Entretanto, devido às características de sorção de água apresentada pelo TEGDMA, outras combinações monoméricas deveriam ser estudadas para aumentar a longevidade resultante. Embora o aumento de monômeros hidrófobos apresente tendência de aumento da viscosidade, a adição de solventes poderia facilitar a penetração do material resinoso nos poros do esmalte cariado. Esse efeito poderia ser confirmado com o aumento da resistência da união do material ao esmalte cariado.

A resistência de união de materiais resinosos ao esmalte tem se mostrado efetiva, com altos valores de resistência devido às características do substrato do esmalte sadio. Entretanto, a união ao substrato com lesão inicial de cárie tem apresentado resistência inferior (Mejare, *et al.*1998).

Levando em consideração que para se obter penetração eficiente e oferecer, estrutura ácido-resistente pós-polimerização, reforçando a estrutura da lesão cariosa impedindo a progressão, com manutenção duradoura dessa união, monômeros diferentes dos encontrados em adesivos comerciais devem ser incorporados aos materiais resinosos experimentais de baixa viscosidade.

A hipótese testada neste experimento é de que diferentes associações de monômeros e co-monômeros, bem como a adição de solventes, produzam diferentes valores de resistência de união.

## **2. REVISÃO DE LITERATURA**

### **2.1. Esmalte**

Este tecido apresenta aspectos peculiares que o diferencia intensamente dos demais tecidos do corpo humano. Diante de sua singularidade, o conhecimento da composição, estrutura micro-morfológica e propriedades físicas do esmalte são fundamentais para a compreensão e interpretação de resultados referentes a estudos que envolvem este tecido.

#### **2.1.1. Composição**

O esmalte dentário é o tecido mais mineralizado do organismo, sendo de origem ectodérmica, formado pelas células do epitélio interno do órgão do esmalte, recobrando e protegendo a coroa dentária (Gwinnett, 1992). Ele propicia a forma e o contorno para as coroas dentárias.

O processo de formação do esmalte (amelogênese) em seu início na fase de coroa do desenvolvimento do dente e consiste basicamente em dois estágios: o primeiro é a fase de secreção, onde os ameloblastos produzem o esmalte parcialmente mineralizado (30%), e o segundo, fase de maturação, consiste na deposição de mineral, remoção de matéria orgânica e água. (Ten Cate, 2001).

Após completamente formado, é o único tecido totalmente acelular do organismo, pois não mantém relação com as células que o formaram. É constituído por 97% de material inorgânico (cristais de fosfato de cálcio na forma de hidroxiapatita, carbonato, sódio, magnésio, cloreto de potássio e flúor). Contém 1% de material orgânico, de natureza essencialmente protéica, com escassos carboidratos e lipídios, e 2% de água (Eisenmann, 2001).

O material inorgânico principal do esmalte é a apatita que se apresenta nas formas de hidroxiapatita, fluoroapatita e carbonatoapatita (Gwinnett, 1992). Os elementos químicos que compõe a base deste tecido são o cálcio e o fosfato (Brudevold *et al.*, 1960). Também estão presentes na composição do esmalte

variações secundárias, nas quais elementos químicos como alumínio, bário, estrôncio, rádio e vanádio também podem ser encontrados (Gwinnett, 1992). O processo de mineralização ou maturação do esmalte começa nos primeiros estágios da formação do tecido (Crabb, 1960). Uma estrutura cristalina começa a ser desenvolvida a partir de estruturas denominadas centros de nucleação (Ronnholm, 1962). Os cristais que compõem essa estrutura, apresentam dimensões microscópicas e são referidos como cristalitos (Frank, 1965).

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

### **2.1.2. Estrutura**

A maior parte do esmalte é formada por unidades alongadas denominadas prismas ou bastões. O formato do prisma é semelhante a um cilindro composto por milhares de unidades sub-microscópicas, denominados cristalitos, com longos eixos dispostos, em sua maioria, paralelos ao eixo longitudinal do prisma. (Meckel *et al.*, 1965).

Conforme se aproximam da periferia do prisma, os cristalitos dispõem-se em um grau cada vez mais inclinado. A região interprismática é a área que circunda cada prisma, na qual cada cristalito é orientado em uma direção diferente do prisma. O grau de diferença é cerca de três quartos da circunferência do prisma. O limite onde os cristalitos dos prismas encontram os da região interprismática em forma de ângulo é conhecida como bainha do prisma, que é um aumento localizado de espaço e material orgânico na região periférica dos prismas (Gwinnett, 1965). 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).

Cada prisma se origina na junção entre a dentina e o esmalte e segue até a região próxima a superfície do esmalte. A diferença de orientação dos cristais entre dois prismas vizinhos faz com que o limite entre estes seja visível. Quando submetidos a uma secção transversal, os prismas de esmalte se assemelham a um padrão denominado de buraco de fechadura (Meckel *et al.*, 1965).

A variação da orientação dos cristais de hidroxiapatita ajuda a distribuir as forças mastigatórias que incidem sobre o esmalte, melhorando as propriedades físicas desta estrutura. Os prismas seguem um trajeto tortuoso, além disto, grupos de prismas seguem direções distintas formando as bandas de Hunter-Schreger. As fraturas que normalmente ocorrem no esmalte dental são detidas quando chegam a regiões onde os grupos de prismas se cruzam (Gwinnett, 1992).

O esmalte descreve variações estruturais entre as camadas interna e externa. A superfície externa do esmalte é formada por uma camada fina e homogênea onde os cristais de hidroxiapatita são paralelos entre si. Esta camada é dita aprismática, medindo aproximadamente 30µm é destituída de prismas e foi descrita em 70% dos dentes permanentes e em todos os dentes decíduos (Gwinnett, 1966).

A camada aprismática resulta de uma redução na atividade funcional dos ameloblastos associada à perda da configuração em degrau de tais células, durante os estágios finais da amelogênese. Esta camada, portanto, deve ser considerada como um aspecto normal da estrutura do esmalte (Fava, 1999).

A orientação dos cristais de hidroxiapatita é perpendicular à superfície, e os cristais são uniformemente arranjados, paralelos entre si, diferindo da região prismática subjacente, onde ocorrem variações nas orientações dos cristais. (Gwinnett, 1966; Fava, 1999). 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). O esmalte superficial é mais mineralizado e resistente a cárie e ao condicionamento ácido que o esmalte subsuperficial (Fava,1999).

A atividade funcional dos ameloblastos é um evento rítmico em que grupos de células passam por uma constrição temporária do processo de Tomes, associada ao correspondente aumento da face secretora do esmalte entre os prismas em formação, ou seja, estágios ativos de secreção seguida por períodos de repouso. Este comportamento cíclico se manifesta no tecido através das denominadas linhas incrementais de Retzius. (Weber, 1974). Em cortes longitudinais, são vistas como uma serie de bandas escuras que refletem sucessivas frentes de formação do esmalte que se estendem da superfície do esmalte até a junção amelo-dentinária. Nos cortes transversais, são vistas como anéis concêntricos proeminentes na maioria dos dentes permanentes, pouco proeminentes no esmalte pós-natal dos dentes decíduos, e raras no esmalte pré-natal. Quando chega a superfície do esmalte, estas linhas formam sulcos ondulados paralelos entre si recebendo o nome de periquimáceas. (Weber, 1974; Gwinnett, 1992).

Existem também outras estruturas importantes da estrutura do esmalte. Isto inclui os tufos e lamelas do esmalte, que podem ser comparadas e confundidas com falhas estruturais e trincas do esmalte. Em corte transversal do esmalte, os tufos do esmalte projetam-se a partir da junção amelo-dentinária por uma curta distância do esmalte, parecendo ser ramificados e conter maior concentração de proteína que o resto do esmalte. As lamelas estendem-se por varias profundidades a partir da superfície do esmalte, constituindo-se em defeitos lineares longitudinalmente orientados, preenchidos por proteínas do esmalte ou resíduos orgânicos oriundos da cavidade oral. O limite final das lamelas pode ser observado como estruturas semelhantes às “trincas” na superfície do esmalte, que se estendem por distâncias variadas, sendo que a maioria delas apresenta menos de 1mm de comprimento. (Ten Cate, 1985).

Estruturas conhecidas como fusos do esmalte, que também têm origem 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, aprisionando o mesmo, formando um fuso. Esta estrutura, que se parece com um dedo, não segue a direção dos prismas do esmalte, apresentando um aspecto micro-morfológico bastante diferente dos amplos e longos túbulos de esmalte (Ten Cate, 1985; Sharawy & Yaeger 1989; Gwinnett, 1992).

### **2.1.3. Propriedades**

O conhecimento das propriedades físicas e mecânicas do tecido dentário é de grande importância. Dentre as propriedades físicas e mecânicas de maior relevância são o módulo de elasticidade, a resistência e a dureza (Meredith *et al.*, 1996; Mahoney *et al.*, 2000).

Em diversos trabalhos de microdureza, observa-se que o esmalte apresenta valores altos de dureza, o que o define como um material extremamente duro. Devido ao alto conteúdo inorgânico, a dureza do esmalte, expressa em relação à deformação, varia entre 200 e 500 Knoop (Caldwell *et al.* 1957).

No entanto, é considerado um material altamente frágil, pois, o esmalte possui um alto módulo de elasticidade e uma resistência à tração relativamente baixa, o que lhe confere características de friabilidade (Tyldesley, 1950). Porém, é capaz de resistir a forças mecânicas que incidem sobre ele durante a mastigação, desde que tenha suporte dentinário. É quebradiço, sofre clivagem, e, daí a necessidade de uma camada sob o esmalte de um material mais resiliente (dentina) (Anusavise, 2005).

As forças da ação fisiológica da mastigação sobre o esmalte são dissipadas em direção à dentina através da forma e da natureza da junção amelo-

dentínaria, o que proporciona ao dente um comportamento biomecânico característico em que a dentina protege o esmalte. Por isso, os dentes são capazes de absorver e dissipar as forças provenientes da ação fisiológica da mastigação e da variação térmica a que a estrutura dental é submetida durante toda a vida (Ten Cate, 1994).

Este tecido funciona como uma membrana semipermeável (Darling *et al.*, 1961), permitindo a passagem de água e fluidos bucais, mas excluindo moléculas de alto peso molecular (Poole, 1963). O volume de poros do esmalte permanente é de 0,1 a 0,2%, comparado com o volume de 1% encontrado no terço interno do esmalte decíduo nas amostras estudadas em luz polarizada, chegando a 5% do volume em 10% delas. Estes dados podem contribuir para a aparência “branca leitosa” do esmalte na dentição decídua (Silverstone, 1973).

O alto conteúdo inorgânico do esmalte confere a este tecido uma característica de translucidez. Por ter espessura variável entre 2,5 mm (cúspides) até muito fina na região cervical, nessas regiões, o esmalte apresenta coloração branco-amarelada em função da cor amarelada da dentina subjacente, ao passo em regiões de maior espessura (cúspides), ele apresenta coloração branco-acinzentada. A área incisal, 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 e da cor do esmalte, resultando em lesões de mancha branca (Sharawy & Yaeger, 1989; Gwinnett, 1992).

## **2.2. Condicionamento Ácido no Esmalte**

A técnica de condicionamento ácido do esmalte foi preconizada por Buonocore em 1955. Nesta técnica, uma solução ácida de fosfomolibidico e ácido fosfórico 85% promoveriam uma alteração física e química do esmalte após aplicação de 30 segundos, analisando o seu efeito na adesão dos materiais restauradores acrílicos às superfícies hígidas do esmalte, observou-se uma maior

retenção da resina acrílica. Adicionalmente o ácido fosfórico apresentou melhores resultados quando comparado ao ácido fosfomolibdico oxálico.

Esta técnica é amplamente utilizada e muito importante na prática odontológica, pois possibilita uma melhor retenção dos materiais restauradores adesivos ao esmalte dental, através da dissolução dos cristais de hidroxiapatita, formando uma superfície irregular, aumentando assim a área superficial para essa retenção. Nesta técnica, o agente condicionador remove uma camada micrométrica da superfície do esmalte, expondo uma estrutura porosa de prismas de esmalte (Gwinnett 1971). O condicionamento ácido ativa quimicamente a superfície do esmalte para que a união se mantenha sob condições de umidade da boca (Pagani & Giachetti, 1977). Este fenômeno aumenta a rugosidade superficial do esmalte, permitindo que monômeros resinosos (adesivos e selantes) penetrem por capilaridade nestas microporosidades, formando projeções resinosas (tags), estabelecendo-se assim uma retenção micromecânica (Gwinnett & Buonocore 1965). A técnica de condicionamento ácido pode ser empregada tanto em dentes decíduos quanto em permanentes, e também em diferentes regiões da coroa dental.

O condicionamento e a desmineralização da superfície dental são dependentes do tipo de ácido utilizado, concentração e tempo de aplicação (Silverstone, 1974; Zidan & Hill, 1986; Legler *et al.*, 1990; Van Meerbeek *et al.*, 1992), vários ácidos orgânicos e inorgânicos, além de agentes quelantes foram utilizados alternativamente ao ácido fosfórico. São incluídos, principalmente, ácidos de baixa agressividade como as soluções de ácido maleíco a 10% e ácido nítrico a 2,5%, sendo que estes ácidos são tão efetivos quanto o ácido fosfórico no condicionamento da superfície do esmalte (Berry *et al.*, 1990; Saunders *et al.*, 1991; Gwinnett & Kanca, 1992; Aasen *et al.*, 1993).

Estendendo o tempo de condicionamento do esmalte com ácido maleíco para 60 segundos, as alterações micromorfológicas são semelhantes às produzidas pelos géis de ácido fosfórico a 10-30% por 15-60 segundos. Porém, o ácido fosfórico é o agente condicionador empregado na maioria dos sistemas de

união comercializados atualmente, por ser um ácido inorgânico que apresenta baixo custo e desmineralização rápida dos tecidos, além de ser extremamente estável, podendo ser armazenado por longos períodos de tempo sem perder a sua efetividade (De Goes *et al.*, 1998).

A maioria dos condicionadores ácidos atuais utiliza ácido fosfórico em concentrações que variam entre 30-40% (Swift *et al.*, 1995). O ácido fosfórico a 30-40% produz alterações na superfície do esmalte com aspecto de maior retentividade comparado a outras concentrações. A dissolução do cálcio e a profundidade do condicionamento aumentam à medida que se eleva a concentração do ácido até atingir aproximadamente 40% (Silverstone, 1974). Concentrações acima de 50% de ácido fosfórico produzem um precipitado (monocálcio fosfato monoidratado) que ao ser lavado é eliminado, ao passo que concentrações abaixo de 27% possibilitam a formação de um precipitado (dicálcio fosfato diidratado) que não é facilmente removido (Chow & Brow, 1973).

O estudo das características micro morfológicas da estrutura do esmalte após receber tratamento ácido descreve três padrões básicos de condicionamento do esmalte. O padrão de condicionamento mais comum é o tipo I, envolve a dissolução do centro dos prismas de esmalte, preservando a região periférica. No padrão tipo II ocorre o inverso, no qual, a periferia dos prismas é dissolvida enquanto a porção central permanece preservada. O padrão tipo III é menos distinto, incluindo áreas que se assemelham aos outros dois padrões, e também regiões em que o padrão de condicionamento não lembra a morfologia dos prismas de esmalte (Gwinnett, 1971; Silverstone, 1975).

Nas regiões de esmalte aprismático, ocorre preferencialmente o padrão tipo III (Retief, 1978). Estas regiões são menos susceptíveis a ação do condicionador ácido (Ripa *et al.*, 1966; Whittaker, 1982; Nathanson *et al.*, 1982). Entretanto, quando a superfície do esmalte é desgastada expondo seus prismas, a qualidade da desmineralização é favorecida (Meola & Papaccio, 1986). Ainda, o plano em que os prismas são desgastados exerce influência sobre as características do condicionamento. As superfícies preparadas em planos

perpendiculares à direção dos prismas do esmalte são mais severamente atacadas em comparação com as superfícies cortadas em planos paralelos aos prismas (Retief, 1975).

Na porção interna do esmalte, os prismas reagem de forma diferente em relação à periférica, quando submetidas a um ataque ácido (Scott *et al.*, 1974). Essa variação foi explicada com base nas orientações distintas dos cristalitos de hidroxiapatita presentes nessas duas regiões. Os cristalitos de hidroxiapatita são mais vulneráveis quando estão posicionados de forma paralela ao condicionamento ácido, devido ao fato de que a sua região central, considerada mais vulnerável, fica exposta em seu longo eixo.

O procedimento de condicionamento ácido promove a limpeza superficial do esmalte, remove a lama criada durante o ato operatório do preparo cavitário (camada de esfregaço), aumenta a sua rugosidade através da dissolução seletiva dos cristalitos prismáticos e interprismáticos (Retief, 1978), aumentando a energia livre da superfície do esmalte (Busscher *et al.*, 1987).

O esmalte condicionado permite íntimo contato entre os monômeros resinosos e a superfície tratada, melhorando a adaptação e retenção do material (Retief, 1973). Portanto, o condicionamento ácido do esmalte cariado produz condições que contribuem para que o esmalte possa ser infiltrado com sucesso pelos monômeros resinosos.

### **2.3. Cárie**

Genericamente, a cárie dentária é uma doença multifatorial cujo resultado é a lesão de cárie, e que decorre da interação entre três fatores primários essenciais: o hospedeiro (dentes e saliva), a microbiota e a dieta (Keyes, 1960). No entanto, a simples existência de três fatores interrelacionados não determina instantaneamente perda da substância mineral do dente, e por isso, o fator tempo é adicionado, modulando este processo (Newbrun, 1978).

Em uma visão mais atualizada, esses quatro fatores e suas interações são chamados determinantes do processo de cárie (Fejerskov & Manji, 1990). A

cárie dentária pode ser definida como uma destruição localizada dos tecidos dentais causada pela ação das bactérias. A desmineralização dos tecidos dentais (esmalte, dentina ou cemento) é causada por ácidos, especialmente o ácido láctico, produzido pela fermentação bacteriana dos carboidratos da dieta, geralmente a sacarose. A baixa do pH ocasiona dissolução do esmalte e transporte do cálcio e fosfato para o meio ambiente bucal (Pinto, 2000).

Apesar da definição clássica de cárie associar-se à dissolução dos tecidos mineralizados do dente, isto é apenas uma face do processo carioso. Na verdade, o processo carioso apresenta uma dinâmica que, se desmineraliza o dente, também pode remineralizá-lo frente a condições específicas. Portanto, o processo carioso apresenta naturalmente momentos de desmineralização e remineralização (Oppermann, 1984).

Segundo sua localização, a lesão de cárie pode ser encontrada em superfícies lisas, proximais ou oclusais. As superfícies oclusais têm características morfológicas individuais, conhecidas como fóssulas e fissuras, que podem apresentar profundidades extensas, rasas e médias. Estas fóssulas e fissuras são locais mais propícios ao acúmulo de biofilme, e subsequente abrigo para microorganismos, como por exemplo, o grupo mais cariogênico como *Streptococcus mutans*, sendo então locais mais susceptíveis à formação de lesões de cárie (Carvalho *et al.*, 1989).

### **2.3.1. Mecanismo de desmineralização dos tecidos dentais**

O ácido láctico, produzido pela fermentação bacteriana dos carboidratos da dieta, geralmente a sacarose, diminui o pH, ocasionando dissolução do esmalte e transporte do cálcio e fosfato para o meio ambiente bucal .

Na realidade, o dente apresenta em relação ao meio ambiente bucal, um comportamento altamente dinâmico. Assim, enquanto for mantido na cavidade bucal um pH maior que 5,5 a composição da saliva em cálcio (Ca) e fosfato (P) supera (supersaturante) o produto de solubilidade de hidroxiapatita (HA). Logo, a tendência físico-química é o dente ganhar Ca e P do meio-bucal. Deste modo, o

pH 5,5 é chamado de crítico, pois até este limite o produto iônico das concentrações de Ca e P na saliva da maioria dos indivíduos é maior do que a dos íons em equilíbrio de uma suspensão de HA . Esta mesma condição ocorre na presença de placa dental, embora seja totalmente indesejável.

Quando se atinge na cavidade bucal um pH menor que 5,5 a saturação da saliva em Ca x P torna-se inferior (subsaturante) em relação ao produto de solubilidade da HA, e, deste modo, a tendência físico-química é o esmalte perder Ca e P para o meio bucal tentando atingir o novo estado de equilíbrio em função do pH atingido. Isto ocorre na placa dental toda vez queingere-se açúcar e atingindo o pH inferior a 5,5 ocorrerá como conseqüência dissolução do esmalte, fenômeno este chamado de *desmineralização* (Cury,1989).

### **2.3.2. Cárie em esmalte**

O desenvolvimento da lesão cariosa em esmalte se dá pelo estabelecimento desses estágios: 1-Estabelecimento da zona translúcida; 2- Surgimento da zona escura; 3-Visualização da formação do corpo da lesão; 4- Aparecimento da lesão branca (a parte orgânica estaria modificada e a dentina poderia apresentar-se alterada); 5- Estabelecimento de uma superfície rugosa no esmalte (*nesta fase, e menos comumente na fase anterior, seria possível obter o sinal radiográfico inicial da cárie*) e 6- Formação de cavidade. (Consolaro, 1994).

O primeiro sinal de lesão cariosa em esmalte que pode ser detectado a olho nu, é denominado lesão de mancha branca. Este sinal ocorre após o biofilme cariogênico provocar uma dissolução direta da porção periférica de cada cristal de hidroxiapatita. Inicialmente ocorre apenas uma dissolução na superfície do esmalte. Não há dor nesta etapa inicial e o processo de destruição do dente é vagaroso, pois o esmalte é muito resistente (Fejerskov & Kidd, 2003).

Clinicamente a lesão de mancha branca, pode ser observada como alterações esbranquiçadas (opacas). Estruturalmente, a translucidez do esmalte relaciona-se ao fenômeno óptico, que depende do tamanho dos espaços intercristalinos. Logo, o conteúdo de preenchimento desses microporos

desempenha fundamental participação no grau de translucidez observado. O aumento da opacidade ocorre devido ao aumento da porosidade interna do esmalte em virtude da desmineralização. Com a continuidade do desafio cariogênico, a porosidade superficial aumenta e o esmalte abaixo da camada subsuperficial fica mais poroso que a superfície. O aumento dos espaços intercristalinos provoca uma modificação nas propriedades óticas. Os poros na estrutura cristalina do esmalte causam uma refração da luz. O esmalte antes translúcido fica esbranquiçado e opaco. O índice de refração da hidroxiapatita é 1,62, portanto, quando os espaços intercristalinos são preenchidos com solução aquosa com índice de refração similar ao da hidroxiapatita (1,33), o espaço intercristalino tende a desaparecer. Se a água é removida e o espaço é preenchido por ar (índice de refração de 1,0) a perda mineral é mais facilmente identificada. Isto acontece porque a diferença entre o índice de refração da hidroxiapatita e dos espaços preenchidos por ar é suficientemente grande para que a mesma porosidade tecidual apareça (Neermann, 2009).

Como tido anteriormente, o processo de desmineralização do esmalte é contínuo e dependente da presença de placa dental (Fejerskov & Manji, 1990). Se houver a manutenção de fatores que possam favorecer o estabelecimento e a progressão da cárie, entre 3 a 4 semanas ocorre a completa dissolução dos sulcos ondulados. Dessa forma há o aumento dos espaços intercristalinos, ou seja, aumento exacerbado da porosidade, formando maiores irregularidades, gerando dessa forma a cavitação (Burnett *et al.*, 1978; Weyne 1989).

A cárie de esmalte, no sentido da superfície em direção a junção amelodentinária, apresentaria as seguintes características, antes da formação de cavidade: 1) Camada superficial aprismática ou camada de Darling; 2) Corpo da lesão, com 10% a 25% de seu volume constituído por microporos; 3) Zona escura, com 2% a 4% de seu volume constituído por microporos; 4) Zona translúcida, com 1% de seu volume ocupado por microporos. (Hoffman, 1969; Thylstrup e Fejerkov, 1988; Consolaro, 1994).

A progressão da cárie de esmalte se faz na mesma direção dos prismas e das estrias incrementais de Retzius. Quando ocorre o comprometimento da junção amelo-dentinária, independentemente da existência ou não de cavidade, muitos ácidos alcançam a dentina por difusão, podendo ser encontradas alterações dentinárias e/ou pulpares (Consolaro,1994).

#### **2.4. Monômeros comumente utilizados em Odontologia**

Alguns monômeros são comumente utilizados em materiais resinosos em Odontologia. Os monômeros com grupamentos metacrilato são amplamente utilizados uma vez que apresentam propriedades de reatividade, polimerização, manipulação e resistência adequadas ao uso no meio bucal (Kanca,1992).

Basicamente, dois tipos de monômeros podem ser distinguidos: monômeros de ligação cruzada e monômeros funcionais. Enquanto monômeros funcionais têm somente um grupo polimerizável, monômeros de ligação cruzada têm dois ou mais grupos polimerizáveis (grupos vinílicos ou  $-C=C-$ ) (Van Landuyt *et al.*, 2007).

Nos monômeros, o grau de conversão é um fator importante porque influencia as propriedades mecânicas do polímero e a quantidade de monômeros livres que podem ser diluídos do material. Porém, o grau de conversão não caracteriza a estrutura do polímero. Polímeros diferem em linearidade e mesmo tendo diferentes densidades de ligações cruzadas podem ter valores similares de conversão (Asmussen; Peutzfeldt, 2001; Coessens *et al.*, 2001).

Sabendo que monômeros de alto peso molecular reduzem a concentração de duplas ligações, o que pode diminuir a densidade de ligações cruzadas e prejudicar as propriedades mecânicas, à copolimerização com monômeros de baixo peso molecular, é efetiva para contornar esse problema. Dessa forma, melhora-se a conversão de duplas ligações e reduz a contração de polimerização, diminuindo a densidade de ligações cruzadas do polímero, o que pode ser prejudicial às propriedades mecânicas da rede polimérica (Anseth *et al.*, 1996).

Geralmente a matriz dos materiais resinosos é composta por monômeros dimetacrilatos como o Bisfenol A Glicerolato Dimetacrilato (BisGMA), que é uma molécula longa e rígida. Este é monômero bifuncional, hidrófobo que possui longa separação entre os dois grupamentos metacrilatos em ambas as extremidades da molécula, promovendo maior reatividade, assim como anéis aromáticos que conferem rigidez ao monômero, e grupamentos hidroxila, com baixa contração de polimerização, polimerização rápida, sendo que estas características aumentam a viscosidade do monômero (Rüttermann, 2010).

Como substitutos ao BisGMA são utilizados, o Bisfenol A Dimetacrilato Etoxilato (BisEMA), outro monômero bifuncional, hidrófobo, muito utilizado nas matrizes de materiais resinosos juntamente com o diluente. Ele é obtido por uma modificação na molécula de BisGMA através da substituição dos grupamentos pendurados de hidroxilas (radicais pendentes) por um átomo de hidrogênio. Os grupamentos hidroxila são responsáveis pela sorção de água e principalmente pela viscosidade extremamente alta do BisGMA, pois formam ligações moleculares por ligações de hidrogênio. Estas ligações aumentam a interação intermolecular do BisGMA, dificultando a mobilidade ou deslizamento entre as cadeias (Sideridou *et al.*, 2002). Sendo assim, o BisEMA é menos viscoso e menos susceptível a hidrólise que o BisGMA.

Outro monômero utilizado é o Uretano Dimetacrilato (UDMA) que também é um monômero hidrófobo, apresenta uma baixa viscosidade, com ligação uretano e ausência dos anéis aromáticos o que lhe confere alta flexibilidade, podendo melhorar a dureza dos materiais (Glenn, 1982; Andrzejewska, 2001). Pode ser usado sozinho, devido sua baixa viscosidade ou em combinação com outros monômeros, como BisGMA, BisEMA e TEGDMA (Barszczewska-Rybarek, 2009). São encontrados em alguns produtos comerciais para diminuir a viscosidade do produto final.

Como diluentes são utilizados monômeros como o Trietileno Glicol Dimetacrilato (TEGDMA), um monômero de baixa viscosidade, que também

funciona como um agente de ligação cruzada, melhorando a polimerização dos monômeros e as propriedades físicas do polímero (Sideridou, 2002).

Possui menor peso molecular e maior concentração de ligações duplas (Barszczewska-Rybarek, 2009). É uma molécula linear relativamente flexível, possibilitando maior densidade de ligação cruzada no polímero, apresentando uma estrutura mais heterogênea, com maior sorção de água, em relação aos outros monômeros hidrófobos, o que provoca um maior crescimento de cadeias poliméricas.

Assim como o 2- hidroxietil metacrilato (HEMA), monômero hidrófilo, possui papel de diluente devido ao tamanho da molécula e papel de promotor de infiltração da resina no substrato por hidrofiliidade, favorecendo um melhor molhamento, pois diminuem a tensão superficial do adesivo (Maciel *et al.*, 1996). Uma desvantagem da hidrofilia do diluente HEMA, é a alta absorção de água e o conseqüente encharcamento, o que pode inibir a polimerização, mesmo após fixado em uma cadeia polimérica. Portanto, quando em alta quantidade, produz um polímero mais flexível e de qualidade inferior (Burrow *et al.*, 1999).

Outra forma de conseguir uma fluidez necessária nos monômeros é através da adição solventes orgânicos (Carvalho *et al.* 2003) à mistura. Além de também possuírem papel de difusão dos monômeros no substrato, através da evaporação da água do substrato, e dessa forma possibilitar que os espaços antes ocupados por esta sejam preenchidos prontamente pelos monômeros (Jacobsen & Soderhölml, 1995).

Comercialmente nos sistemas adesivos, são empregados basicamente três tipos de solvente, na forma isolada, ou combinação entre eles, sendo, etanol, acetona e água (Frankerberger *et al.*, 2001; Perdigão, 2001). Materiais a base de acetona parecem ser mais sensíveis ao substrato seco do que aqueles à base de água (Jacobsen & Soderhölml, 1998; Perdigão & Frankenberger, 2001). Entretanto, os à base de água e etanol demonstraram ser menos sensíveis à variação da umidade (Perdigão & Frankenberger, 2001). A escolha do tipo de

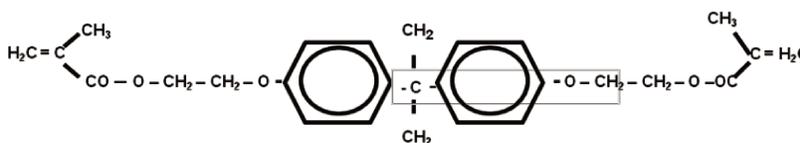
solvente a ser empregado depende frequentemente da solubilidade dos mesmos nos monômeros resinosos.

Após carrear os monômeros, os solventes devem ser evaporados, pois sua presença poderá interferir com a polimerização dos monômeros resinosos (Asmussen, 1977; Santerre *et al.* 2001; Yiu *et al.*, 2005; Ferracane 2006).

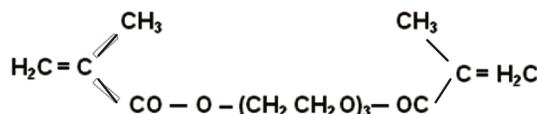
Ye *et al.*, 2007 observaram que a resistência à tração e o módulo de elasticidade diminuem com o aumento do conteúdo de etanol no material, sugerindo que a estrutura de ligações cruzadas do polímero possa ser danificada de acordo com o conteúdo de etanol, embora o grau de conversão seja similar à composição livre do solvente. Esse fato pode ser explicado pela presença de radicais pendentos na cadeia de polimerização de monômeros multi-vinílicos. Esses pendentos podem reagir com radicais pela ciclização primária, isto é, na qual o macroradical une-se ao pendente na mesma cadeia, ou por ciclização secundária, quando o radical ataca o pendente em outras cadeias já incorporadas à rede polimérica, ou intermolecular, por meio de reações de ligações cruzadas que são responsáveis pela agregação de microgéis, formando um macrogel que contribui para a resistência da rede polimérica.

Entretanto, as reações do pendente com os radicais centrais sobre a mesma macromolécula não contribuem para a densidade de ligações cruzadas, mas, facilitam a formação de microgéis. Estes, que são formados próximos aos centros de iniciação, rapidamente tornam as regiões locais de baixa mobilidade de radicais, diminuindo a polimerização. Estas cadeias não ideais causam desenvolvimento e distribuição não homogênea de mobilidade de cadeias que leva ao relaxamento. Quanto maior a concentração de solvente, maior a ciclização primária, heterogeneidade, formação de microgéis e atraso no ponto de gel. Assim, a gradual ampliação da transição vítrea com o aumento do conteúdo de etanol na mistura produz um aumento na heterogeneidade da rede polimérica (Ye *et al.*, 2007).

### BisEMA



### TEGDMA



### UDMA

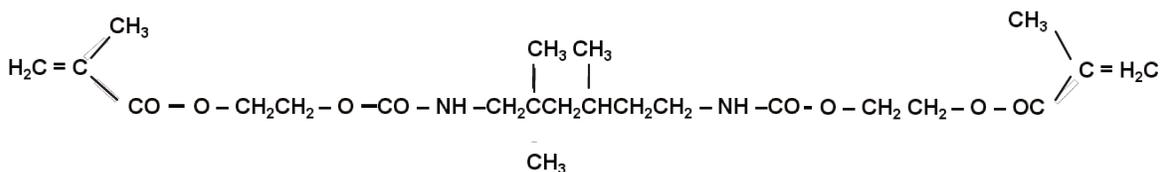


Figura 1. Estrutura química dos monômeros utilizados no experimento.

## 2.5. Métodos interceptativos de lesão inicial de cárie

A diminuição da prevalência de lesões de cárie em crianças e adultos jovens no Brasil, (Narvai *et al.*, 2000, Gushi *et al.*, 2005), e em outros países (Marthaler *et al.*, 1996; Marthaler *et al.*, 2004) vem sendo observada nas últimas décadas, sendo esta mudança acompanhada pela alteração no comportamento e distribuição das lesões de cárie das superfícies afetadas.

Houve redução da cárie principalmente de superfícies lisas e interproximais, com aumento da prevalência de lesões de cárie oclusais, sendo que estas ocorrem mais em fóssulas e fissuras devido à morfologia complexa o que dificulta o debridamento mecânico na superfície oclusal (Tandon *et al.*, 1989). Como consequência há o acúmulo de biofilme nesta região (Narvai *et al.*, 2000). Além de não se beneficiarem efetivamente do mecanismo tampão da saliva e da ação tópica ou sistêmica do flúor presente nas águas de abastecimento, do uso de dentífricos fluoretados ou da aplicação profissional de fluoretos, fatos estes, que potencializam o processo de desmineralização do esmalte dental (Nikiforuk, 1985).

Por ter um grande alcance populacional, a fluoretação das águas de abastecimento público é considerada a medida mais eficaz de prevenção contra a

cárie dentária, promovendo efetiva redução na incidência em populações de diferentes níveis sócio-econômicos, independentemente da cooperação e do interesse dos mesmos (Newbrun, 1988; Pinto, 1990). Isso pode ser demonstrado através de estudos em comunidades que consomem água fluoretada em concentrações ideais, sem interrupções, chegando a apresentar uma redução de 50 a 60% nos níveis de cárie dentária (Cury, 1989; Cury, 1992; Newbrun, 1988; Pereira, 1995; Pinto, 1990). Paralelamente, a crescente utilização de dentifrícios fluoretados e a implantação de programas preventivos (conscientização da população em relação à saúde bucal e ênfase à educação para a saúde) tem contribuído para uma redução da prevalência de cárie no país (Narvai, 1996; Gushj; 2005).

Para prevenção da cárie em crianças de diferentes níveis de risco, outro método eficaz, tem sido a aplicação de selantes (Truman *et al.*, 2002; Ahovuo-Saloranta *et al.*, 2004). Entretanto, a eficácia deste material no controle da cárie dental é limitada. Apesar da evidência da eficácia primária, a prevalência do selante entre crianças de baixa renda (que estão em maior risco de cárie dentária) é de cerca de 30% (Dye *et al.* 2007), bem abaixo do objetivo de saúde para a população em 2010 que seria de 50%. Sendo o selante uma barreira mecânica, o seu sucesso depende da sua retenção.

Os requisitos de um selante eficiente incluem: (1) uma baixa viscosidade permitindo a penetração em fissuras profundas e estreitas, mesmo em dentes superiores, (2) tempo de trabalho adequado, (3) presa rápida, (4) boa e prolongada adesão ao esmalte, (5) baixa sorção e solubilidade, (6) resistência ao desgaste, (7) irritação mínima aos tecidos, (8) ação cariostática (Brauer, 1978).

Uma medida para se tentar evitar cárie de fósulas e fissuras por inibição é através da incorporação de flúor em selantes (Papacchini F. *et al.*, 2005). Embora estudos tenham demonstrado que outros agentes tais como vernizes contendo flúor, dentifrício, bochechos e géis, podem reduzir a prevalência de cárie, o flúor liberado de materiais dentários também desempenha um papel promissor na prevenção de cárie. A capacidade de um material em atuar como um

reservatório de flúor é uma vantagem distinta de resistência à cárie. A adição de flúor pode reduzir a solubilidade do esmalte bem como auxiliar na remineralização do esmalte aumentando resistência à cárie em superfícies de esmalte (Salar *et al*, 2007). Entretanto, estudos de Kantovitz *et al.* 2009 demonstraram que independente do material possuir ou não fluoretos na composição, a proteção à cárie oclusal ocorre apenas sob o material, funcionando portanto, como uma barreira mecânica.

Desde década de 70, há estudos demonstrando que as lesões de cárie artificial podem ser penetradas pelo menos parcialmente, com adesivos e selantes de fissuras comercialmente disponíveis (Davila *et al.*, 1975; Rodda, 1983; Gray e Shellis, 2002; Schmidlin *et al.*, 2004; Meyer-Lueckel *et al.*, 2006, Hevinga,2007), o que resulta na redução da progressão da lesão em um ambiente cariogênico (Davila *et al.*1975; Robinson *et al.*, 1976, 2001; Goepferd e Olberding, 1989; Donly e Ruiz, 1992; Paris *et al.*, 2006). Primeiramente, ultrapassando a barreira oferecida pela superfície do esmalte, área altamente mineralizada com número e volume de poros reduzidos. Então, por capilaridade, penetram nos espaços interprismáticos, atingindo o corpo da lesão, polimerizando-se nesta área e formando a estrutura perdida pela desmineralização produzida pelos ácidos do biofilme (Davilla *et al.*1975).

Robinson *et al.*, 1976 realizaram estudo utilizando uma formulação com resorcinol-formaldeído, que cumpriu a maioria dos critérios de um material adequado para o tratamento de lesões de cárie. Entretanto, apesar de obter uma boa penetração tanto *in vitro* como *in vivo* com esta formulação, houve ulceração da mucosa ao redor dos dentes tratados e efeitos irritantes ao redor do ápice radicular, além de apresentar-se esteticamente desfavorável – cor vermelha (oxidação). Com isso o conceito de tal tratamento e as técnicas desenvolvidas para a sua utilização, parece apontar uma nova linha de abordagem viável para o tratamento da cárie dentária.

Em vista dos recentes avanços na ciência dos polímeros, outros materiais tem sido desenvolvido com o propósito de penetrar e paralisar a

progressão da lesão de cárie, são as resinas fotopolimerizáveis de baixa viscosidade, denominadas “infiltrantes” (Paris et al, 2007b).

O estudo de Hevinga *et al.* (2007), avaliou o efeito de um sistema adesivo à base de etanol na microinfiltração e profundidade de penetração do selante em fissuras após diferentes circunstâncias de contaminação de superfície. Como selamento de fósulas e fissuras, pode trazer o risco de contaminação que influencia na efetividade do selante, um sistema adesivo à base de etanol deve ser utilizado por ter o poder de conduzir a evaporação da água na superfície oclusal, o que pode resultar numa melhor adaptação do selante. Os resultados obtidos neste estudo *in vitro* mostraram que a aplicação de um sistema adesivo previamente ao selamento de fissuras cariadas após contaminação com água reduziu significativamente a microinfiltração e aumentou a profundidade de penetração do selante. A aplicação de um sistema adesivo após contaminação com saliva ou uma combinação desta ao ar de secagem, não revelaram diferenças significativas no grau de infiltração, pois mesmo com a secagem de um adesivo a base de etanol, os peptídeos da saliva podem impedir uma adaptação apropriada do selante ao esmalte preparado, porém a profundidade de penetração do selante aumentou significativamente, o que poderia aumentar a retenção do material. Entretanto, outros estudos realizados em fissuras sadias mostraram que o uso de um adesivo anterior ao selamento após contaminação com saliva reduziu significativamente a microinfiltração (Hebling e Feigal, 2000; Borsatto *et al.*, 2004).

Em seus recentes estudos *in vitro*, Celiberti e Lussi (2007), compararam a profundidade de penetração e o nível de microinfiltração de selantes aplicados em fissuras sadias com aquele em que os selantes foram aplicados em fissuras com lesões cariosas artificiais e naturais em esmalte. Os resultados mostraram que a microinfiltração do selante foi significativamente influenciada pela condição do esmalte (sadio, lesão cariada artificial ou natural em esmalte) e a localização da lesão de cárie.

Comparado ao selamento de fissuras cariadas, o selamento de fissuras sadias mostrou-se mais eficaz na obtenção de um selamento adequado e uma

melhor profundidade de penetração do material selador (Hevinga *et al.*, 2007). Fato este provavelmente devido a menor resistência de união do material ao esmalte cariado.

Em comparação com o selantes, que promovem uma camada superficial de resina, os “infiltrantes” têm como objetivo a sua infiltração no interior do substrato, estabelecendo uma barreira de difusão dentro da lesão de cárie incipiente. Isso pode ter várias vantagens, como a facilidade de aplicação e a prevenção das margens do selante. No entanto, a praticidade superior e eficácia clínica do tratamento de infiltração ainda precisam ser demonstradas; portanto, vários ensaios clínicos controlados foram iniciados tanto em lesões artificiais como em naturais (Meyer-Lueckel e Paris, 2008b).

As lesões naturais e artificiais diferem-se em vários aspectos, sendo a diversidade principal a camada superficial. Devido à alternância de ciclos de desmineralização e remineralização na cavidade oral, a camada superficial de lesões naturais, obviamente, é heterogênea e pode apresentar maior teor de minerais em relação às lesões artificiais. Para a camada superficial das lesões artificiais de esmalte, uma espessura média de 15-30  $\mu\text{m}$  (Silverstone, 1973; Kielbassa *et al.* 2005) e um teor de minerais de 63-76% vol/vol (Kielbassa *et al.* 2005) têm sido relatados. Em contrapartida, nas lesões naturais uma espessura média de 40  $\mu\text{m}$  e conteúdo mineral de 83% foram observados na camada superficial (Bergman e Lind, 1966). Dessa maneira, não pode ser diretamente aplicável a transferência de resultados de lesões artificial para natural (Meyer-Lueckel e Paris, 2008a).

Além disso, lesões naturais diferem de lesões artificiais não só com relação à espessura e porosidade da camada superficial, mas também em relação a histologia do corpo da lesão (Meyer-Lueckel e Paris, 2008a).

Como já citado em tópico anterior, durante o desenvolvimento das lesões iniciais de cárie em esmalte, pode-se observar em microscopia de luz polarizada a presença de quatro zonas histológicas típicas: 1- Zona superficial: camada relativamente intacta (20 a 50  $\mu\text{m}$  de espessura), de aspecto normal, com

uma perda mineral de aproximadamente 1%, clinicamente a superfície aparece inalterada; 2- corpo da lesão: é a zona mais larga e com maior índice de desmineralização, região que apresenta a maior porcentagem de volume de poros, chegando a apresentar perdas de mineral de até 50%; 3- Zona escura: a qual é passível de visualização quando o meio de embebição é a quinolina observa-se nesta região gradual diminuição das perdas minerais; 4- Zona translúcida: sua presença não é comum em todas as lesões, sendo a perda mineral nesta camada de 1%, representa a frente de avanço da lesão de cárie, sua espessura varia de 5 a 100  $\mu\text{m}$ . Apesar de possuir uma superfície relativamente intacta, as lesões iniciais de cárie em esmalte possuem uma superfície 10 a 50 vezes mais porosa que o esmalte sadio (Silverstone, 1973; Fejerskov & Kidd, 2003).

O diâmetro dos poros dentro das lesões não é comparável nas diferentes zonas da lesão (Silverstone, 1973). Assim, a velocidade de penetração poderia variar nas diferentes profundidades de lesão. Portanto, uma correlação linear entre o coeficiente de penetração (CP) e a profundidade de penetração em lesões artificiais ou naturais subsuperficiais não é passível de ser encontrada. No entanto, o CP pode fornecer uma indicação para a ação capilar, induzindo a penetração da resina nas lesões (Paris *et. al.*, 2009).

A capilaridade é responsável pela infiltração das lesões do esmalte através do impulso que causam para que ocorra a infiltração. Conseqüentemente, ambos, o volume de poros e o raio capilar do sólido a ser penetrado, sofrem forte influência da infiltração de resina. Portanto, a camada superficial pode dificultar a penetração da resina devido ao volume de poros relativamente baixo presente. Nestes casos, o condicionamento tem como objetivo remover a camada superficial e, assim, aumentar a infiltração da resina no corpo da lesão (Meyer Lueckel e Paris, 2007a).

A união dos materiais adesivos ao esmalte dental é dada pela formação de prolongamentos resinosos (tags) realizando o embricamento micromecânico do material com a estrutura do esmalte, sendo o condicionamento ácido

imprescindível para a criação de uma superfície porosa produzida pela desmineralização para que os monômeros possam permear os poros e formar tags e conseqüentemente o embricamento micromecânico (Torri, *et al*, 2002). Lembrando que, a polaridade dos monômeros funcionais é de grande importância para a penetração dos mesmos nas porosidades do substrato (Nakabayashi *et al.*, 1982).

A remoção ou aumento dos poros da camada superficial da lesão, por ataque ácido, tem sido considerada uma opção para aumentar a porosidade da superfície a fim de tornar a base do corpo da lesão acessível para íons minerais (Hicks e Silverstone, 1984; Larsen, 2001). Este procedimento é essencial para uma infiltração bem-sucedida dos “infiltrantes” no corpo da lesão (Paris *et al.*, 2007c). O condicionamento com ácido fosfórico a 37% em lesões artificiais aumentou a penetração da resina (Gray e Shellis 2002).

No entanto, estudos mostraram que uma mesma profundidade de infiltração não pode ser alcançada em lesões de cárie natural, utilizando os protocolos de tratamento idêntico ao de lesões artificiais, devido às diferenças estruturais entre lesões artificiais e naturais já citadas anteriormente (Paris, *et al.* 2007c).

A camada de superfície também pode ser eliminada mecanicamente, por exemplo, por meio de uma broca diamantada, polimento ou tira de lixa (Croll, 1987). Porém, esse procedimento pode ocluir os poros da lesão com uma camada de esfregaço (*smear layer*), especialmente no espaço proximal (Meyer-Lueckel *et al.*, 2007). Já com ataque ácido, a redução da camada superficial pode ser controlada.

Meyer-Lueckel *et al.* (2007), avaliaram o efeito do ataque ácido de um gel de ácido fosfórico 37% comercialmente disponível e dois géis de ácido clorídrico experimentais, de 5 e 15%. O ácido fosfórico é amplamente utilizado em concentrações de superfícies de 30-40% para o condicionamento do esmalte e dentina em odontologia adesiva. Em estudos anteriores, já foi aplicado para a redução da camada de superfície antes da infiltração das lesões com resinas

(Gray e Shellis, 2002; Meyer-Lueckel *et al.*, 2006; Paris *et al.* 2006), e para fins de "selamento" de lesões naturais de esmalte (Martignoni *et al.* 2006). O ácido clorídrico tem sido aplicado em odontologia estética para remover manchas superficiais por microabrasão do esmalte em concentrações semelhantes aos do estudo de Meyer-Lueckel (McCloskey, 1984; Croll e Cavanaugh, 1986; Mathewson *et al.*, 1987).

Os resultados obtidos por Meyer-Lueckel *et al.*, (2007) revelaram que o gel de ácido fosfórico a 37% não é adequado para remover a camada superficial de lesões naturais quando aplicado por 30-120 segundos, em contraste com tratamento com o gel de ácido clorídrico 15% por 90-120 segundos que levou a uma quase completa remoção da camada superficial e, portanto, parece ser mais adequado para o pré-tratamento das lesões de esmalte natural antes da infiltração de resina. No entanto, mesmo com este esquema de ataque ácido, um dos adesivos (Excite – Ivoclar -Vivadent) penetrou em média, apenas 58 µm em lesões naturais (Paris *et al.*, 2007c). Além disso, pode-se ressaltar que a remoção da camada superficial pode enfraquecer a estrutura da lesão (Paris *et al.*, 2007b). Os valores da erosão da superfície após o condicionamento com ácido fosfórico observado neste estudo estão em conformidade com relatos anteriores, nos quais o esmalte sadio (Hermsen e Vrijhoef, 1993) ou lesões artificiais (Hicks *et al.* 1984) foram condicionados.

Como mencionando, uma etapa de condicionamento para a infiltração de resina em lesões naturais de cárie, para remoção da camada de superfície impermeável, deverá ser removida com gel de ácido clorídrico (15%) para alcançar infiltração melhorada em dentes permanentes. Não estando claro se este regime de condicionamento pode ser transferido para a dentição decídua, no qual as diferenças na superfície em relação a dentição permanente são existentes. Paris *et al.*,(2009) realizou um estudo para testar essa hipótese,e concluíram que o condicionamento com ácido fosfórico a 37%, resultou em redução incompleta da camada superficial em todos os grupos,enquanto que o gel de ácido clorídrico

15% por 90-120 s, promoveu uma erosão efetiva da camada superficial da lesão natural de cárie em esmalte de dentes decíduos.

Com o intuito de melhorar a capacidade de penetração da resina, foram avaliadas diversas misturas monoméricas que diz respeito ao seu coeficiente de penetração (CP) (Paris *et al.*, 2007a). E também a influência do coeficiente de penetração (PC; equação 1) de resinas experimentais de baixa viscosidade fotopolimerizáveis e o tempo de aplicação na profundidade de penetração (Paris *et al.* 2007b). O CP faz parte da equação de Washburn (equação 2), que descreve a penetração de líquidos (resinas fotopolimerizáveis) em sólidos porosos (lesões de esmalte) conduzido por forças capilares (Fan *et al.*, 1975; Buckton, 1995). A boa correlação entre a profundidade de penetração e a raiz quadrada do produto do CP e o tempo de aplicação pode ser mostrado (equação 3) (Meyer-Lueckel e Paris, 2008b). A equação de Washburn é descrita pelas fórmulas:

$$PC = \left( \frac{\gamma \cdot \cos\theta}{2\eta} \right) \quad (1)$$

$$d^2 = \left( \frac{\gamma \cdot \cos\theta}{2\eta} \right) r \cdot t \quad (2)$$

$$d \sim \sqrt{PC \cdot t} \quad (3)$$

onde  $d$  = distância movida pela resina líquida;  $\theta$  = ângulo de contato da resina líquida ( com o esmalte);  $\gamma$  = tensão superficial da resina líquida ( com o ar);  $\eta$  = viscosidade dinâmica da resina líquida;  $t$  = tempo de penetração;  $r$  = raio de capilaridade (poro).

Assim, Paris *et al.* (2007b), concluíram que as resinas com maiores CPs penetraram lesões artificiais de esmalte significativamente mais rápido em comparação com um adesivo comercialmente disponível ou com misturas apresentando CPs menores. Além disso, Meyer-Lueckel e Paris (2008) observaram que a profundidade de penetração esteve também fortemente

correlacionada com a capacidade de um material em dificultar a progressão da lesão. Em particular, a utilização de misturas monoméricas com CPs maiores que 200 cm / seg (material resinoso de baixa viscosidade) é preferível para a infiltração de cárie, como sugerido a partir destes estudos de lesões artificiais. (Meyer-Lueckel e Paris, 2008a). Sendo que este valor foi comprovado em estudo in vitro realizado por Paris e Meyer-Lueckel, 2010c.

Em relação ao CP, os materiais resinosos de baixa viscosidade obtiveram resultados semelhantes ao adesivo disponível no mercado (Excite-Vivadent®), com melhores resultados de penetração, sendo uma característica importante porque além de influenciar a penetração dos materiais, permite estimativa da hipermeabilidade do selamento( Meyer-Lueckel e Paris, 2008b).Entretanto, é provável que a profundidade de penetração por si só não seja o único fator preditivo para a progressão das lesões infiltradas em um ambiente desmineralizante. Outras características como a estabilidade à hidrólise ou homogeneidade da infiltração da resina podem influenciar a impermeabilidade da camada de resina e, portanto, a resistência das lesões seladas a ataques cariogênicos (Meyer Lueckel e Paris, 2008b).

Heterogeneidades foram relatadas previamente (Paris *et al.*, 2006) e podem ser causadas pela contração de polimerização, evaporação incompleta de solvente, ou inibição de oxigênio. Para minimizar esses efeitos, estudos anteriores mostraram que a aplicação repetida de resina pode reduzir estas porosidades e, portanto, diminuir ainda mais a progressão da lesão (Robinson *et al.*, 2001).

Além disso, Meyer-Lueckel *et al.* (2006) avaliaram a influência do tempo de aplicação na penetração, concluindo que um tempo de aplicação de 30 segundos ou maior deve ser utilizado para otimizar o selamento da lesão resultando em profundidades de penetração maiores e camadas resinosas mais compactas.

Paris *et al.* (2007a) compararam o coeficiente de penetração de vários produtos disponíveis comercialmente como selante (Helioseal) e adesivos (Adper Prompt L Pop, Excite, Heliobond, Resulcin Monobond, Solobond M), e 66 resinas

experimentais contendo dois dos monômeros BisGMA, UDMA, TEGDMA e HEMA em proporções de peso variáveis cada tanto quanto o etanol (0%, 10% e 20%). Como resultados, obtiveram que os produtos comercialmente disponíveis contendo solventes, como acetona (Solobond M), etanol (Excite), e água (Adper Prompt L Pop) mostraram menor tensão superficial e viscosidades comparado com os materiais sem o solvente. Os materiais contendo solventes também mostraram os maiores coeficientes de penetração. As resinas contendo altas quantidades de HEMA e TEGDMA mostraram baixa viscosidade e alto CP. Em contraste, BisGMA e UDMA aumentaram a viscosidades e diminuíram o CP. Cinco resinas experimentais contendo altas quantidades de BisGMA ou UDMA foram muito viscosas para serem medidas com dispositivos disponíveis. A adição de etanol diminuiu as viscosidades, tensões superficiais e ângulos de contato de todas as combinações levando ao aumento do CP para todas as combinações de monômeros. O maior CP foi encontrado para os compósitos contendo TEGDMA < HEMA e 20% de etanol. Os compósitos contendo altas quantidades de HEMA e etanol não polimerizaram suficientemente, produzindo materiais líquidos ou borrachóides. Lesão incompletamente infiltrada, dentro da camada de resina é causada pela contração de polimerização e ou evaporação incompleta do solvente (Meyer Lueckel e Paris, 2008a). Resinas experimentais com alto CP penetraram mais rápido em lesões artificiais de esmalte comparadas com os adesivos comercialmente disponíveis com baixo CP. Portanto, o material resinoso de baixa viscosidade deve fornecer alto CP, tempo de aplicação suficiente para ocluir o esmalte desmineralizado e inibir a progressão da lesão. (Meyer Lueckel e Paris, 2008b).

Com o objetivo de avaliar estas hipóteses, foi realizado um estudo in vitro (Paris e Meyer Lueckel , 2010c) comparando a penetração de resinas experimentais em lesões naturais de manchas brancas em esmalte, variando o CP e a adição de etanol utilizando condicionamento prévio com ácido clorídrico 15% por 2 minutos e aplicação por 5 minutos por uma das 4 resinas experimentais (1-24,75% de BisGMA e 74,25% TEGDMA; 2-19,8% BisGMA, 59,4%

TEGDMA,19,8% etanol; 3- 99% TEGDMA; 4- 79,2% TEGDMA,19,8% etanol), todas com 0,5% de ativador e 0,5% de inibidor. Concluiu-se que os materiais com alto CP (infiltrantes) devem ser constituídos principalmente por TEGDMA e devem ser capazes de penetrar profundamente no corpo de lesões naturais. Uma resina livre de solventes parece ser preferível, já que seu grau de polimerização fica aumentado, comparado com as resinas que contém solventes.

Após terem sido realizados vários estudos analisando a composição de resinas experimentais de baixa viscosidade, recentemente, foi lançado no mercado, o infiltrante Icon (DMG; Hamburg, Germany), com o objetivo de penetrar nas lesões iniciais de cárie em esmalte em superfícies livres e interproximais. Paris *et al.* (2010a) concluíram em seu estudo *in situ*, que a infiltração de cárie incipiente, utilizando este material (Icon, DMG; Hamburg, Germany) é um método eficaz de inibir a posterior desmineralização das superfícies designadas para o tratamento, sob condições altamente cariogênicas .

Até agora, a eficácia da infiltração de cárie tinha sido investigada apenas *in vitro* (MeyerLueckel e Paris, 2008b, 2010c) e *in situ* (Paris e Meyer-Lueckel,2010a).

Paris *et al.*, 2010b avaliaram a eficácia clínica de infiltrantes em lesões de cárie interproximal *in vivo*. O tratamento foi realizado por um único examinador, em 22 pacientes, 29 lesões, com dois grupos. Grupo teste (aplicação de Icon-DMG) e grupo controle (placebo). Um dique de borracha foi aplicado para atingir condições ótimas de trabalho. No grupo teste, dentes afetados, foram ligeiramente separados por cunhas de plástico (Wedge Paus; Garrison, Übach-Palenberg, Alemanha) para deixar um espaço abaixo do ponto de contato. Um pedaço de folha de poliuretano foi colocado na área de contato com um suporte de plástico para proteger o dente adjacente. O condicionamento com ácido clorídrico 15 % (ícone do produto pré-DMG, Hamburgo, Alemanha) foi aplicado com uma seringa na região abaixo do contato ponto para 120 segundos (Paris *et al.* 2007c). Posteriormente, o gel foi lavado com água e seco com ar durante 30 segundos. A lesão foi descalcificada pela secagem de ar por 10 segundos, para efetivar a

infiltração, aplicação de etanol por 10 segundos e nova secagem por 10 segundos para efetivar sua evaporação. Aplicação do infiltrante (ICON - DMG). Depois de 5 minutos de tempo de penetração, o excesso de material foi removido pela secagem com ar e uso do fio dental, a resina foi polimerizada durante 1 minuto.

A etapa de infiltração foi realizada com um tempo de penetração de 1 minuto para se obter melhor infiltração das porosidades (Robinson *et al.*, 2001). Para evitar mudanças de comportamento dos participantes em relação à higiene bucal, eles não foram informados sobre o tipo de tratamento dos seus dentes. Para assegurar o experimento cego, foi realizado um placebo, tratamento nos dentes controle: em vez de ácido clorídico 15% e infiltrante, água foi usada. Fluoretação da água, instruções de higiene bucal e dieta e foram dadas aos pacientes.

Após 18 meses as lesões foram avaliadas quanto a progressão (avaliada por subtração radiográfica digital). No grupo teste, 02/27 lesões (7%) e no grupo controle 10/27 lesões, ou seja, respectivamente 7% e 27% das lesões apresentaram progressão, comprovando que a infiltração de lesões naturais com o material resinoso de baixa viscosidade, impede a progressão da mesma.

## **2.6. Ensaios mecânicos para teste de união**

Os ensaios de união mais frequentemente utilizados, são aqueles que avaliam a resistência de união de diversos sistemas adesivos à estrutura do esmalte e dentina. Sendo os de cisalhamento e tração os mais utilizados (Pashely *et al.* 1999; De Munck *et al.*, 2005) Entretanto, estes testes freqüentemente produzem falhas coesivas no substrato por falta de uniformidade na distribuição das forças na região de interface de união (Van Noort, 1991; Sano, 1994; Pashey, 1995; Versluis, 1997; Phrukkanom *et al.*, 1998a,b; Schreiner, 1998). Diante disso, espera-se que características intrínsecas do esmalte, como a friabilidade e o baixo módulo de elasticidade, possam torná-lo mais susceptível às falhas coesivas.

Com a intenção de minimizar as inconsistências presentes nos ensaios convencionais de tração, Sano *et al.* (1994) desenvolveram o teste de

microtração, que recebeu esta denominação devido ao tamanho diminuído dos amostras utilizados, que são obtidas através de finas secções seriadas do substrato, com áreas reduzidas de secção transversal, o que permite uma melhor distribuição das forças em razão da homogeneidade das estruturas. Conseqüentemente, a incidência de fratura coesiva no substrato é reduzida, tornando possível uma real mensuração da resistência de união (Sano H, 1994; Shono, 1997; Phrukkanom, 1998 a,b; Shono, 1999).

Os resultados dos ensaios de microtração apresentam relação inversa à área de superfície unida (Sano et al., 1994; Shono *et al.*, 1997; Phrukkanon *et al.*, 1998a,b; Pashley *et al.*, 1999), a maioria das fraturas ocorre na região de interface de união entre o adesivo e o substrato. Neste ensaio também há a possibilidade de avaliar a resistência de união em diversas regiões do mesmo substrato, calcular a média e o desvio-padrão em um único dente, e testar a resistência de união em superfícies irregulares (Pashley *et al.*, 1999). Além de ainda permitir verificar a efetividade da adesão a estruturas clinicamente relevantes como tecido cariado (Nakajima *et al.*, 1995) e dentina esclerótica (Tay *et al.*, 2000; Kwong *et al.*, 2002).

A desvantagem do teste está relacionada à necessidade de sensibilidade técnica na obtenção das amostras. Muito cuidado deve ser tomado para impedir ou reduzir a formação de micro-fraturas na interface de união durante o preparo das amostras (Ferrari *et al.*, 2002).

É encontrada nos estudos uma diferenciação nos amostras, podemos encontrar amostras no formato de palitos, amplulhetas ou halteres, com área da secção transversal variando de 0,5mm-1,5mm, podendo influenciar nos valores de resistência de união à microtração (Goracci *et al.*, 2004).

Há também estudos recentes que preconizam novos métodos análise de pequenas áreas da estrutura dental, chamado de microcissalhamento (Shimada *et al.* 2002 ;McDonough *et al.*, 2002). Para este ensaio não é necessário o passo que envolve o corte das amostras, usa um cilindro de resina, unido perpendicularmente ao substrato, construído a partir de um tubo cilíndrico

denominado Tygon, com aproximadamente 0,8mm de diâmetro interno e 0,5mm de altura (Shimada *et al.*, 2002, Shimada *et al.* 2003). Apesar de permitir a padronização dos corpos-de-prova, a padronização do local de atuação das forças é dificultada (Phrukkanon *et al.*, 1998a,b).

Os testes que utilizam área de secção transversal reduzida possibilitam a análise completa da área fraturada, diferentemente dos testes convencionais (Pashley *et al.*, 1995; Hashimoto *et al.*, 2001).

Deve-se observar que os valores de resistência de união não podem ser considerados como propriedade do material (Van Noort *et al.*, 1989). Os dados obtidos têm ligação direta com os fatores experimentais, como por exemplo, o tipo de sistema adesivo ou compósito, o tamanho do corpo-de-prova e sua geometria, e o tipo de ensaio (Phrukkanon *et al.*, 1998) e com a composição dos materiais testados (Gonçalves *et al.* 2009). Portanto, os valores absolutos não podem ser utilizados na forma conclusiva (De Munck *et al.*, 2005).

### **3. PROPOSIÇÃO**

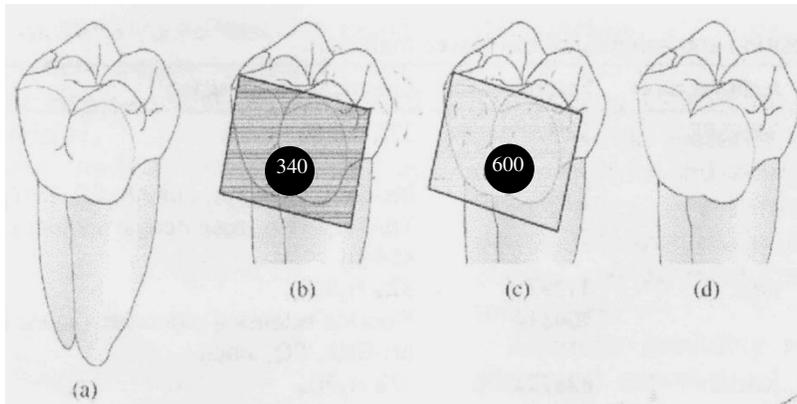
O propósito neste trabalho foi avaliar a resistência de união de materiais resinosos experimentais de baixa viscosidade a lesão de cárie incipiente em esmalte, por meio de ensaio de tração (microtração) e análise dos sítios de fratura, em função de diferentes composições.

## 4. MATERIAIS E MÉTODO

### 4.1. Seleção e preparo dos dentes

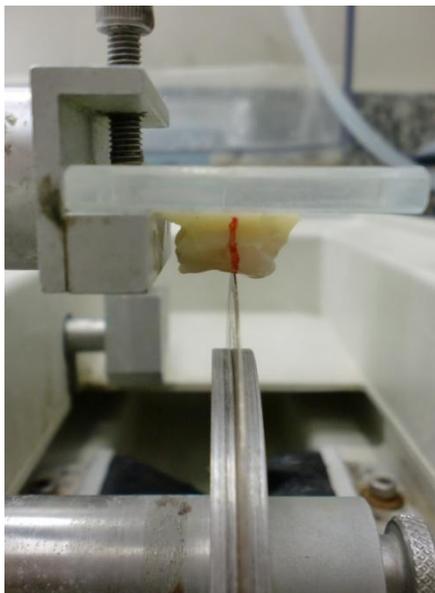
Noventa terceiros molares humanos inclusos hígidos extraídos foram selecionados, após o consentimento e doação pelos pacientes. Este estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, protocolo nº 046/2006. Os dentes selecionados foram armazenados em recipientes contendo solução de timol a 0,1% e congelados até o momento do processamento, cerca de um mês. Os dentes foram lavados e escovados para a remoção de resíduos e tecido mole. Em seguida, foram avaliados com lupa estereoscópica, sendo selecionados aqueles sem defeitos de esmalte causados pela extração dentária e/ou deformidades de formação do esmalte (Figura 2a).

As faces vestibular e palatina/lingual foram dos dentes foram planificadas na Politriz, com lixa de granulação 340 (Buehler, lake Bluff, IL, USA), sob refrigeração à água (Figura 2b) de modo a não expor a junção esmalte/dentina. As superfícies planas foram polidas com lixa de granulação 600 (Buehler, lake Bluff, IL, USA) (Figura 2c), lavadas com *spray* de água e secas (Figura 2d). Posteriormente, as raízes foram seccionadas 1mm além da junção cimento-esmalte, utilizando disco de diamante (Isomet, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL) sob refrigeração à água (Figura 3). As coroas dos dentes foram seccionadas no sentido mesio-distal (Figura 4), utilizando disco de diamante (Isomet, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, obtendo-se duas faces (vestibular e palatina/lingual) de esmalte planificado para cada dente.

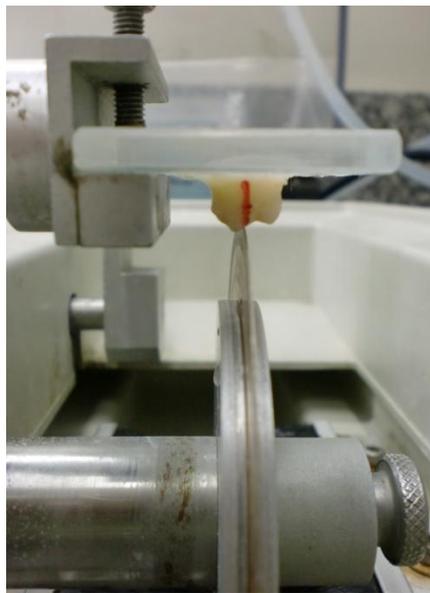


Fonte: Adaptado de Papacchini *et al.*, 2005

**Figura 2.** Procedimentos para preparo das amostras para o ensaio da resistência da união à micro-tração: (a) aspecto da superfície de esmalte sadio do molar extraído; (b e c) produção da superfície de esmalte plana com lixa 340 e 600; (d) superfície de esmalte plana pronta para receber o material.



**Figura 3.** Corte transversal da coroa dental com um disco dupla face de diamante.



**Figura 4.** Incisão mesio-distal da coroa dental um disco dupla face de diamante.

As superfícies de esmalte foram distribuídas aos pares, aleatoriamente em 9 grupos ( $n = 10$ ) de acordo com as seguintes composições dos materiais resinosos de baixa viscosidade:

1. Grupo 1: 100% TEGDMA
2. Grupo 2: 80% TEGDMA + 20% etanol
3. Grupo 3: 80% TEGDMA + 20% HEMA
4. Grupo 4: 75% TEGDMA + 25% UDMA
5. Grupo 5: 60% TEGDMA + 20% UDMA + 20% etanol
6. Grupo 6: 60% TEGDMA + 20% UDMA + 20% HEMA
7. Grupo 7: 75% TEGDMA + 25% BisEMA
8. Grupo 8: 60% TEGDMA + 20% BisEMA + 20% etanol
9. Grupo 9: 60% TEGDMA + 20% BisEMA + 20 % HEMA

Foram utilizados neste estudo 9 materiais resinosos experimentais preparados manualmente. Para o preparo dos infiltrantes, foram utilizados os monômeros TEGDMA (Trietilenoglicol dimetacrilato), BisEMA (bisfenol A glicidil dimetacrilato etoxilado), HEMA (2-hidroxi-etilmetacrilato) e UDMA (Uretano Dimetacrilato) (Sigma) e o diluente etanol em diferentes combinações. No sistema de fotoiniciação foram utilizados o fotoiniciador canforoquinona (0.5%) e amina (1%) (Sigma, Aldrich, Alemanha). Além disso, foi adicionado à mistura o inibidor BHT (hidroxitolueno) (0,1%) (Sigma) para prevenir a polimerização espontânea da resina.

#### **4.2. Produção das lesões artificiais sub-superficiais de cárie em esmalte**

As lesões artificiais, subsuperficiais, de cárie de esmalte (**LASCE**) foram produzidas na superfície de esmalte sadio de todos os grupos. As amostras foram recobertas por 2 camadas de esmalte para unhas (esmalte vermelho Colorama<sup>®</sup>) deixando uma área de esmalte exposta de 5 x 5 mm na face planificada onde ocorreu a formação da LASCE (Figura 4a).

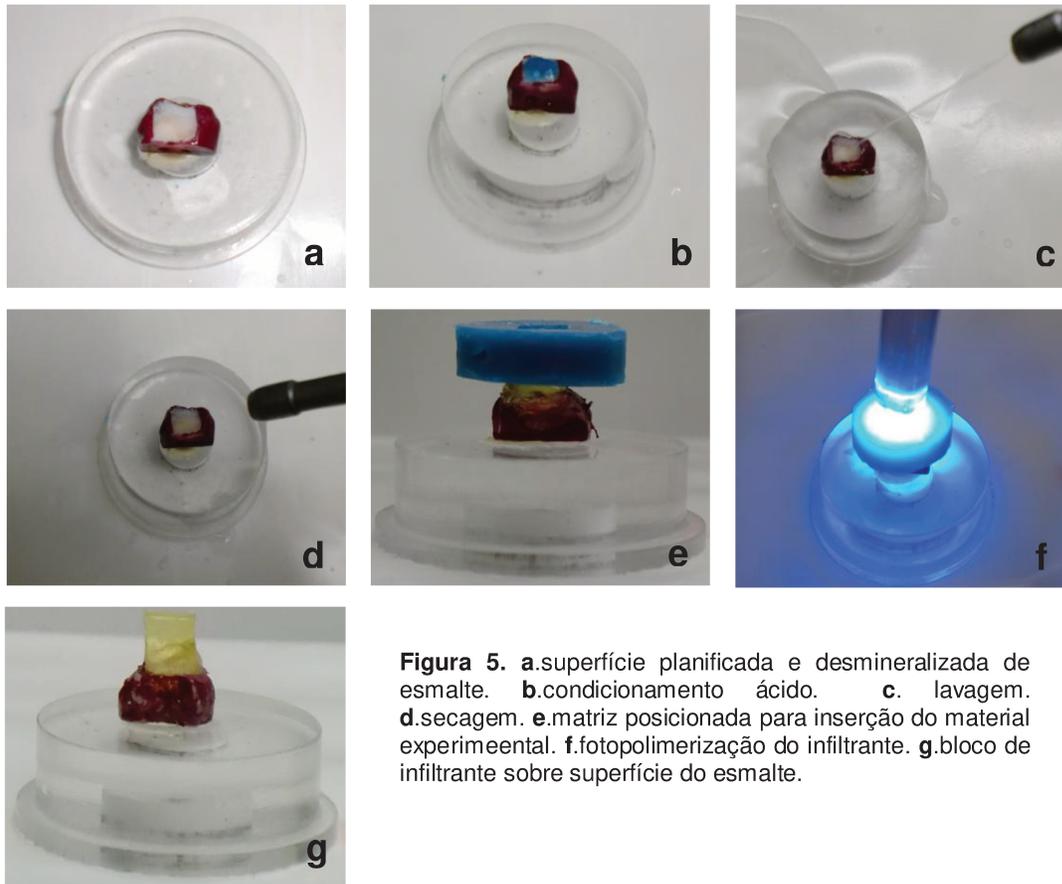
Para produzir a **LASCE** por este modelo, as amostras planejadas foram mantidas individualmente em 50 mL de solução produtora de cárie (2 mL de solução/mm<sup>2</sup> de esmalte exposto) de solução tampão acetato 0,05 M, pH 5,0, 50% saturada em relação a hidroxiapatita, durante 10h a 37°C (Paes Leme *et al.*, 2003). Estudo piloto com análise de microscopia de luz polarizada evidenciou, no esmalte dentário estudado, a presença de **LASCE** com 50 µm de profundidade, em média. A concentração de cálcio na solução foi de 66,3 µg/mL, sendo determinada pela espectrometria de absorção atômica com chama em espectrofotômetro modelo 506 (Perkin Elmer). A concentração de fósforo foi de aproximadamente 32 µg/mL sendo determinada por meio do método colorimétrico de Fiske e Subbarow (1925) em espectrofotômetro modelo 800M (Analyser) ajustado a 660 nm.

#### **4.3. Confeção dos Corpos-de-Prova para Ensaio da Resistência à Microtração**

Os materiais resinosos experimentais utilizados foram aplicados sobre as superfícies desmineralizadas (5 x 5 mm). Foi construído um bloco do material selador com 5 x 5 x 5 mm ,utilizando-se uma matriz confeccionada com material de moldagem (Speedex Light Body- Colene<sup>®</sup> – acitived surface / universal activator - Vigodent<sup>®</sup>), seguindo protocolo de aplicação (Figura 5) :

- 1- Condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 60 segundos (Magic acid 37% -Vigodent<sup>®</sup>);
- 2- Lavagem com “spray” de água ar e secagem com jato de ar por 15 segundos;
- 3- Aplicação do material experimental de forma ativa, utilizando micro-brush, por 60 segundos para melhorar a penetração do material;
- 4- Jato de ar por 15 segundos para evaporação do solvente;
- 5- Fotoativação do material experimental por 60 segundos (com luz halógena com irradiância de 470 mW/cm<sup>2</sup>) (Elipar Tri-Light - ESPE America Co., Seefeld 82229, Germany) para cada incremento de 2mm;

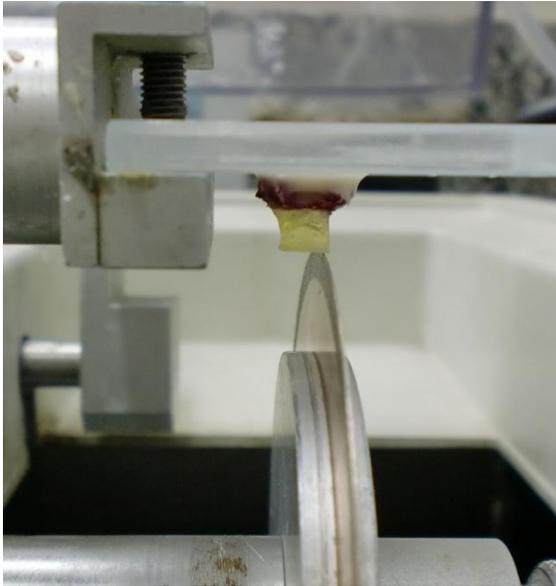
Após a aplicação do material experimental, as amostras foram armazenadas em umidificador de vidro (100% de umidade) e mantidas na temperatura de  $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  por 24 horas.



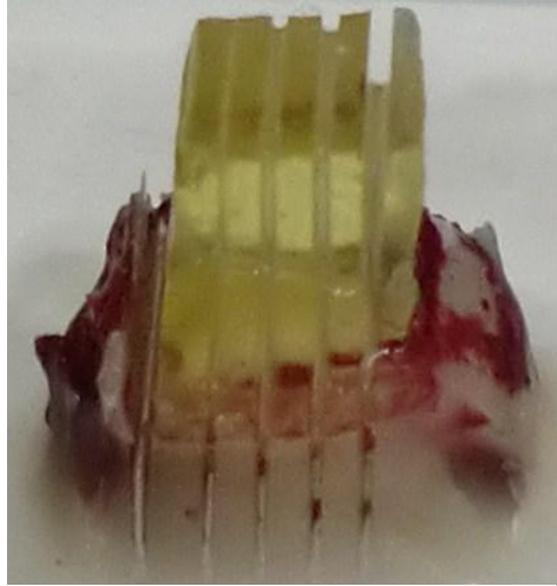
Obtenção das amostras para ensaio mecânico:

Decorrido este período, realizou-se a fixação do conjunto esmalte/resina utilizando-se cola à base de cianoacrilato (Super Bonder<sup>®</sup>) e cera pegajosa (Kerr Sybron Dental Specialities) em placa de acrílico. Esse conjunto foi levado à cortadeira de precisão (Isomet 1000 – Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), onde se executou a secção dos conjuntos esmalte/resina com um disco dupla-face de diamante (Extec, Enfield, CT, USA) em fatias de aproximadamente 1 mm de espessura na direção ocluso-cervical (Figuras 6 e 7).

Cada amostra produziu em média 4 fatias, sendo a dimensão da área de secção transversal de cada fatia mensurada com paquímetro digital.

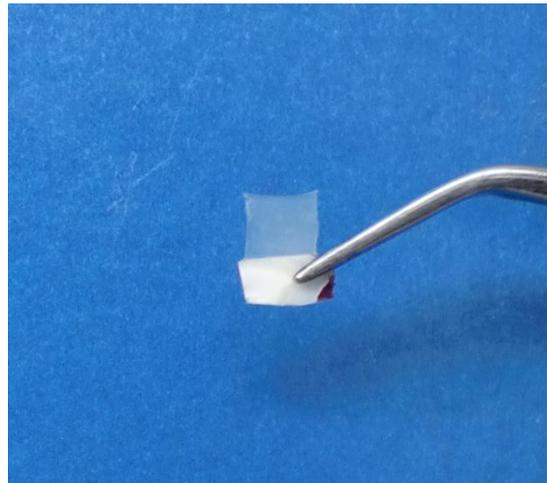


**Figura 6.** Secções em série dos conjuntos dente-infiltrante.



**Figura 7.** Conjunto dente-infiltrante fatiado.

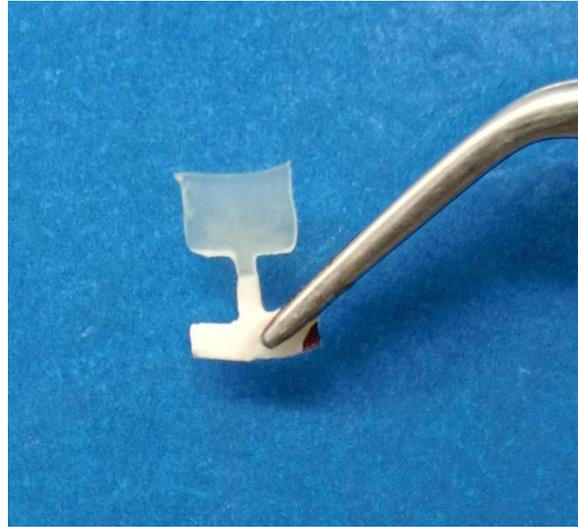
As fatias foram desgastadas na interface de união em ambos os lados, com ponta de diamante com granulação super fina (KG Sorensen-1092 FF) em alta rotação sob intensa irrigação ar/água. Para obtenção de amostras na forma de halteres com área de secção transversal medindo aproximadamente  $1\text{mm}^2$  (Figuras 8, 9 e 10).



**Figura 8.** Fatia da amostra.



**Figura 9.** Confeção da ampulheta.



**Figura 10.** Amostra em forma de haltere.

*Ensaio de resistência à microtração:*

Para o teste de microtração, as amostras foram fixadas pelas extremidades em um dispositivo específico (Dispositivo de Geraldelli) com cola de cianoacrilato gel (Super Bond Gel – Locite Brasil Ltda.), bem como um *spray* acelerador (Loctite 7455 Acivator, Loctite Espana, SL, Navacarnero, Madri, Espanha) (Figura 11). Este dispositivo foi acoplado à máquina universal de ensaio (Instron –Modelo 4411, Corona, CA, USA) utilizando uma célula de carga de 50N (Static Load Cell – Instron ). O ensaio foi realizado com velocidade de 0,5 mm/min, até a ruptura da amostra (Figura 12), obtendo-se valores de resistência de união em quilogramas-força. A conversão dos valores para MPa foi realizada após a mensuração da área de secção transversal dos amostras com paquímetro digital eletrônico (Starrett 727 – Starrett Indústria e Comércio LTDA – Itu – SP - Brasil) de acordo com a seguinte fórmula:

$$R = \frac{\text{Força (Kgf)}}{\text{Área (cm}^2)} \times 0,098, \text{ sendo:}$$

*Área em cm<sup>2</sup> = área da amostra em mm<sup>2</sup> dividido por 100; Força em kgf = valor da força em kgf obtido durante o teste de micro-tração pela máquina de teste Universal Instron; R = valor da resistência em MPa.*



**Figura 11.** Amostra fixada com Super Bonder Gel ao dispositivo de microtração.



**Figura 12.** Amostra fraturada após o teste de microtração.

### Análise dos padrões de fratura:

Após a realização do ensaio de microtração, as duas partes de cada amostra fraturada foram fixadas em *stubs* de latão (Procind Mecânica e Instalações Industriais Ltda, Piracicaba – São Paulo, 13424-550 – Brasil) com fita dupla face de carbono (Electron Microscopy Sciences, Washington19034 – USA). Os *stubs* com as amostras foram limpos em ultra-som com água destilada durante 10 minutos e desumidificados por 2 horas no interior de um recipiente plástico fechado contendo sílica gel previamente desidratada em estufa (Fanem – Estufa de Secagem e Esterilização – Modelo 315 SE – SP – Brasil) a 40°C por 6 horas. Em seguida, todas as amostras receberam cobertura de ouro-paládio (Balzers,

modelo SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL- 9496 – Germany), 40 mA por 120 s. Todas as fraturas produzidas pelo ensaio de microtração foram observadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), para a classificação.

As amostras foram observadas em MEV, regulado em 15 kV, com uma distância de trabalho (Work Distance= WD) de 33 mm, *spotsize* de 44, e aumento de 50 e 200 vezes.

Os padrões de fratura foram classificados como:

Tipo I – fratura coesiva na resina (infiltrante);

Tipo II - fratura coesiva no esmalte;

Tipo III – fratura mista, entre a camada de resina (infiltrante) e o esmalte.

#### **4.4. Análise Estatística**

Os dados obtidos no ensaio de microtração foram submetidos à análise de variância um fator e Teste de Tukey, considerando-se como diferença mínima significativa o nível de 5%. Os dados da análise dos sítios de fratura foram submetidos à estatística descritiva (percentuais).

## 5. RESULTADOS

### ENSAIO DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO

Na Tabela 1 podem ser observadas as médias e desvio padrão da resistência de união resina/esmalte para os grupos estudados.

**Tabela 1 – Médias e Desvio Padrão dos valores de resistência de união resina/esmalte submetidos à microtração.**

Grupo	Nº de amostras	Média	Desvio Padrão
G1-100% TEGDMA	25	15,9 a	5,55
G2-80% TEGDMA + 20% etanol	25	11,6 b	3,64
G3-80% TEGDMA + 20% HEMA	36	18,96 a	6,47
G4-75% TEGDMA + 25% UDMA	38	20,89 a	7,13
G5-60% TEGDMA + 20% UDMA + 20% etanol	24	13,1 b	5,27
G6-60% TEGDMA + 20% UDMA + 20% HEMA	25	17,0 a	5,39
G7-75% TEGDMA + 25% BisEMA	32	16,0 a	6,41
G8-60% TEGDMA + 20% BisEMA + 20%etanol	30	10,22 c	3,24
G9-60% TEGDMA + 20% BisEMA+ 20%HEMA	32	15,76 b	8,43

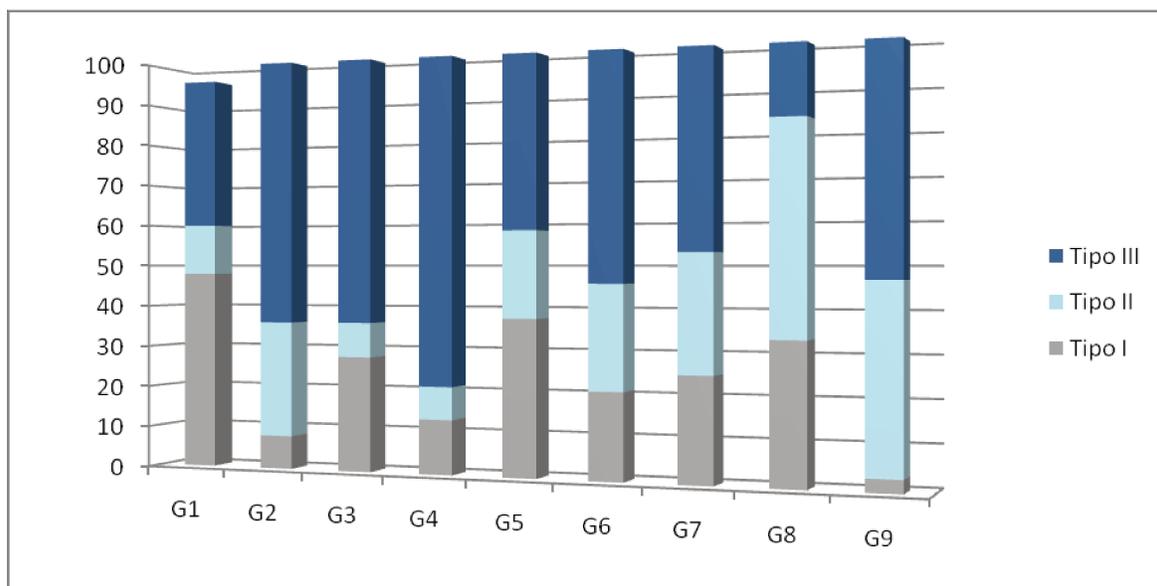
Letras minúsculas iguais não diferem entre si na comparação entre o tipo de infiltrante experimental utilizado ( $p < 0,05$ ).

Os resultados obtidos no teste de Tukey mostraram que os maiores valores de resistência de união foram os observados para o G1, G3, G4, G6 e G7. O menor valor de resistência de união foi obtido quando se adicionou BisEMA e etanol (G8) e valores intermediários de resistência de união quando se adicionou etanol ao TEGDMA (G2), UDMA e etanol (G5) e BisEMA e HEMA à mistura de monômero base TEGDMA (G9). Pode-se observar que para os grupos que ao monômero base foi adicionado BisEMA e etanol os valores de resistência de união ao esmalte com lesão inicial de cárie diminuíram significativamente (G8), enquanto que a adição de HEMA produziu valores intermediários de resistência de união ao

esmalte com lesão inicial de cárie, similares àqueles obtidos para os grupos em que a adição de etanol foi realizada (G2 e G5).

### PADRÃO DE FRATURA

A figura 13 apresenta a ilustração gráfica da distribuição percentual dos padrões de fratura observados para cada grupo experimental (G1, G2, G3, G4, G5, G6, G7, G8 e G9).

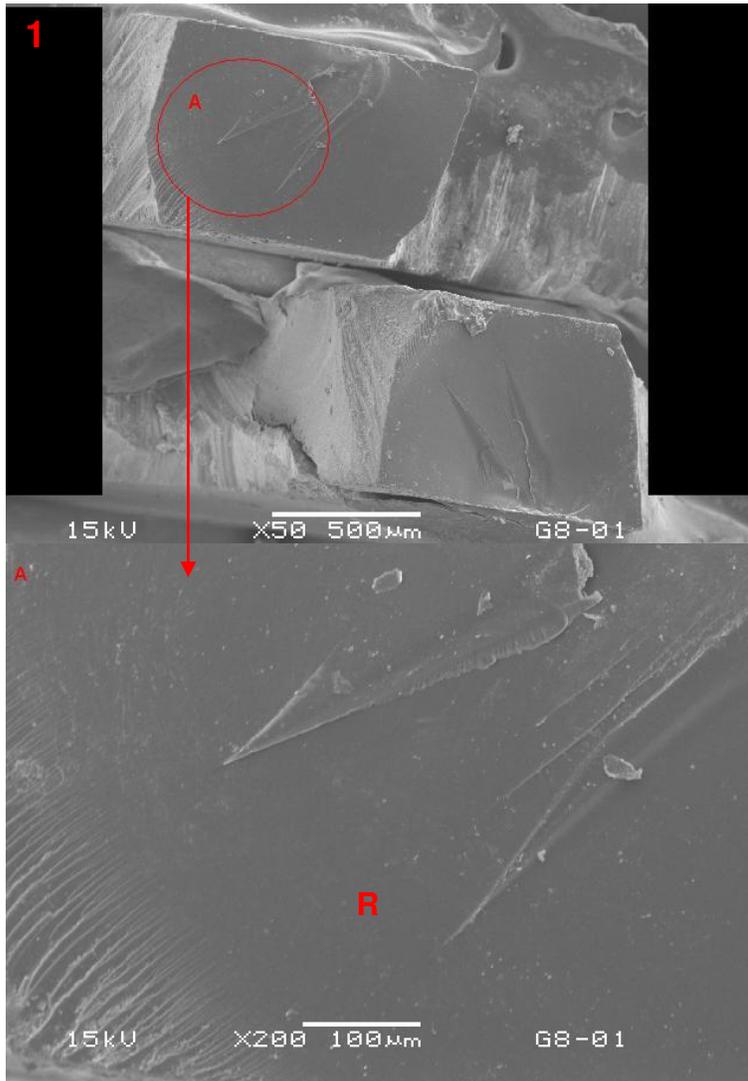


**Figura 13.** Ilustração gráfica da classificação e distribuição (%) dos padrões de fratura da região da união infiltrante/esmalte. Tipo I –Fratura coesiva na resina; Tipo II – Fratura coesiva no esmalte; Tipo III – fratura mista, entre a camada de resina e o esmalte.

Observou-se que o padrão de fratura do grupo G1 foi predominantemente do tipo I (fratura coesiva na resina). Já para os grupos G2, G3, G4, G5, G6, G7 e G9, foi predominante o tipo III (fratura mista, entre a camada de resina e o esmalte). No grupo G8, foi predominantemente do tipo II (fratura coesiva no esmalte).

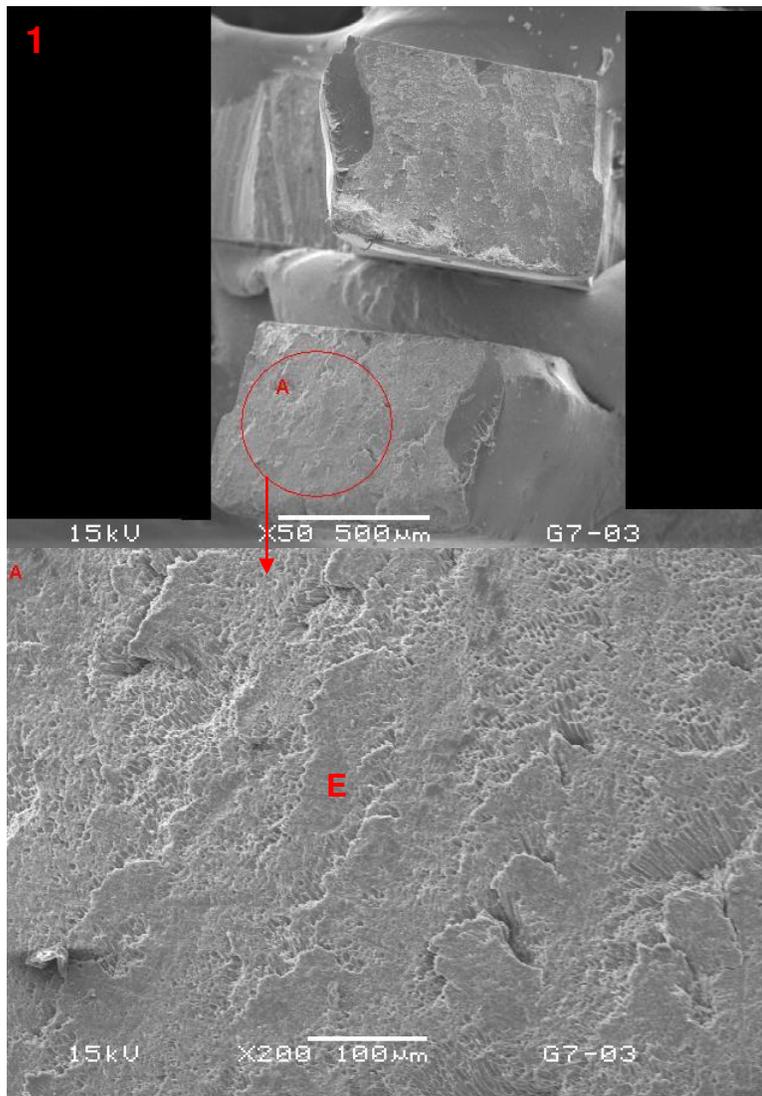
Os padrões de fratura observados estão exemplificados nas fotomicrografias apresentadas nas figuras 14, 15 e 16 e representam os diferentes tipos de fraturas ocorridos nas interfaces das resinas experimentais.

Na figura 14, observou-se o padrão de fratura predominante - tipo I - fratura coesiva resina (aumento de 50x e 200x). Nota-se imagens semelhantes nos pares homólogos, com superfície de resina fraturada.



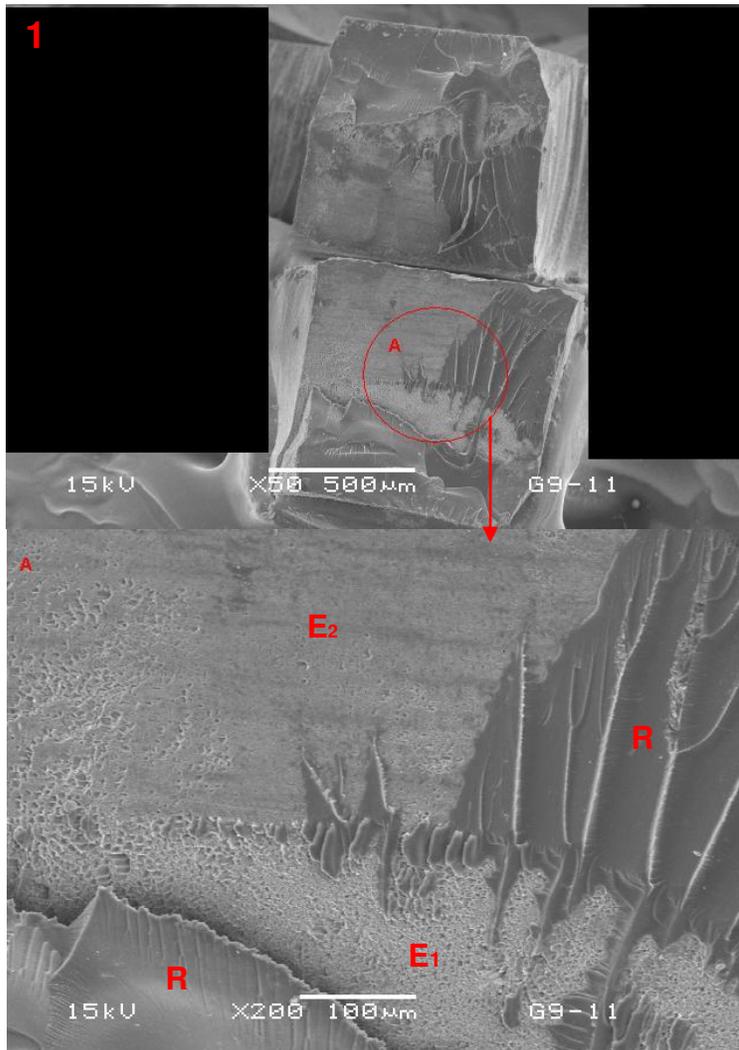
**Figura 14.** Fotografia em MEV ilustrando o padrão de fratura do tipo I. Imagem ilustrativa com aumento de 50x dos pares homólogos. Área marcada na figura 1 (A), onde se nota a resina fraturada coesivamente com aumento de 200x em toda extensão da imagem; R – resina de baixa viscosidade fraturada coesivamente.

Na figura 15, observou-se padrão de fratura predominante – tipo II – fratura coesiva no esmalte (aumento de 50x e 200x). Nota-se imagens semelhantes nos pares homólogos, com superfície de esmalte fraturado.



**Figura 15.** Fotografia em MEV ilustrando o padrão de fratura do tipo II. Imagem ilustrativa com aumento de 50x dos pares homólogos. Área marcada na figura 1 (A), onde se nota o esmalte fraturado coesivamente com aumento de 200x em toda extensão da imagem; E – esmalte fraturado coesivamente.

Na figura 16, observou-se padrão de fratura predominante – tipo III – fratura mista entre a camada de resina e esmalte. Em aumento de 50x e 200x. Nota-se imagens semelhantes nos pares homólogos, superfície com esmalte fraturado e também áreas de fratura coesiva na resina.



**Figura 16.** Fotografia em MEV ilustrando o padrão de fratura do tipo III. Imagem ilustrativa com aumento de 50x dos pares homólogos. Área marcada na figura 1 (A), onde se nota o esmalte fraturado (E), apresentando também fratura coesiva da resina (R) com aumento de 200X; E<sub>1</sub>-área de fratura coesiva no esmalte; E<sub>2</sub>-área de fratura adesiva – superfície do esmalte; R- área de fratura coesiva da resina de baixa viscosidade.

## 6. DISCUSSÃO

A união ao esmalte pressupõe o condicionamento da superfície com ácido produzindo marcadas alterações na estrutura do esmalte pela dissolução de parte dos prismas e o aumento do espaço intercrystalino, com a remoção de material inorgânico e a penetração de monômeros resinosos que se tornam interligados nas retenções onde são polimerizados. A penetração dos monômeros obedece a mecanismos básicos de difusão e capilaridade para obtenção do microembricamento. Fatores como a desmineralização do esmalte, bom molhamento, difusão, penetração e boa polimerização dos monômeros são todos importantes. Além disso, as propriedades dos materiais resinosos, derivadas de sua composição química podem influenciar diretamente a resistência de união ao esmalte.

A hipótese testada neste estudo foi aceita, uma vez que diferentes associações entre monômeros e co-monômeros, bem como a adição de solventes orgânicos produziram diferentes valores de resistência de união ao esmalte com lesão artificial de cárie em esmalte (LASCE). Esses resultados estão em acordo com os encontrados por Gonçalves *et al.* 2009 que estudando compósitos, observaram que o desempenho mecânico desses materiais estava intimamente relacionado com a formulação dos mesmos.

As associações monoméricas estudadas, isto é o TEGDMA associado ao UDMA ou BisEMA, produziram os maiores valores de resistência de união, comparado aos grupos em que nas associações de monômeros foram adicionadas etanol (G2, G5 e G8) ou HEMA (G9) exceto G3 e G6. Assim, a adição de etanol às associações produziu menores valores de resistência de união.

Os solventes orgânicos nos sistemas adesivos têm um papel importante na difusão dos monômeros (Jacobsen & Soderhölml, 1995). A escolha do tipo de solvente a ser empregado depende da solubilidade dos monômeros resinosos nos solventes. O monômero mais comumente empregado é o HEMA, que é relativamente solúvel nos três solventes – etanol, água e acetona (Perdigão & Frankerberger; 2001).

Uma característica importante do HEMA é a hidrofília, que pela absorção de água e conseqüentemente encharcamento pode inibir a polimerização, mesmo depois de fixado em uma cadeia polimérica. Quando em alta quantidade, produz um polímero mais flexível e de qualidade inferior (Burrow *et al.*, 1999).

Em sistemas adesivos, assim como nos materiais resinosos utilizados como infiltrantes das LASCE, o etanol tem sido usado como solvente (Paris *et al.*, 2007a). Neste estudo, apesar da aplicação do material, ter seguido o protocolo de secagem após a aplicação, isso parece não ter sido suficiente para a evaporação do solvente. Este fato pode ter influenciado o grau de conversão, considerando que os grupos com adição de etanol apresentaram menores e intermediários valores de resistência de união ao esmalte. Como se sabe, há uma relação entre o processo de polimerização, a estrutura e as propriedades do polímero formado. Esta relação não depende somente da estrutura e funcionalidade do monômero e composição do co-monômero, mas também da qualidade do solvente (Ye *et al.*, 2007). Assim, o excesso de solvente pode formar poros na estrutura do polímero e na interface material/substrato (Asmussen, 1977).

Adicionalmente, quanto maior a concentração de solvente, maior a ciclização primária, heterogeneidade, formação de microgéis e atraso no ponto de gel. Assim, a gradual ampliação da transição vítrea com o aumento do conteúdo de etanol na mistura produz um aumento na heterogeneidade da rede polimérica (Ye *et al.*, 2007). Dessa forma, o polímero formado, embora apresente boas características de molhamento pela presença do solvente exibe propriedades mecânicas inadequadas, refletindo em baixa resistência de união ao substrato (G2, G5 e G8).

Resultados semelhantes, para o uso de etanol na composição de materiais, também foram obtidos no estudo de Paris *et al.*, 2007a, no qual as resinas contendo altas porcentagens de etanol, apesar de possuírem um alto coeficiente de penetração não polimerizaram suficientemente, produzindo materiais líquidos ou borrachóides.

Somando a dificuldade já mencionada de evaporação total do solvente, a hidrofília do solvente etanol faz com que a mistura apresente grande afinidade com moléculas de água, e a presença desta no esmalte, mesma que mínima, pode diminuir a capacidade de evaporação deste solvente (Yiu *et al.*, 2005). O que não somente desacelera a evaporação do solvente, como também prejudica a conversão dos monômeros. Em consequência, o polímero formado quase sempre será mais frágil (Ferracane, 2006). Em sendo um polímero frágil, embora potencialmente com alto coeficiente de penetração nos espaços intrecristalinos, parece não apresentar resistência de união adequada ao esmalte.

Concordando com Paris *et al.*, 2010d, os resultados deste estudo sugerem que uma resina livre de solventes parece ser preferível, já que seu grau de polimerização aumenta, comparado, com as resinas constituídas por solventes (G1, G4, G7).

A literatura mostra uma correlação positiva entre o grau de conversão e as propriedades mecânicas dos polímeros, quando se utiliza monômeros de mesma natureza (homopolimerização). Verifica-se que quanto menor o número residual de ligações duplas entre carbonos após polimerização, melhores são as propriedades mecânicas dos polímeros (Ferracane, 2006; Peutzfeldt, 1997).

Foi utilizado neste estudo o monômero BisEMA em substituição ao BisGMA, pela ausência dos grupos hidroxilas (radicais pendentes) que são responsáveis pela sorção de água, sendo um monômero bem menos viscoso (Siderou *et al.*, 2003), o que poderia favorecer a durabilidade do material a longo prazo.

Os monômeros são considerados os componentes mais importantes de materiais resinosos, como os sistemas adesivos, pois, as propriedades físico-químicas dos materiais, bem como a resistência de união estão diretamente relacionadas as características estruturais do polímero formado, principalmente os monômeros de ligação cruzada que apresentam dois grupos polimerizáveis (vinil ou  $-C=C-$ ) ou mais, como o TEGDMA e o UDMA (Coessens *et al.*, 2001). Esses

polímeros apresentam melhor desempenho quanto a resistência mecânica que os de cadeia linear (Asmussen & Peutzfeldt, 2001).

O tipo da cadeia monomérica intermediária, ou espaçador, apresentada pelo monômero determinam a polaridade da molécula, por exemplo, grupos alquias, ésteres, amidas ou grupos aromáticos apresentam polaridades diferentes. A polaridade dos monômeros funcionais tem mostrado ser de importância para o umedecimento e, portanto, para penetração dos mesmos nas porosidades do substrato (Nakabayashi *et al.*, 1982). Além disso, a polaridade da molécula determina a solubilidade do monômero em água ou outros solventes, podendo elevar a suscetibilidade à hidrólise do polímero (Peutzfeldt, 1997). Também, o tamanho do espaçador determina a viscosidade dos monômeros e como consequência o umedecimento e a penetração no esmalte.

O TEGDMA e o UDMA apresentam cadeia intermediária longa, oferecendo vantagens de um polímero melhor formado e com melhores propriedades de resistência. Neste estudo, apesar da ausência de solventes, o molhamento apresentado pela associação TEGDMA/UDMA, no grupo G4 aparentemente foi suficiente para produzir a penetração do material resinoso nos espaços intercristalinos do esmalte, mostrado pela alta frequência de fraturas do tipo III (mistas), comparados aos grupos em que o TEGDMA estava associado ao BisEMA e solventes (HEMA e etanol).

Além disso, o TEGDMA e UDMA produzem melhor resistência mecânica quando utilizados em sistemas adesivos devido à formação de polímeros com ligações cruzadas e quando comparados aos monômeros mono-metacrilatos, apresentam comportamento hidrófobo que os torna limitadamente solúveis em água (Sideridou *et al.*, 2003).

Além de o monômero UDMA (G4) apresentar uma viscosidade bem menor que o BisEMA (G8 e G9), proporcionando dessa forma um alto coeficiente de penetração, também há maior flexibilidade da ligação uretano, o que pode melhorar a resistência de materiais que utilizam este monômero (Glenn, 1982).

Este estudo mostrou que a associação entre BisEMA e TEGDMA não produziu aumento na resistência de união da mistura ao esmalte (G7) em comparação com o TEGDMA/UDMA (G4) e apenas TEGDMA (G2). Embora se saiba que a associação do BisEMA com o TEGDMA resulta em maior grau de conversão e menor viscosidade, não se observa melhora na resistência flexural e na resistência a tração diametral dos materiais (Stansbury, 1992, Gonçalves *et al.* 2009). Esse fato pode ser atribuído à presença de altas concentrações de TEGDMA (75%) na mistura, pois, no estudo de Gonçalves *et al.* 2009, os autores verificaram que compósitos formulados com TEGDMA tiveram resistência flexural mais elevada que as formulações contendo BisEMA ou ambos. O fato de o TEGDMA apresentar 3 ligações éter do grupo glicol, além de duas carbonilas de metacrilato, permite a formação de uma molécula flexível, devido ao aumento de densidade de ligações cruzadas, formando pontes de hidrogênio mais eficientes do que o BisEMA, o qual, apresenta ligações éter e carbonilas de metacrilato espalhados por uma molécula grande e relativamente rígida.

Em relação ao padrão de fratura, todos os grupos, exceto o grupo 1 que apresentou padrão de fratura predominante do tipo I (fratura coesiva na resina), e o grupo 8 padrão de fratura predominantemente tipo II (fratura coesiva no esmalte), todos os outros apresentaram fratura predominante do tipo III (fratura mista, entre a camada de resina e o esmalte). Sendo que fratura tipo I sugere penetração eficiente do material no esmalte, tipo II indica penetração deficiente do material no esmalte e fratura tipo III sugere fratura dentro da lesão de cárie devido à característica porosa e prismática do esmalte cariado.

Bergman & Lind, 1966 e Silverstone, 1973 observaram que não somente as características do material são importantes para a interceptação da lesão, pois a camada superficial das lesões de cárie em esmalte apresenta um menor volume de poros comparado com aquela do corpo da lesão. Portanto, a camada superficial formaria uma barreira prejudicando a infiltração do corpo da lesão. Outro ponto intrínseco das lesões iniciais de cárie em esmalte é o diâmetro e o volume dos poros da lesão, uma vez que a infiltração de cárie em esmalte com

resinas fotopolimerizáveis é dirigida principalmente por forças capilares, e influenciam a velocidade de penetração dos monômeros (Paris *et. al.* 2007).

Este estudo sugere que a resistência da união dos materiais resinosos ao esmalte com lesão artificial de cárie depende do tipo de monômeros e da presença de solventes na composição dos materiais. Estudos desta natureza são importantes porque são os primeiros passos na direção do estabelecimento de novas abordagens para a interceptação de lesões iniciais de cárie em esmalte. Novas pesquisas devem ser realizadas para elucidar a qualidade e a longevidade da união desses materiais a estrutura frágil do esmalte cariado.

## 7. CONCLUSÃO

Considerando os resultados deste estudo, pode-se concluir que dentre as associações monoméricas estudadas, o TEGDMA associado ao UDMA ou ao BisEMA, produziram os maiores valores de resistência de união, comparado aos grupos em que nas associações de monômeros foram adicionados etanol ou HEMA, exceto para os grupos G3 e G6.

Para todos os grupos o maior percentual de fratura foi o tipo III (fratura mista, entre a camada de resina (infiltrante) e o esmalte), exceto G1 que obteve maior percentual de fratura tipo I (fratura coesiva na resina (infiltrante)) e G8 que obteve maior percentual de fratura tipo II (fratura coesiva no esmalte).

## REFERÊNCIAS \*

1. Aasen SM, Ario PD. Bonding systems: A comparison of maleic and phosphoric acids. *J Dent Res*. 1993; 72: 137.
2. Ahovuo-Saloranta A, Hiiri A, Nordblad A, Worthington H, Makela M. Pit and fissure sealants for preventing dental decay in the permanent teeth of children and adolescents. *Cochrane Database Systematic Review* 2004; 5: 93–4.
3. Andrzejewska E. Photopolymerization kinetics of multifunctional monomers. *Prog Polym Sci* 2001; 26:605–65.
4. Anseth KS, Goodener MD, Reil MA, Kannurpatti AR, Newman SM, Bowman CN. The influence of comonomer composition on dimethacrylate resin properties for dental composites. *J Dent Res* 1996; 75(8): 1607-12.
5. Anusavice, KJ. Phillips: materiais dentários. 11.ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005.
6. Asmussen E. Penetration os restorative resin into acid etched enamel. II. Dissolution os entrapped air in restorative resin monomers. *Acta Odontol Scand*, 1977; 35:183-91.
7. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci* 2001;109(4):282–5.).
8. Barszczewska-Rybarek, I. M. Structure–property relationships in dimethacrylate networks based on Bis-GMA, UDMA and TEGDMA. *Dental Materials* , 2009; 25(9):1082-1089.
9. Bergman, G.; Lind, P. O. A quantitative microradiographic study of incipient enamel caries. *J Dent Res*, 1966 (45) 1477-1484.
10. Berry TG, Barghi N, Knight GT, Conn LJ Jr. Effectiveness of nitric-NPG as a conditioning agent for enamel. *Am J Dent*. 1990; 3(2): 59-62.
11. Borsatto MC, Corona SA, Alves AG, Chimello DT, Catirse AB, Palma-Dibb RG. Influence of salivary contamination on marginal microleakage of pit and

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

- fissure sealants. American Journal of Dentistry 2004; 17: 365–7.
12. Brauer, G.M. Properties of sealants containing BisGMA and various diluents. J Dent Res 1978; 57: 597.
  13. Brudevold F, SeadmanItT, Smith FA. Inorganic and organic components of tooth structure. Ann N Y Acad Sci. 1960; 85: 110-32.
  14. Buckton G. Interfacial phenomena in drug delivery and targeting. Chur, Switzerland: Harwood Academic Publishers,1995.
  15. Buonocore, MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials enamel surfaces. J. Dent. Res.,1955; 34 (6): 849-53.
  16. Burnett, GW, Scherp,H.W.; Schuster,G.S.Microbiologia oral e doenças infecciosas. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1978.
  17. Burrow MF, Inokoshi S, Tagami J. Water sorption of several bonding resins. Am J Dent 1999; 12 (6):295-8.
  18. Busscher HJ, Retief DH, Arends J. Relationship between surface-free energies of dental resins and bond strengths to etched enamel. Dent Mater. 1987; 3(2): 60-3.
  19. Caldwell RC, Muntz ML, Gilmore RW, Pigman W. Microhardness studies of intact surface enamel. J Dent Res. 1957; 36(5): 732-8.
  20. Carvalho RM, Mendonca JS, Santiago SL, Silveira RR, Garcia FC, Tay FR, *et al.* Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin. J Dent Res 2003;82(8):597–601
  21. Carvalho JC, Ekstrand KR, Thylstrup A.Dental plaque and caries on oclusal surfaces of first permanent molars in relation to stage of eruption. J Dent Res. 1989; 68(5): 773-9.
  22. Celiberti P, Lussi A. Penetration ability and microleakage of a fissure sealant applied on artificial and natural enamel fissure caries. Journal of Dentistry 2007; 35: 59–67.
  23. Chow LC, Brown WE. Phosphoric and conditioning of teeth of pit and fissures sealants. J Dent Res. 1973; 52:1158.

24. Coessens V, Pintauer T, Matyjaszewski K. Functional polymers by atom transfer radical polymerization. *Prog Polym Sci* 2001; 26(3):337–77.
25. Consolaro, A.; Pereira, AAC. Histopatologia da cárie dentária e correlações clínico-radiográficas. *CECADE News.*,1994;2 (3) :11-22.
26. Crabb HS, Darling AI. The gradient of mineralization in developing enamel. *Arch Oral Biol.* 1960; 2: 308-18.
27. Croll TP, Cavanaugh RR. Enamel color modification by controlled hydrochloric acid-pumice abrasion. I. Technique and examples. *Quintessence Int* 1986; 17: 81–87.
28. Cury, JA. Uso do flúor. In: BARATIERI, L. N. et al. *Dentística: procedimentos preventivos e restauradores*.1ªEd. Rio de Janeiro : Quintessence Int 1989; p. 43-47.
29. Cury, JA. Fluoretação da água: benefícios, riscos e sugestões. *ROBRAC*,1992; 2 (5):332-333.
30. 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.
31. Davila JM, Buonocore MG, Greeley CB, Provenza DV. Adhesive penetration in human artificial and natural white spots. *J Dent Res* 1975; 54:999–1008.
32. De Goes MF, Sinhoreti MAC, Consani S, Silva MAP. Morphological effect of the type, concentration and etching time of solutions on enamel and dentin surfaces. *Braz Dent J.* 1998; 9(1): 3-10.
33. De Munk J, Van Meerbeek B, Inoue S, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S et al. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur cut enamel and dentin. *Am J Dent.* 2005; 16: 414-20.
34. Donly KJ, Ruiz M. In vitro demineralization inhibition of enamel caries utilizing an unfilled resin. *Clin Prev Dent* 1992; 14:22-24.
35. Dye BA, Tan S, Smith V, Lewis BG, Barker LK, Thornton-Evans G, et al. Trends in oral health status: United States, 1988-1994 and 1999-2004. National Center for Health Statistics. *Vital Health Stat* 2007; 11:1-92.

36. Eisenmann DR. Estrutura do Esmalte. In: Ten Cate A.R., editor. *Histologia Bucal: Desenvolvimento, estrutura e função*. 5ª edição. Editora Guanabara-Koogan. 2001. p. 205-221.
37. Fan PL, Seluk LW, O'Brien WJ. Penetrativity of sealants. *J Dent Res* 1975; 54: 262-264.
38. Fava, M .*et al*. Scanning electron microscopy observations of the prismless layer in fissures of erupted primary molars. *Pós-Grad. Rev. Fac. Odontol. São José dos Campos*,1999;2(2).
39. Fejerskov O, Manji F. Risk assessment in dent caries. In: Bader JD, editor. *Risk Assessment in Dentistry*. Chaper Hill: University of North Carolina. Department of Dental Ecology .1990; p. 215-7.
40. Fejerskov O, Kidd EAM. Dental Caries: The disease and its clinical management. In: Fejerskov O, Nyvad B, Kidd EAM. *Clinical and histological manifestation of dental caries*. Ed Blackwell Munkgaard Oxford UK. 2003; p.80-86.
41. Ferracane JL. Higroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mat* 2006;22 (3):211-22.
42. Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *Eur J Oral Sci* . 2002; 110(5): 385-91.
43. Frank, R. M. *The ultrastrucuture of the caries-resistant teeth*. Ciba Foundation, 1965 p.169-191.
44. Glenn JF. Composition and properties of unfille and composite resin restorative materials. In: SmithDC, Williams DF, editors. *Biocompatibility of dental materials*, vol. III. Boca Raton, FL: CRC Press Inc., 1982;98–130.
45. Goepferd SJ, Olberding P. The effect of sealing white spot lesions on lesion progression in vitro. *Pediatr Dent* 1989; 11: 14-16.
46. Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of

- BisGMA, TEGDMA and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci* 2009; 117: 442-446.
47. Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mater.* 2004; 20(7): 643-54.
  48. Gray JA, Francys MD. Physical chemistry of enamel dissolution. In: Sognnares RF, editor. *Mechanisms of Hard Tissue Destruction.* Washington: AAAS; 1963. p. 213-60.
  49. Gray GB, Shellis P. Infiltration of resin into white spot caries-like lesions of enamel: an in vitro study. *Eur J Prosthodont Restor Dent.* 2002,10:27–32.
  50. Gushi LL *et al.* Cárie Dentária em Adolescentes de 15 a 19 Anos de Idade no Estado de São Paulo, 2002. *Cad. de Saúde Pública,* 2005,21 (5): 1383-1391.
  51. Gwinnett, AJ; Buonocore, M.G. Adhesives and caries prevention: a preliminary report. *Br Dent J,* 1965; 119 (1):77-80.
  52. Gwinnett, AJ. Histology of normal enamel: III. Phase contrast study. *J. Dent. Res.,* 1966; 45:865-9.
  53. Gwinnett AJ. Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. *Arch Oral Biol.* 1971; 16(7): 731-8.
  54. Gwinnett AJ, Kanca J 3rd. Micromorphological relationship between resin and dentin in vivo and in vitro. *Am J Dent.* 1992; 5(1): 19-23.
  55. Handelman, SL., Leverett, DA., Iker, HP. Longitudinal radiographic evaluation of the progress of caries under sealants. *J. Pedod.,* 1985; 9(2):119-26.
  56. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. Fractographical analysis of resin-dentin bonds. *Am J Dent.* 2001; 14(6): 355-60.
  57. Hebling J, Feigal RJ. Use of one-bottle adhesive as an intermediate bonding

- layer to reduce sealant microleakage on saliva-contaminated enamel. *American Journal of Dentistry* 2000; 13: 187–91.
58. Hermsen RJ, Vrijhoef MM: Loss of enamel due to etching with phosphoric or maleic acid. *Dent Mater* 1993; 9: 332–336.
  59. Hevinga MA, Opdam NJM., Frencken JE, Bronkhorst EM, Truin GJ. Microleakage and sealant penetration in contaminated carious fissures. *Journal of dentistry* 2007; 35 : 909–914
  60. Hicks MJ, Silverstone LM. Acid-etching of caries-like lesions of enamel. A scanning electron microscopic study. *Caries Res.* 1984; 18: 327-35.
  61. Hoffmann, S, McEwan, WS., Drew, CM. Scanning electron microscopy studies of dental enamel. *J. Dent. Res.*, 1969; 48:242-50.
  62. Horowitz HS, Ismail AI. Topical fluorides in caries prevention: in Fejerskov O, Ekstrand J, Burt BA (eds): *Fluoride in dentistry*. Copenhagen, Munksgaard, 1996:311-23.
  63. Jacobsen T, Sörderholm K-J. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater.* 1995; 11:132-136.
  64. Jacobsen T, Söderholm KJ. Effect of primer solvent, primer agitation, and dentin dryness on shear bond strength to dentin. *Am J Dent* 1998; 11(5):225-8.
  65. Kanca, J, 3<sup>RD</sup>. Resin bonding to wet substrate. 1. Bonding to dentin. *Quintessence Int*, 1992; 23 (1) : 39-41.
  66. Kantovitz KR., Performance of sealant in the enamel white spot lesion under cariogenic challenge – Studies in vitro and in situ. Mechanical, Micro-Morphological and biochemical Analysis [tese] Piracicaba: UNICAMP / FOP; 2009.
  67. Keyes PH. The infectious and transmissible nature of experimental dental caries. Findings and implications. *Arch Oral Biol* 1960; 1304-20.
  68. Kielbassa AM, Gillman L, Zantner C, Meyer-Lueckel H, Helling E, Schulte-

- Monting J. Profilometric and microradiographic studies on the effects of toothpaste and acidic gel abrasivity on sound and demineralized bovine dental enamel. *Caries Research* 2005;39: 380-386.
69. Kwong SM, Cheung GS, Kei LH, Itthagarun A, Smales RJ, Tay FR et al. Microtensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. *Dent Mater.* 2002; 18(5): 359-69.
  70. Labella R, Davy KW. Monomethacrylate co-monomers for dental resins. *Eur J Oral Sci* 1998; 106 (3):816-24.
  71. Larsen MJ, Brunn C. A química da cárie dentária e o flúor: Mecanismo de ação. In: Thylstrup A, Fejerkov O. *Cariologia clínica*. 2ª Ed. São Paulo: Ed. Santos. 2001; p. 231-58.
  72. Legler LR, Retief DH, Bradley EL. Effects of phosphoric acid concentration and etch duration on enamel depth of etch: an in vitro study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1990; 98(2):154-60.
  73. Maciel, KT., *et al.* The effects of acetone, ethanol, HEMA, and air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. *J. Dent Res*, 1996; 75 (11):1851-8.
  74. Mahoney E, Holt A, Swain M, Kilpatrick N. The hardness and modulus of elasticity of primary molar teeth: an ultra-micro-indentation study. *J Dent Res.* 2000;28(8):589-94.
  75. Marthaler TM, O'Mullane DM, Vrbic V. The prevalence of dental caries in Europe 1990-1995. *Caries Research* 1996; 30: 237-255.
  76. Marthaler TM. Changes in Dental Caries 1953-2003. *Caries Res.*, 2004; 38 (3):173-181.
  77. Martignon S, Ekstrand KR, Ellwood R: Efficacy of sealing proximal early active lesions: an 18-month clinical study evaluated by conventional and subtraction radiography. *Caries Res* 2006; 40: 382–388.
  78. Mathewson RJ, Morrison JT, Carpenter R: Modification of stained enamel surfaces: use of hydrochloric acid and pumice mixture. *J Okla Dent Assoc*

- 1987; 77: 22–25.
79. McCloskey RJ: A technique for removal of fluorosis stains. *J Am Dent Assoc* 1984; 109: 63–64.
  80. Meckel AH, Griebstein WJ, Neal RJ. Structure of mature human dental enamel as observed by electron microscopy. *Arch Oral Biol.* 1965; 10(5): 775-83.
  81. Mejåre I, Kållestål C, Stenlund H, Johansson H. Caries development from 11 to 22 years of age: a prospective radiographic study. Prevalence and distribution. *Caries Res* 1998; 32:10-16.
  82. Meola MT, Papaccio G. A scanning electron microscope study of the effect of etching time and mechanical pre-treatment on the pattern of acid etching on the enamel of primary teeth. *Inter Dent J.* 1986; 36: 49-53.
  83. Meredith N, Sherriff M, Setchell DJ, Swanson SA. Measurement of the microhardness and Young's modulus of human enamel and dentine using an indentation technique. *Arch Oral Biol.* 1996; 41(6):539-45.
  84. Meyer-Lueckel H, Paris S, Mueller J, Colfen H, Kielbassa AM: Influence of the application time on the penetration of different dental adhesives and a fissure sealant into artificial subsurface lesions in bovine enamel. *Dent Mater* 2006; 22: 22–28.
  85. Meyer-Lueckel H, Paris S, Kielbassa AM. Surface layer erosion of natural caries lesions with phosphoric and hydrochloric acid gels. *Caries Res* 2007; 41:223-230.
  86. Meyer-Lueckel H., Paris S. Improved Resin Infiltration of Natural Caries Lesions. *J Dent Res* 2008a, 87(12):1112-1116.
  87. Meyer-Lueckel H., Paris S. Progression of Artificial Enamel Caries Lesions after Infiltration with Experimental Light Curing Resins. *Caries Res* 2008b; 42: 117–124.
  88. Nakabayashi N, Kojima K, Matsuhara E. The promotion of adhesion by

- infiltration of monomers in tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 1982; 16: 265-273.
89. Nakajima M, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Yoshiyama M, Ebisu S et al. Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. *Dent Res.* 1995; 74(10): 1679-88.
  90. Narvai, PC. Está ocorrendo um declínio de cárie no Brasil? *Jornal da ABOPREV*, 1996,1.
  91. Narvai,PC. Castellanos RA, Frazao P. Dental caries prevalence in permanent teeth of schoolchildren in the Municipality of Sao Paulo, Brazil, 1970-1996. *Rev Saude Publica.* Apr/2000 ; 34(2): 196-200.
  92. Nathanson D, Bodkin JL, Evans JR. SEM of etching patterns in surface and subsurface enamel. *J Pedodont.* 1982; 7: 11-7.
  93. Neermann, VF., Caracterização do processo de desmineralização em esmalte humano através da tomografia por coerência Óptica, 2009.
  94. Newbrun E. Dietary fluoride supplementation for the prevention of caries. *Pediatrics*, 1978; 62:733-737.
  95. Newbrum, E; *Cariologia.* 2ed. São Paulo,Santos, 1988.
  96. Nikiforuk G. *Understanding Dental Caries In: Prevention, Basic and Clinical Aspects.* New York: Karger;1985; p.145-173
  97. Oppermann,RV. Diagnóstico clínico e tratamento da doença cárie. In: Mezzomo,E. et al.*Reabilitação oral para o clínico.* São Paulo: Ed.Santos, 1984;2:7-55.
  98. Paes Leme AF, Tabchoury CPM, Zero DT, Cury JA. Effect of fluoridated dentifrice and acidulated phosphate fluoride application on early artificial carious lesions. *Am J Dent.* 2003; 16(2): 91-5.
  99. Pagani,C, Giachetti,NJ. Ataque ácido e adesivos em odontologia. IV-Ataque ácido. *Ars Curandi Odont.*, 1977; 4 (6) : 18-20.
  100. Papacchini F. Federica Papacchini F. ,Goracci C. , Sadeka T. F, Monticelli

- F. , Garcia-Godoy F. ,Ferrari M. Microtensile Bond strenght to ground enamel by glass – ionomers, resin – modified glass – ionomers and resin composites used as pit and fissure sealants, J of Dentistry, 2005 ; 33:459-467.
101. Paris S, Meyer-Lueckel H, Mueller J, Hummel M, Kielbassa AM: Progression of sealed initial bovine enamel lesions under demineralizing conditions in vitro. *Caries Res*, 2006; 40: 124–129.
  102. Paris S, Meyer-Lueckel H., Cölfen H., Kielbassa A. M. Penetration coefficients of commercially available and experimental composites intended to infiltrate enamel carious lesions *Dental Materials* 2007a; (23) 742–748
  103. Paris S, Meyer-Lueckel H, Colfen H, Kielbassa AM. Resin infiltration of artificial enamel caries lesions with experimental light curing resins. *Dent Mater J* 2007b; 26: 582-588.
  104. Paris S, Meyer-Lueckel H., Kielbassa A. M. Resin Infiltration of Natural Caries Lesions. *J Dent Res* 2007c, 86(7):662-666.
  105. Paris S, Meyer-Lueckel H. Surface conditioning of natural enamel caries lesions in deciduous teeth in preparation for resin infiltration *Journal of dentistry* 2009;38: 65–71.
  106. Paris S, Meyer-Lueckel H. Inhibition of caries progression by resin infiltration in situ. *Caries Res* 2010a; 44: 47-54.
  107. Paris S, Hopfenmuller W., Meyer-Lueckel H. Resin Infiltration of Caries lesions: an Efficacy Randomized Trial, *J Dent Res*, 2010b 89(8):823-826.
  108. Paris S, Meyer-Lueckel H. Infiltrants Inhibit Progression of natural Caries Lesions in vitro *J Dent Res*, 2010c 89(11):1276-1280.
  109. Paris S, Meyer-Lueckel H. Infiltration of Natural Caries Lesions with Experimental Resins Differing in Penetration Coefficients and Ethanol Addition. *Caries Res* 2010d; 44:408–414.
  110. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Carvalho RM, Russell CM. Bond strength

- versus dentine structure: a modelling approach. Arch Oral Biol. 1995 Dec; 40(12):1109-18.
111. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y et al. The microtensile bond test: a review. J Adhes Dent. 1999; 1(4): 299-309.
  112. Perdigão J; Frankenberger R. Effect of solvent and rewetting time on dentin adhesion. Quintessence international (Berlin, Germany: 1985) 2001; 32(5):385-90.
  113. Pereira, AC *et al.* Condições bucais de escolares de 7 a 12 anos de idade, após 20 anos de fluoretação das águas de abastecimento público de Piracicaba. Rev Paul Odontol, 1995; 17 (3): 30-36.
  114. Peutzfeldt, A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. Eur J Oral Sci, 1997; 105 (2) : 97-116.
  115. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. Dent Mater 1998a; 14: 120-8.
  116. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. Dent Mater. 1998b; 14: 212-21.
  117. Poole DF, Tailby PW, Berry DC. The movement of water and other molecules through human enamel. Arch Oral Biol. 1963; 38: 771-2.
  118. Retief DH. A comparative study of three etching solutions: effects on enamel surface and adhesive-enamel interface. J Oral Rehabil. 1975; 2(1): 75-96.
  119. Retief DH. The mechanical bond. Int Dent J. 1978; 28(1): 18-27.
  120. Ripa LW, Gwinnett AJ, Buonocore MG. The "prismless" outer layer of deciduous and permanent enamel. Arch Oral Biol. 1966; 11(1): 41-8.
  121. Robinson C, Hallsworth AS, Weatherell JA, Kunzel W. Arrest and control of carious lesions: a study based on preliminary experiments with resorcinol-formaldehyde resin. J Dent Res, 1976; 55: 812-818.
  122. Robinson C, Brookes SJ, Kirkham J, Wood SR, Shore RC: In vitro studies of the penetration of adhesive resins into artificial caries-like lesions. Caries

- Res, 2001; 35: 136–141
123. Rodda JC. Impregnation of caries-like lesions with dental resins. *NZ Dent J* 1983; 79: 114-117.
  124. 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.
  125. Rüttermann S, *et al.* Impact of replacing BisGMA and TEGDMA by other commercially available monomers on the properties of resin-based composites. *Dent Mat.* 2010; 26: 353-359.
  126. Salar DV, Garcia Godoy F, Flaitz CM, Hicks MJ. Potential inhibition of demineralization in vitro by fluoride releasing sealants. *J Am Dent Assoc,* 2007; 138: 502-506.
  127. Sano H, Shono T, Sonoda H, *et al.* Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength. Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994; 10: 236-40.
  128. Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev oral Biol Med* 2001; 12 (2): 136-51.
  129. Saunders WP, Strang R, Ahmad I. Shear bond strength of bond to enamel and dentin. *Am J Dent.* 1991; 4: 265-7.
  130. Schmidlin PR, Zehnder M, Pasqualetti T, Imfeld T, Besek MJ. Penetration of a bonding agent into de- and remineralized enamel in vitro. *J Adhes Dent* 2004; 6: 111-15.
  131. Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, *et al.* Micro-tensile testing of denting adhesives. *Dent Mater* 1998; 14: 194-201.
  132. Scott DB, Simmelink JW, Nygaard V. Structural aspects of dental caries. *Dent Res.* 1974; 53(2): 165-78.
  133. Sharawy M, Yaeger JA. Esmalte. In: Bhaskar SN. *Histologia e Embriologia*

- de Orban. São Paulo: Artes Médicas; 1989;10 (6):51-110.
134. Shimada Y, Kikushima D, Tagami J. Micro-shear bond strength of resin-bonding systems to cervical enamel. *Am J Dent.* 2002; 15(6): 373-7
  135. Shimada Y, Iwamoto N, Kawashima M, Burrow MF, Tagami J. Shear bond strength of current adhesive systems to enamel, dentin and dentin-enamel junction region. *Oper Dent.* 2003; 28(5): 585-90.
  136. Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of surface area on resin-enamel tensile strength. *Dent Mater* 1997; 13: 290-6.
  137. Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvelho RM, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 1999; 78: 669-705.
  138. Sideridou I., *et al.* Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2002; 23(8):1819-29.
  139. Sideridou, I., *et al.* Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light – cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2003, 24(4) : 655-65
  140. Silverstone LM. Structure of carious enamel, including the early lesion. *Oral Sci Rev.* 1973; 3:100-60.
  141. Silverstone LM. Fissure sealants. Laboratory studies. *Caries Res.* 1974; 8(1): 2-26.
  142. Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fejerskov O. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. *Caries Res.* 1975; 9(5): 373-87.
  143. Stansbury JW, Synthesis and evaluation of novel multifunctional oligomers for dentistry. *J Dent Res* 1992; 71:434-437.
  144. Swift EJ Jr, Perdigao J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence Int.* 1995; 26(2): 95-110.

145. Tandon S, Kumari R, Udupa S: The effect of etch-time on the bond strength of a sealant and on the etch-pattern in primary and permanent enamel: an evaluation. *ASDC J Dent Child*. 1989; 56(3): 186-90.
146. Tay FR, Kwong SM, Itthagarun A, King NM, Yip HK, Moulding KM et al. Bonding of a self-etching primer to non-cariou cervical sclerotic dentin: interfacial ultrastructure and microtensile bond strength evaluation. *J Adhes Dent*. 2000; 2(1):9-28.
147. Ten Cate AR. *Oral Histology: Development, Structure and Function*. 4. ed. St. Louis: Mosby; 1994. p. 169-217.
148. Ten Cate AR. Amelogênese. In: Ten Cate AR, editor. *Histologia bucal: desenvolvimento, estrutura e função*. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 2001.p.186-221.
149. Thylstrup A, Fejerskov O. Patologia da cárie. In:Thylstrup A, Fejerskov O, editores. *Tratado de cariologia*. Rio de Janeiro: Cultura Médica; 1988.p.194-223.
150. Torii Y, Itou K, Hikasa R, Iwata S, Nishitani Y. Enamel tensile bond strength and morphology of resin-enamel interface creates by acid etching system with or without moisture and self-etching priming system. *J Oral Rehabil*. 2002; 29:528-33.
151. Truman BI, Gooch BF, Sulemana IS, Gift HC, Horowitz AM, Evans CA, *et al*. The task force on community preventive services reviews of evidence on interventions to prevent dental caries, oral and pharyngeal cancers, and sports-related craniofacial injury. *Am J Prev Med* 2002; 23 (1 Suppl):21-54.
152. Tyldesley WR. The mechanical properties of human enamel and dentine. *Br Dent J*.; 1950: 269-78.
153. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* 2007; 28(26):3757–85.

154. Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res.* 1992; 71: 1530-40.
155. Van Noort R, Norrozi S, Howard IC, Cardew GE. A critique of bond strength measurements. *J Dent* 1989; 17: 661-667.
156. Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res.* 1991; 70(5): 889-93.
157. Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin. *J Dent Res* 1997; 76: 1298-307.
158. Weber DF, Eisenmann DR, Glick PL. Light and electron microscopic studies of retzius lines in human cervical enamel. *Am J Anat.* 1974; 141(1):91-104.
159. Weyne,S.-Cariologia.In:Baratieri,L.N.Dentística - Procedimentos preventivos e restauradores. Rio de Janeiro: Quintessence, 1989; 1:1-42.
160. Whittaker DK, Structural variations in the surface zone of human tooth enamel observed by scanning electron microscopy. *Arch Oral Biol.* 1982; 27: 383-92.
161. Ye Q., Spencer P., Wang Y., Misra A., Relationship of solvent to the photopolymerization process, properties, and structure in model dentin adhesives. *J Biomed Mater Res* , 2007;80A: 342–350.
162. Yiu CK.,Pashely EL, Hiraishi N., King NM, Goracci C, Ferrari M, et al.Solvent and water retentionin dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials.* 2005; 26(34):6863-72.
163. Zidan O, Hill G. Phosphoric acid concentration: enamel surface loss and bonding strength. *J Prosthet Dent.* 1986; 55(3): 388-92.

## ANEXO

### Cômitê de Ética em Pesquisa

	<b>COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA</b> <b>FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA</b> <b>UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS</b>	
<b>CERTIFICADO</b>		
<p>O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa "<b>Desempenho do selamento de lesões de cárie artificial em esmalte frente ao desafio cariogênico - Estudos in vitro e in situ. análise mecânica, micro-morfológica e bioquímica</b>", protocolo nº 046/2006, dos pesquisadores Kamila Rosamília Kantovitz, Andréa Melo Moutinho da Costa, Giovana Spagnolo Albamonte de Araujo, Ravana Angelini Sfalcin, Regina Maria Puppini Rontani, Reginaldo Bruno Gonçalves, Roberta Caroline Bruschi Alonso e Tatiany Gabrielle Freire Araujo, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde - Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 19/03/2010.</p>		
<p>The Ethics Committee in Research of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that the project "<b>Performance of sealant in the enamel white spot lesion under cariogenic challenge - studies in vitro and in situ. Mechanical, micro- morphological and biochemical analysis</b>", register number 046/2006, of Kamila Rosamília Kantovitz, Andréa Melo Moutinho da Costa, Giovana Spagnolo Albamonte de Araujo, Ravana Angelini Sfalcin, Regina Maria Puppini Rontani, Reginaldo Bruno Gonçalves, Roberta Caroline Bruschi Alonso and Tatiany Gabrielle Freire Araujo, comply with the recommendations of the National Health Council - Ministry of Health of Brazil for research in human subjects and therefore was approved by this committee at 03/19/2010.</p>		
		
<b>Prof. Dr. Pablo Agustin Vargas</b> Secretário CEP/FOP/UNICAMP	<b>Prof. Dr. Jacks Jorge Junior</b> Coordenador CEP/FOP/UNICAMP	
<small>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.</small>		