

GIOVANA SPAGNOLO ALBAMONTE DE ARAÚJO

***DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS RESINOSOS  
PARA INFILTRAÇÃO EM LESÕES CARIOSAS  
INCIPIENTES EM ESMALTE - AVALIAÇÃO DO  
GRAU DE CONVERSÃO, DENSIDADE DE  
LIGAÇÕES CRUZADAS E MÓDULO DE  
ELASTICIDADE***

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

Orientadora: Prof<sup>a</sup> Dra<sup>a</sup> Regina Maria Puppim-Rontani

Piracicaba

2011

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA  
Bibliotecária: Elis Regina Alves dos Santos – CRB-8ª / 8099

Ar15d	<p>Araújo, Giovana Spagnolo Albamonte de. Desenvolvimento de materiais resinosos para infiltração em lesões cáries incipientes em esmalte: avaliação do grau de conversão, densidade de ligações cruzadas e módulo de elasticidade / Giovana Spagnolo Albamonte de Araújo. – Piracicaba, SP: [s.n.], 2011.</p> <p>Orientador: Regina Maria Puppini-Rontani. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p>1. Cárie dentária. 2. Resinas. I. Puppini-Rontani, Regina Maria. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.</p> <p style="text-align: right;">(eras/fop)</p>
-------	--

Título em Inglês: Development of resin materials in incipient enamel caries infiltration: evaluation of the degree of conversion, cross-linking density and elastic modulus

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dental Caries. 2. Resins

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Regina Maria Puppini-Rontani, Roberta Caroline Bruschi Alonso, Mário Alexandre Coelho Sinhoretí

Data da Defesa: 22-02-2011

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 22 de Fevereiro de 2011, considerou a candidata GIOVANA SPAGNOLO ALBAMONTE DE ARAUJO aprovada.

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

---

Prof. Dra. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI

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

---

Prof. Dra. ROBERTA CAROLINE BRUSCHI ALONSO

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Mario Alexandre Coelho Sinhoret".

---

Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

Dedico este trabalho...

Aos meus pais **Alba** e **Aldo** e ao meu irmão **Leonardo**, pessoas mais importantes na minha vida, que me apoiaram cada um da sua maneira e entenderam minha ausência durante a realização deste trabalho.

À minha orientadora Profa. Dra. **Regina Maria Puppini-Rontani** que permitiu não só a realização deste trabalho, mas também meu crescimento pessoal e profissional.

## AGRADECIMENTOS

À **Deus**, pela paciência nos momentos que não tive, pela atenção nos momentos de carência e pela sabedoria nos momentos decisivos...

Aos meus pais **Alba** e **Aldo** por estarem sempre torcendo por mim e por me incentivarem dando força e apoio. Obrigada por investir nos meus sonhos, muitas vezes deixando de realizar os seus sonhos...

Ao meu irmão **Leonardo** por ser sempre tão realista e me ajudar nas decisões. Com seu exemplo de determinação e audácia determina “correções de rota” na minha vida...

Ao meu namorado **Márcio**, por todo o amor e carinho nos momentos que eu mais precisei e por compreender minha ausência durante a realização deste trabalho...

À minha orientadora Prof. Dra. **Regina Maria Puppini-Rontani** pela confiança em mim depositada. Sua paixão, dedicação e seriedade pela pesquisa foram um exemplo para o meu aprendizado. Obrigada pelo carinho com que sempre me acolhe todas as vezes que te peço ajuda...

Agradeço à Prof. Dra. **Roberta Caroline Bruschi Alonso**, que desde o início sempre esteve muito prestativa. Muito obrigada por ter me ensinado parte de seu conhecimento, pela sua paciência, amizade e dedicação. Adorei trabalhar com você, sem sua ajuda nada seria possível...

Às minhas amigas **Amanda, Ana Paula, Thaís e Cristina** por entenderem minha ausência. Muito obrigada por estarem sempre presentes, mesmo que o sempre seja muito pouco...

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do seu Diretor Prof. Dr. **Jacks Jorge Júnior** e Diretor Associado Prof. Dr. **Alexandre Augusto Zaia**.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento Profissional de Nível Superior** (CAPES) pela concessão da bolsa de estudos e a FAPESP pelo Auxílio à Pesquisa 08/56194-0 concedido.

Aos professores presentes na banca da defesa, Prof. Dr. **Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**, Profa. Dra. **Roberta Caroline Bruschi Alonso**. Obrigada por terem aceitado o convite para participar da banca examinadora.

Aos professores que estiveram presentes na banca de qualificação, Prof. Dr. **Simonides Consani**, Prof. Dr. **Rafael Leonardo Xediek Consani**, e Prof. Dr. **Américo Bortolazzo Correr**, pelas sugestões que contribuíram com o enriquecimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. **Mario Fernando de Goes**, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pelo exemplo de seriedade sempre demonstrado.

Ao Prof. Dr. **Lourenço Correr-Sobrinho**, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pela contribuição na minha formação.

Aos demais professores do Programa de Pós-Graduação de Materiais Dentários Prof.Dr.**Marcelo Gianinni** e Prof.Dr.**Luís Roberto M. Martins**.

Ao técnico responsável pelo laboratório de Materiais Dentários **Marcos Blanco Cangiani**, obrigada por toda sua ajuda, por não ter somado esforços para ajudar todos os alunos sempre de forma espontânea e pelos momentos de descontração no laboratório.

À **Selma Aparecida Barbosa de Souza Segalla**, secretária do laboratório de Materiais Dentários pela amizade e por ser tão prestativa.

Aos técnicos responsáveis pelo departamento de microscopia da FOP/UNICAMP, **Adriano e Eliene** por toda a paciência que tiveram ao me ensinar e auxiliar nas imagens microscópicas.

Ao técnico responsável pelo Laboratório de Odontopediatria **Marcelo** por estar sempre disposto a ajudar e ter contribuído para a realização deste trabalho.

Às minhas “*roommates*” **Ariene** e **Andréia** pelos momentos de descontração, desabafo, longas conversas e troca de experiências. Vocês serão sempre especiais para mim.

Aos amigos de mestrado **Ana Paula, Victor, Marcos, Carlos, Guilherme, César, Roberta, Tatiany, Ravana, Isadora e Renata** por dividirem comigo esta experiência.

Aos amigos do doutorado **Gislaine, Ailla, Adriana, Cristina, Polliana, Ana Rosa, Rafael, Alberto, Aloísio, Lucas** pela amizade e troca de experiências.

Aos amigos da área de Dentística Restauradora **Milena** e **Eduardo** por toda a ajuda técnica e psicológica, além do tempo despendido comigo. Vocês são pessoas maravilhosas!

A todos, meus sinceros agradecimentos.

*“Obstáculos são aquelas dificuldades que você vê quando tira os olhos de seus objetivos.”*

Henry Ford

## RESUMO

O objetivo neste trabalho foi avaliar o grau de conversão, densidade de ligações cruzadas e módulo de elasticidade de nove materiais resinosos experimentais contendo diferentes combinações de monômeros base e diluentes em comparação a um material comercialmente disponível,. Além disso, avaliar o módulo de elasticidade após aplicação em esmalte bovino cariado artificialmente. Foram preparados nove materiais resinosos experimentais contendo TEGDMA, BISEMA, HEMA, UDMA e etanol em diferentes proporções. O grau de conversão monomérico foi avaliado através da Espectroscopia Transformada por Infravermelho de Fourier (FTIR). A densidade de ligações cruzadas foi avaliada indiretamente através da taxa de redução de dureza após imersão em etanol. O módulo de elasticidade foi avaliado através do teste de flexão de três pontos para avaliação do módulo de elasticidade, utilizando máquina de ensaio universal (Instron). Adicionalmente, o módulo de elasticidade do esmalte bovino cariado e infiltrado com os materiais experimentais foi avaliado. Para tanto, blocos de esmalte bovino com 4mm x 2mm x 1mm foram preparados e submetidos ao desenvolvimento de cárie artificial. Os infiltrantes foram aplicados e o módulo de elasticidade foi determinado através do teste de flexão de três pontos em máquina de ensaio universal (Instron). Os resultados foram submetidos a dois tipos de análise, sendo a primeira ANOVA e teste de Tukey (5%), em que é feita a comparação entre os grupos experimentais. A segunda análise, os dados foram submetidos a ANOVA e teste de Dunnett (5%), em que é feita a comparação entre o grupo controle e os experimentais. Os materiais contendo etanol na composição apresentaram resultados inferiores em todos os testes, e os sem solvente na composição apresentaram os melhores resultados. A adição de UDMA não influenciou as propriedades testadas, porém o BisEMA influenciou de forma negativa. O material resinoso contendo TEGDMA e o comercial apresentaram os maiores valores de grau de conversão comparando-se aos demais grupos. Em relação à densidade de ligações cruzadas, houve maior redução de dureza do

grupo contendo TEGDMA, UDMA e etanol em comparação com o grupo controle (comercial). Os grupos que continham etanol na composição apresentaram os menores valores de módulo de elasticidade, sendo diferentes do grupo controle. Em relação ao módulo de elasticidade das amostras cariadas e infiltradas não houve diferença significativa entre os grupos infiltrados e o grupo controle (cariados) e nem entre os grupos experimentais. A adição de etanol e HEMA influenciou de forma negativa todas as propriedades testadas. O TEGDMA como monômero base, sem adição de solvente apresentou-se como o infiltrante com melhores propriedades em todos os testes.

**Palavras-chave:** Cárie dentária, Resinas, Propriedades físicas e químicas.

## **ABSTRACT**

The aim of this study was to evaluate the degree of conversion, crosslink density and elastic modulus of nine experimental resin materials containing different combinations of base monomers and solvents on comparison to a material commercially available. Moreover, to evaluate the elastic modulus after application to artificially carious enamel. Were prepared nine experimental resin materials containing TEGDMA, BISEMA, HEMA, UDMA and ethanol in different proportions. The degree of conversion was measured by Fourier Transformed Infrared Spectroscopy (FTIR). The crosslink density was indirectly assessed by the rate of reduction of hardness after immersion in ethanol. The elastic modulus of was evaluated by three-point bending test to evaluate the elastic modulus, using a universal testing machine (Instron). Additionally, the elastic modulus of enamel caries and infiltrated with the experimental materials was evaluated. For that, bovine enamel blocks with 4mm x 2mm x 1mm were prepared and submitted to the development of caries. The experimental resin materials were applied and the elastic modulus was determined by three-point bending test in a universal testing machine (Instron). The results were subjected to two types of analysis, the first ANOVA and Tukey test (5%), in which a comparison is made between the experimental groups. The second analysis, data were analyzed by ANOVA and Dunnett's test (5%), in which a comparison is made between the control and experimental groups. The materials in the composition containing ethanol exhibited inferior in all tests, and the solvent-free composition showed the best results. The addition of UDMA not influence the properties tested, but the manner influenced BisEMA negativa. O resinous material containing commercial and TEGDMA showed the highest degree of conversion compared to the other groups. Regarding the crosslink density, a greater reduction of hardness of the group containing TEGDMA, UDMA and ethanol compared with the control group (commercial). The groups containing ethanol showed the lowest elastic modulus, being different from the control group. Regarding the elasticity of the samples infiltrated decayed and

there was no significant difference between groups infiltrated and control group (decayed) or between experimental groups. The addition of ethanol, and HEMA influenced negatively all properties tested as the TEGDMA monomer base, without addition of solvent appeared as infiltrating the best properties in all tests.

**Key-words:** Dental Caries, Resins, Physical and Chemical Properties.

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO DA LITERATURA	6
3 PROPOSIÇÃO	30
4 MATERIAIS E MÉTODOS	31
5 RESULTADOS	42
6 DISCUSSÃO	51
7 CONCLUSÃO	57
REFERÊNCIAS	58
APÊNDICES	72

## 1. INTRODUÇÃO

Apesar do declínio geral da doença cárie nas últimas décadas, a prevalência de cárie em esmalte ainda é alta. O tratamento sugerido para estas lesões é baseado na remineralização através do uso de fluoretos ou em alguns casos tratamento invasivo.

O primeiro sinal clínico observado no desenvolvimento da cárie é uma mancha branca, opaca e rugosa. Esta mancha branca é caracterizada por uma superfície hipermineralizada sob a qual encontra-se o corpo da lesão, onde se observa perda mineral, enquanto a superfície (a espessura de 10 a 30 micrometros, segundo Kidd & Fejerskov, 2004) se mantém relativamente intacta e hipermineralizada. Abaixo da superfície relativamente intacta está o corpo da lesão, não sendo passível de ser remineralizado de forma homogênea. Dessa forma, a lesão progride abaixo desta camada. Se esta progressão não for inibida, a camada superficial de esmalte hipermineralizado se rompe devido às cargas mastigatórias e pode-se observar clinicamente uma lesão cavitada. (Fejerskov & Kidd, 2005).

Em locais onde há maior dificuldade de remoção de biofilme, como por exemplo, áreas proximais onde o fluoreto tem ação limitada, a desmineralização é contínua. Nestes casos nos quais a lesão não é passível de ser inibida, o tratamento invasivo tem sido recomendado e muitas vezes há remoção de tecido sadio (Paris *et al.*, 2007a). Além disso, os fluoretos presentes na saliva agem como catalisadores da remineralização, permitindo rápida precipitação mineral na superfície externa do esmalte, obliterando os poros presentes nesta superfície e impedindo a comunicação do meio externo com a lesão subsuperficial (Garcia-Godoy & Hicks, 2008). Desta forma a lesão da subsuperfície não é completamente remineralizada.

Outra forma de prevenção de cárie é a aplicação de selantes de fóssulas e fissuras, que tem como objetivo promover o selamento destas áreas de

difícil acesso à limpeza impedindo a penetração de microrganismos e carboidratos fermentáveis nos sulcos mais profundos da superfície oclusal. Entretanto, estes materiais se limitam à penetração no esmalte superficial e não tem a capacidade de penetrar na lesão subsuperficial e desta forma a progressão da doença pode não ser evitada.

Em 1975, outra abordagem para lesões de cárie em esmalte foi sugerida. Nesta técnica, chamada de “*plastic coating*”, adesivos comerciais eram utilizados para infiltrar em lesões. Concluiu-se que essa camada de adesivo poderia impedir a progressão da lesão, e paralisar a cárie. Porém, estes materiais não apresentaram resultados suficientemente satisfatórios quando utilizados para esta finalidade. Os sistemas adesivos têm a capacidade de penetrar no esmalte cariado devido a baixa viscosidade apresentada, no entanto isso ocorre de forma superficial e além disso estes materiais não apresentam propriedades mecânicas adequadas para tal finalidade (Davila *et al.*, 1975).

Uma vez que selantes e adesivos foram desenvolvidos para realizar outras funções, não é surpreendente que estes materiais apresentem inferior capacidade de penetração nas lesões de cárie em esmalte (Paris *et al.*, 2007a).

De acordo com os conceitos da odontologia minimamente invasiva, surge uma nova tendência para prevenção e tratamento da cárie baseando-se na infiltração de materiais resinosos de baixa viscosidade na lesão incipiente em esmalte (Paris *et al.*, 2006, 2007b). Para distinguir estes materiais próprios para infiltrar em lesões de cárie dos adesivos e selantes, estas resinas são denominadas infiltrantes (Paris *et al.*, 2007b). Os infiltrantes têm a capacidade de penetrar nos poros da lesão incipiente em esmalte e chegar ao corpo da lesão.

A fórmula que estabelece a penetração do líquido (resina fluida) em um sólido poroso (lesão em esmalte) é a equação de Washburn. O líquido penetra no sólido através de forças capilares (Washburn,1921). Através desta equação obtêm-se o coeficiente de penetração, considerando-se a viscosidade, tensão

superficial e ângulo de contato do material. Quanto maior o coeficiente de penetração de um líquido, mais rápido este penetra no sólido. Foi estabelecido por Paris *et al.*, (2007a) que para que o material seja efetivo na penetração, este coeficiente deve ser maior que 200 cm/s.

Idealmente um material utilizado para esta finalidade deveria apresentar alto coeficiente de penetração, baixa viscosidade, baixa tensão superficial e propriedades mecânicas aceitáveis que suportem a abrasão dental.

Em 2005, Meyer-Lueckel *et al.*, também analisaram a penetração de adesivos comerciais em lesões artificiais e concluíram que esta técnica é válida para impedir a progressão da lesão. Além da capacidade de penetração, também se encontra alterado o índice de refração da área da lesão, modificando a aparência estética do esmalte. No entanto, é necessário desenvolver materiais otimizados e designados para infiltração de lesões em esmalte.

É sabido que na estrutura de esmalte cariado ocorre perda de propriedades mecânicas como resistência coesiva, a dureza e principalmente o módulo de elasticidade e a resistência a flexão, devido à perda mineral. Então, além de paralisar a lesão de cárie, o ideal seria que os materiais infiltrantes, ou seja, monômeros resinosos, restituíssem tais propriedades ao esmalte.

Até o ano de 2010 foram realizados estudos verificando a qualidade de penetração destes materiais à base de BisGMA e TEGDMA, e se realmente são capazes de paralisar a lesão. No entanto, é necessário verificar se estes materiais resinosos reestabelecem as propriedades reduzidas do esmalte cariado, bem como as propriedades do próprio material infiltrante, como grau de conversão e densidade de ligações cruzadas.(Paris *et al.*, 2006, 2007; Meyer-Lueckel *et al.*, 2006,2007)

Em 2007a, Paris *et al.*, avaliaram o coeficiente de penetração de 66 infiltrantes experimentais a base de BISGMA, TEGDMA, UDMA e HEMA com

adição de etanol como solvente, além de 5 adesivos e um selante de fissuras, além da sua consistência após polimerização. Neste trabalho, os materiais com maior coeficiente de penetração tinham em sua composição grandes quantidades de HEMA e álcool, porém estes apresentaram consistência borrachóide após a presa, o que pode indicar polimerização insatisfatória.

Estas propriedades são importantes, uma vez que o grau de conversão define a porcentagem de conversão dos monômeros em polímeros. No entanto, não fornece uma caracterização completa da estrutura, pois polímeros com semelhante grau de conversão podem apresentar diferentes densidades de ligações cruzadas devido às diferenças na linearidade das cadeias (Schneider *et al.*, 2008). A densidade de ligações cruzadas pode ser indiretamente avaliada através da mensuração da temperatura de transição vítrea (Yap & Soh, 2004). No entanto, tal avaliação necessita testes complexos e equipamento especial. Um método alternativo é o uso de testes de imersão do corpo de prova em solventes, que foi utilizado por outros estudos (Guiraldo *et al.*, 2009; Asmussen & Peutzfeldt, 2003).

Além do grau de conversão e densidade de ligações cruzadas, o módulo de elasticidade também reflete propriedades importantes, considerando que o elemento dental está constantemente submetido à tensões relativas às forças mastigatórias. Após a perda mineral resultante da cárie, o esmalte pode apresentar módulo de elasticidade alterado quando submetido a tensões. Possivelmente, a infiltração de materiais resinosos nesta área pode alterar os padrões de resiliência da área afetada, tornando-a menos frágil.

Uma alternativa para conseguir um infiltrante com propriedades aceitáveis, que tenha consistência rígida após a polimerização e que ao mesmo tempo seja fluido o suficiente para penetrar nos poros do esmalte cariado, seria a adição de BISEMA ao material experimental. Este monômero tem a estrutura molecular quase idêntica ao BISGMA, por esse motivo o peso molecular de ambos

é aproximado (BISGMA: 512g/mol; BISEMA: 540g/mol) porém não estão presentes os grupos hidroxila do BISGMA, e por isso apresenta menor viscosidade (BISGMA: 600-1000Pa.s; BISEMA: 0.03 Pa.s)(Gonçalves *et al*,2009).

Baseando-se nesses pressupostos, torna-se necessário o estudo de materiais diferenciados com a finalidade de penetrar nas lesões de cárie em esmalte.

Desta forma, a hipótese testada neste trabalho propõe que diferentes formulações comerciais ou experimentais de materiais resinosos experimentais, formulados para infiltração em lesões iniciais de cárie, apresentam características de polimerização e propriedades mecânicas diferentes.

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

O esmalte é o tecido mais duro e mineralizado do corpo humano. O principal componente inorgânico é a apatita, que pode se apresentar na forma de hidroxiapatita, fluorapatita e carbonatoapatita (Gwinnet, 1992).

Quando um dente irrompe na cavidade bucal, o esmalte está totalmente mineralizado. Sua constituição é de 96% de material mineral e 4% de material orgânico e água. (Sharawy & Yaeger, 1989). O conteúdo inorgânico do esmalte constitui-se de cristais de fosfato de cálcio parcialmente substituído por íons carbonato (ten Cate, 2008). O esmalte normal e hígido constitui-se de cristais de hidroxiapatita reunidos firmemente, que lhe dá uma aparência semelhante ao vidro, ou seja, o esmalte é translúcido. Os cristais são organizados em prismas no esmalte interprismático. Embora a união dos cristais seja muito firme em nível microscópico, estes são separados por minúsculos espaços intercristalinos que são preenchidos por água e material orgânico. Juntos, os espaços intercristalinos formam uma fina rede de vias de difusão que em geral são denominados microporos. A superfície mais externa do esmalte é porosa devido às aberturas das estrias de Retzius, funcionando como grandes vias de difusão. Da mesma forma, as numerosas depressões dos processos de Tomes são parcialmente circundadas pelas aberturas dos espaços em forma de arco, que ao longo do esmalte separa parcialmente o esmalte prismático do interprismático (Johnson, 1967; Fejerskov et al., 1984).



Figura 1 - Corte do esmalte dental humano. Observa-se as estrias de Retzius indicadas pela seta. Fonte: Fejerskov e Kidd, 2005.

Assim, a atividade química do esmalte é conduzida pelas propriedades físico-químicas dos cristais de hidroxiapatita e pela água presente nos espaços interprismáticos, servindo como meio de difusão. Entretanto, essa atividade está restrita quase que inteiramente à porção mais externa do esmalte após sua formação ter sido completada (Brudevold, 1967).

A cárie é a principal doença que atinge os tecidos dentais através do ataque de ácidos originados a partir do metabolismo bacteriano. É um processo multifatorial que envolve microrganismos cariogênicos, o hospedeiro (dente e saliva) e com dieta do indivíduo baseada em sacarose (Keyes, 1969). Entretanto, a presença destes três fatores não determina a perda mineral instantaneamente, e por isso o fator tempo também apresenta-se envolvido (Newbrun, 1978). É também um processo dinâmico, de desequilíbrio entre a desmineralização e remineralização. Trata-se de uma doença crônica, e portanto um processo que ocorre lentamente. Os sinais da doença variam desde perdas minerais imperceptíveis visualmente até destruição total da estrutura dentária (Fejerskov & Kidd, 2005).

Sendo uma lesão biofilme-dependente, após uma semana de exposição ao biofilme, nenhuma alteração é perceptível clinicamente no esmalte, mesmo após um cuidadoso procedimento de secagem com ar.

Após a formação do biofilme, o pH rapidamente decai de 7.0 para 5.0 devido à formação de ácidos e então, o pH crítico, no qual ocorre a dissolução do esmalte (aproximadamente 5.5), é alcançado. Embora a placa dental esteja saturada de cálcio e fosfato, o rápido aumento de íons hidrogênio penetra entre os cristais de hidroxiapatita chegando ao esmalte subsuperficial. Este processo resulta em desmineralização da subsuperfície do esmalte a partir da entrada de íons hidrogênio e saída dos íons cálcio e fosfato que migram para o biofilme e precipitam na superfície do esmalte. O pH é então restabelecido e ocorre a remineralização. A remineralização é afetada pela concentração de cálcio e fosfato no biofilme ou na saliva. A rápida precipitação de cálcio e fosfato pode ocluir os poros na superfície do esmalte, limitando a remineralização no esmalte subsuperficial (García-Godoy & Hicks, 2008).

Em nível ultraestrutural já existem sinais de dissolução direta da superfície do esmalte. Ocorre aumento dos espaços intercristalinos indicando dissolução parcial da superfície dos cristais. Histologicamente ocorre um leve aumento da porosidade indicando perda modesta de minerais a uma profundidade de 20 a 100  $\mu\text{m}$ . Com 14 dias de placa completamente inalterada, as alterações se tornam visíveis após secagem com ar caracterizando-se como alterações esbranquiçadas e opacas. Ocorre um aumento da porosidade do esmalte por meio da remoção preferencial dos minerais localizados nas porções mais profundas do tecido para a superfície externa. Uma lesão subsuperficial começa a se tornar evidente (Fejerskov & Kidd, 2005).

Após 4 semanas de exposição à placa bacteriana inalterada, se inicia uma lesão ativa em esmalte apresentando característica superficial calcária que lembra o giz. Isso ocorre devido à porosidade interna do esmalte em virtude da

desmineralização, provocando perda da translucidez, fazendo com que o esmalte pareça opaco devido à erosão da camada mais externa, tonando-se mais irregular e provocando aumento da reflexão difusa da luz (Fejerskov & Kidd, 2005; Silverstone 1973).

Em 1975, Davila *et al.* observou em secções longitudinais de dentes cariados artificialmente, uma superfície externa do esmalte com pequenos poros e abaixo uma área com aumento da distância interprismática. Silverstone, 1977 classificou o esmalteariado em quatro zonas: 1- zona superficial relativamente intacta de aspecto normal com perda mineral de aproximadamente 1%, cuja profundidade varia entre 20 e 50µm; 2- corpo da lesão que tem maior largura perda mineral mais pronunciada –aproximadamente 50%; 3-zona escura: só é possível ser visualizada após embebição em quinolina; 4- zona translúcida: não está presente em todas as lesões, com perda mineral de 1%. Portanto, pressupondo-se um desafio cariogênico constante, haverá gradual dissolução do esmalte subsuperficial, sendo que essa será mais pronunciada profundamente no interior do esmalte que na sua superfície, difundindo-se através do esmalte, seguindo a direção dos prismas. (Fejerskov & Kidd, 2005)

A camada superficial da lesão forma uma barreira de difusão contra a absorção de minerais na subsuperfície (Larsen & Fejerskov, 1989). Por este motivo as lesões controladas, apresentando uma camada superficial intacta permanecem como cicatrizes no tecido (Fejerskov & Kidd, 2005).

Devido à dificuldade da obtenção de dentes cariados *in vivo*, existe a possibilidade de desenvolver lesões de cárie artificiais, *in vitro* e *in situ* com características visuais e histológicas semelhantes às lesões *in vivo*, produzidas em curto período de tempo e sob condições experimentais controladas (White, 1995).

Existem diferentes modelos de desenvolvimento de cárie artificial. Estas lesões artificiais têm sido produzidas em dentes humanos e bovinos utilizando diferentes soluções de desmineralização em diferentes temperaturas. Os

principais métodos utilizados em pesquisas são o método biológico e o químico. O método químico pode ser estático – imersão em soluções ácidas tamponadas ou géis; ou dinâmico – ciclagem de pH, preconizado por ten Cate & Duijsters em 1982. O método biológico consiste na imersão em ou mais espécies microbiológicas produtoras de ácido (Gilmour *et al.*, 1998 e Seemann *et al.*, 2005). Existe também o modelo *in situ* que submete os corpos de prova ao ambiente oral por meio de um aparelho removível intra-oral (Tenuta *et al.*, 2005; Lagerweij & ten Cate, 2002).

No modelo químico dinâmico (ciclagens de pH) são formadas lesões com 100 a 250µm de profundidade em curtos períodos de tempo, como dias ou semanas, representando 6 a 12 meses de progressão *in vivo* (White, 1995). A ciclagem tem como objetivo simular as variações dinâmicas de saturação mineral e pH inerentes ao o processo natural de cárie. Atualmente é o método mais detalhado e complexo de produção de lesões artificiais de cárie (White, 1995).

A solução de cárie é muito utilizada por se tratar de um método mais simplificado, menos complexo. Consiste na imersão dos corpos de prova em soluções ou géis ácidos tamponados, variando o valor de pH, tempo de imersão e temperatura. O tipo e a concentração do ácido determinam o grau de desmineralização e as características da lesão (Sperber & Buonocore, 1963). A inclusão de cálcio, fosfato e fluoretos em uma solução ácida tamponada promove uma saturação parcial, resultando em uma lesão com camada superficial e subsuperficial características da lesão *in vivo* (ten Cate & Duijsters, 1983).

Amaechi *et al.*, em 1998 estudaram a influência da temperatura, tipo de solução e tempo de imersão de corpos de prova de dentes bovinos na produção de lesões de cárie artificiais e concluíram que pode-se desenvolver lesões artificiais com superfície e subsuperfície bem definidas utilizando-se uma solução ácida tamponada com fluoreto em três dias de exposição, sem interferência da

temperatura. A temperatura não interferiu neste caso. Utilizando o sistema de produção de cárie com gel não foi possível desenvolver este tipo de lesão.

Na tentativa de formar lesões de cárie subsuperficiais em esmalte bovino Alexandria *et al.*, em 2008, testaram o uso de solução tampão de acetato contendo cálcio, fosfato e flúor, alterando o pH da solução e o tempo de exposição. Concluíram que a imersão dos corpos de prova em solução com pH 5,0 durante 16 horas produziu lesões de cárie características de subsuperfície.

Para determinar o pH e o tempo ideal de permanência na solução, estudos anteriores utilizaram como metodologia a microdureza e avaliação através de microscopia de luz polarizada do tipo e profundidade da lesão (Alexandria *et al.*, 2008).

Estudos *in vitro* têm mostrado que o esmalte humano e o bovino apresentam comportamento similar em condições de produção de lesões artificiais de cárie. A vantagem em usar dentes bovinos, ao invés de humanos, se deve à facilidade de obtenção e manipulação. Além disso, apresentam uma composição química relativamente mais homogênea, o que permitiria menor variação na resposta de tratamentos cariogênicos e anticariogênicos (Mellberg, 1992).

Dentes bovinos vem sendo utilizados na substituição de humanos em estudos de adesão desde a década de 80. Com o objetivo de encontrar um substituto para o esmalte humano, Nakamichi *et al.*, 1983 compararam a resistência de união em esmalte bovino e humano utilizando cimentos resinosos e compósitos e concluíram que a adesão ao esmalte bovino não apresentou diferença significativa em relação ao esmalte humano.

Em estudo realizado por Reeves *et al.*, (1995) foi avaliada a microinfiltração de três sistemas adesivos dentinários, comparando-se dentes bovinos e humanos e concluíram que não havia diferença estatisticamente significativa nos valores de microinfiltração de materiais utilizados em humanos ou

bovinos. Outros autores também realizaram a substituição de dentes humanos por bovinos para realização de testes de resistência de união (Schilke *et al.*,1999, Lopes *et al.*, 2003, Reis *et al.*,2004).

A razão pela qual ocorre um declínio nos últimos 20 anos da doença cárie é difícil de ser determinada de forma precisa. Mas há evidências de que o uso de fluoretos através de dentifrícios, colutórios fluoretados e flúor tópico no consultório odontológico tem contribuído significativamente (Jenkins 1985; Hargreaves *et al.*,1983).

Em um estudo epidemiológico, Speechley *et al.*, (1996) concluíram que após a década de 90, o declínio da cárie estacionou. Este estudo indica claramente que a cárie ainda se apresenta como um grande problema, e que é necessária uma melhora nas formas de prevenção e terapia. Diante disso, o método preventivo preconizado atualmente é o uso de fluoretos para o tratamento não-invasivo de lesões de cárie incipiente.

Quanto à solubilidade do substrato aos ácidos oriundos do metabolismo bacteriano, a apatita é a mais solúvel. A hidroxiapatita é menos solúvel comparada à apatita. Já a fluorapatita – fluoreto incorporado na apatita – é o substrato menos solúvel aos ácidos comparando-se com a apatita e hidroxiapatita (ten Cate & Featherstone 1991). A fluorapatita contém aproximadamente 30.000 ppm de flúor. Após a remineralização devido ao flúor, as propriedades do esmalte se alteram e este fica menos solúvel à solubilidade devido à presença de ácidos (Featherstone *et al.*,1990) .

Para a prevenção de lesões de mancha branca em pacientes em tratamento ortodôntico, a medida profilática mais importante seria a implementação de higiene oral satisfatória e regular, utilizando dentifrícios fluoretados. Na sua maioria, dentifrícios contem fluoreto de sódio, monofluorofosfato, fluoreto de amina ou uma combinação destes (Bishara & Ostby, 2008).

Pacientes que estão em tratamento ortodôntico apresentam maior risco de cárie, e é recomendado o uso de dentifrícios com uma quantidade maior que 0.1% de fluoretos (Bishara & Ostby 2008).

O'Reilly *et al.*,(1987) sugerem fontes suplementares de fluoreto para pacientes não-colaboradores. De forma isolada, o uso de dentifrício fluoretado, não é eficiente para prevenir o desenvolvimento de lesões cariosas.

Featherstone *et al.*, em 1990 realizaram um estudo utilizando um modelo de ciclagem de pH simulando a desmineralização e remineralização do processo de cárie e concluíram que mesmo com níveis de flúor de 0,03 ppm ou mais na saliva artificial, a remineralização era promovida.

Estudos demonstraram que quando produtos como dentifrícios, colutórios e géis fluoretados são utilizados há um aumento inicial na concentração de fluoreto na saliva, e esta concentração é reduzida ao passo que o fluoreto é removido da cavidade oral. A concentração entre 0.03-0.1 ppm de fluoreto é mantida após 2-6 horas dependendo do produto fluoretado utilizado (Zero *et al.*, 1992).

Alguns estudos mostram que o fluoreto na solução ao redor dos cristais de apatita é capaz de inibir a desmineralização de forma mais efetiva comparado ao fluoreto incorporado nos cristais (ten Cate & Featherstone 1991; Nelson *et al.*,1983.)

No entanto, no caso de alto desafio cariogênico, pacientes com xerostomia ou disfunção salivar, mesmo altos níveis de fluoreto podem ser insuficientes para atenuar os efeitos patológicos e a progressão da cárie (Featherstone, 1999).

Lesões de mancha branca tendem a remineralizar somente em casos em que o paciente apresenta higiene oral adequada e é frequentemente exposto à

fluoretos. Caso contrário, as lesões incipientes tendem a progredir (Mueller *et al.*, 2006).

A colaboração de pacientes de alto risco é necessária e indispensável. No entanto, em alguns casos isso é difícil de ser alcançado. Geiger *et al.*, (1988) concluíram através de um estudo realizado que apenas 15% dos pacientes em tratamento ortodôntico realizam bochechos diariamente conforme recomendado. Pacientes que não colaboram na higiene bucal provavelmente não irão seguir as recomendações sugeridas pelo cirurgião-dentista.

Bishara *et al.*, (2008) sugerem para estes pacientes não-colaboradores a aplicação de altas concentrações de fluoreto na forma de verniz fluoretado. Porém tal procedimento apresenta limitações, como a necessidade de ser realizado por um profissional em consultório odontológico, gerando custos para o paciente e tempo clínico para o cirurgião-dentista.

Oogard *et al.*, (2001) realizaram um estudo *in vivo* avaliando o uso de verniz fluoretado e de clorexidina combinados ou o uso de verniz fluoretado isoladamente e concluíram que ambos tratamentos apresentam redução de 30% das lesões de mancha branca.

Vivaldi-Rodrigues *et al.*, (2006) apresentam algumas desvantagens em relação ao uso de verniz fluoretado, como por exemplo a alteração temporária de cor do dente e dos tecidos gengivais.

De forma geral, o tratamento de lesões de mancha branca em esmalte deve ser realizado a partir de procedimentos mais conservadores. A aplicação de flúor tópico na lesão de mancha branca deve ser a primeira atitude a ser tomada segundo a grande maioria dos clínicos. No entanto, tal intervenção pode causar conseqüências esteticamente indesejáveis. Em pacientes com tratamento ortodôntico recém-finalizado, o efeito da aplicação de fluoreto em altas concentrações pode desencadear a remineralização da camada superficial de

esmalte, deixando os cristais do esmalte cariado mais profundos intactos (Bishara *et al.*, 2008).

Devido à grande quantidade de pacientes não-colaboradores e às desvantagens apresentadas pelos materiais à base de fluoretos, surge então uma nova abordagem ao tratamento de lesões incipientes em esmalte: a infiltração de materiais resinosos de baixa viscosidade no corpo da lesão. Esta opção permite a oclusão dos poros que agem como vias de difusão para os ácidos. A oclusão destes poros pode impedir a progressão da lesão e a cavitação através da restituição de propriedades mecânicas do esmalte (Meyer-Lueckel *et al.*, 2007)

Em 1975 surge um dos primeiros relatos da penetração de materiais em lesões de mancha branca. Davila *et al.*, realizaram infiltração de um adesivo comercial em lesões naturais e artificiais em dentes humanos com ou sem condicionamento com ácido fosfórico 50%. Concluíram que o condicionamento é necessário, uma vez que remove a camada externa do esmalte, e afirmam que esta técnica é efetiva na paralisação das lesões de mancha branca. Nomearam este procedimento como “plastificação”.

Um ano depois, Robinson *et al.*, (1976) investigaram a possibilidade da infiltração de um material cariostático em lesões incipientes em esmalte, utilizando uma resina a base de resorcinol-formaldeído. No entanto, este material se apresentou tóxico à mucosa oral e à dentina e polpa dental, podendo causar ulcerações na mucosa e sensibilidade pulpar. Além disso, apresentava uma coloração preto/avermelhada produzida pela oxidação, o que tornava o material não-estético. Nesta época, não havia muitos avanços nas pesquisas com monômeros resinosos, porém a idéia de infiltrar em lesões já havia surgido. Faltava um material ideal que infiltrasse, permitisse a paralisação da lesão e que ainda fosse estético.

Desde 1963, o condicionamento com ácido fosfórico é utilizado na dentística restauradora para fins de adesão desde, preconizado por Bowen, e o ácido clorídrico é utilizado para microabrasão (Croll, 1997; Sundfeld *et al.*, 2007).

Para infiltrar em uma lesão de cárie, a resina deve ter acesso através de poros para chegar ao corpo da lesão. A penetração pode ser prejudicada pela presença da camada superficial de esmalte altamente mineralizada, em que o volume de poros é consideravelmente menor. Esta camada superficial apresenta aproximadamente 40  $\mu\text{m}$ . Paris *et al.*, (2007b) verificaram a penetração de um adesivo comercial em superfície de esmalte não-tratada e observaram que esta não acontece sem um prévio condicionamento.

Paris *et al.*, em 2007a avaliaram a penetração de um adesivo comercial em lesões de cárie produzidas *in vivo* em dentes permanentes após condicionamento com ácido fosfórico 37% e ácido clorídrico 15% por 120 segundos. Afirmam que a camada superficial de lesões de cárie naturais pode impedir a penetração do adesivo, e dessa forma é necessário um pré-condicionamento da superfície. O uso de ácido clorídrico por 120 segundos remove essa camada superficial e permite maior infiltração do adesivo comparado ao ácido fosfórico seguindo o mesmo tempo, embora essa erosão possa ser constatada em todos os casos.

Em 2010a Paris *et al.*, avaliaram o efeito do condicionamento com ácido fosfórico 37% e ácido clorídrico 15% na redução da superfície de lesões naturais em dentes decíduos alterando tempos em 30s, 60s, 90s e 120s e concluíram que o condicionamento com ácido clorídrico 15% por 90-120 segundos foi capaz de produzir erosão significativa na superfície do esmalte cariado dos dentes decíduos, da mesma forma que ocorre em dentes permanentes. A redução da camada superficial utilizando ácido fosfórico é de 54% e utilizando ácido clorídrico é de 99%, ou seja, aproximadamente duas vezes maior.

Em 2007 Meyer-Lueckel *et al.*, compararam a eficácia de três géis condicionadores (ácido fosfórico 37%, ácido clorídrico 5% e 15%) na remoção da camada superficial de lesões de cárie naturais em esmalte variando os tempos em 30,60, 90 e 120 segundos. Afirmam ainda que há uma correlação entre a erosão da superfície e a concentração de prótons dos géis ácidos. Concluíram que o uso de ácido clorídrico gel 15% por 90-120 segundos tem maior capacidade de causar erosão na camada superficial de lesões naturais em dentes permanentes comparado ao ácido fosfórico 37%. O ácido clorídrico mostrou erosão de 90% da superfície em 70% das lesões.

Uma vez constatada a necessidade do condicionamento da superfície de esmalte, o próximo passo nesta fase foi estabelecer o material capaz de penetrar nesta superfície condicionada.

Em 2006 Meyer-Lueckel *et al.*, avaliaram o comportamento de 5 adesivos comerciais e um selante de fósulas e fissuras em lesões artificiais em esmalte variando os tempos de penetração em 15 ou 30 segundos e concluíram que um período de espera de 30 segundos para penetração dos materiais é necessário para otimizar o selamento da lesão, resultando em maior profundidade de penetração e uma camada de resina mais compacta. Os adesivos Excite, Resulcin Monobond, Heliobond e o selante Helioseal foram capazes de penetrar as lesões, enquanto Solobond e Adper Prompt L-Pop não foram capazes de infiltrar nas lesões artificiais em esmalte. O adesivo Excite, que apresentou maior profundidade de penetração (105  $\mu\text{m}$  em 30 seg), contém etanol como solvente que reduz a viscosidade e parece afetar positivamente a penetração do material. Já o Solobond M contém acetona como solvente, que pareceu evaporar resultando em uma camada de resina irregular e porosa. Adper Prompt L-Pop que contém água como solvente apresentou uma camada de resina não-homogênea e uma penetração insuficiente.

Em 2006 Mueller *et al.*, avaliaram a inibição da progressão da lesão de cárie em esmalte bovino com lesões artificiais de cárie após a aplicação de uma ou duas camadas de 5 adesivos comerciais e um selante de fósulas e fissuras. Após permanecer em solução de cárie (pH=5,0) por 14 dias, realizaram pré-condicionamento com ácido fosfórico gel 20% por 5 segundos e então os materiais foram aplicados. Os corpos de prova foram novamente colocados em solução de cárie por 14 dias para verificar a resistência após desafio cariogênico. Todos os adesivos comerciais foram capazes de proteger as lesões iniciais frente à uma desmineralização, com exceção do Adper Prompt L-Pop, que contém água como solvente e após a polimerização apresentou uma camada não-homogênea e parcialmente polimerizada de resina. Não é necessária uma camada externa do material, desde que este infiltre de forma homogênea no corpo da lesão.

Paris *et al.*, em 2006 realizaram um estudo com o objetivo de determinar o tempo necessário para a penetração dos materiais em lesões e avaliar entre 5 adesivos e um selante de fósulas e fissuras qual possui maior potencial de penetração. Lesões artificiais de cárie foram produzidas em esmalte bovino, e após o condicionamento com ácido fosfórico os materiais foram aplicados nas lesões em esmalte respeitando o tempo de penetração: 15 ou 30 segundos. Os corpos de prova foram então submetidos a desafio cariogênico, e após secção perpendicular à superfície, foram analisadas em microscópio confocal. Os corpos de provas infiltradas pelos adesivos Resulcin Monobond, Heliobond e Excite revelaram menor progressão da lesão após o desafio cariogênico devido à homogeneidade da camada formada após a polimerização. Além disso, o tempo de penetração de 30 segundos resultou em maior profundidade de penetração

Em 2008, Gomez *et al.*, avaliaram a penetração de selantes em lesões naturais proximais com e sem a pré-aplicação de adesivos, condicionando com ácido fosfórico 35% e observou tags com profundidade de aproximadamente 4µm, sendo que não houve diferença entre os grupos com ou sem pré-aplicação de

adesivo. No entanto, tal comprimento de penetração é insatisfatório para chegar ao corpo da lesão e impedir a progressão.

Em 2000, Irinoda *et al.*, observaram a penetração de selantes em dentes humanos hígidos de três selantes com viscosidades diferentes após condicionamento com ácido fosfórico 37% por 60 segundos e concluíram que o selante com menor viscosidade teve maior capacidade de penetração (21,6  $\mu\text{m}$ ) comparado aos outros de maior viscosidade (6 e 11  $\mu\text{m}$ ). Ressalta a necessidade do tempo de espera para penetração dos materiais de pelo menos 60 segundos antes da polimerização. A alteração estrutural após o condicionamento e a composição e viscosidade dos selantes vão determinar o padrão de infiltração do material resinoso no esmalte. Quanto menor a viscosidade do selante, maior seu poder de penetração.

Uma vez constatada a penetração de materiais comercialmente disponíveis, era necessário desenvolver materiais otimizados com capacidade superior de penetração em lesões de cárie em esmalte. Para isso, é necessário compreender o processo que ocorre durante a penetração na lesão de esmalte. Fisicamente, a penetração de um líquido (resina não-polimerizada) em um sólido poroso (lesão em esmalte) é descrita pela equação de Washburn (equação 1). Esta equação afirma que um sólido poroso contém capilares, e neste caso a penetração é dada através de forças capilares:

$$d^2 = \left( \frac{\gamma \cos \theta}{2\eta} \right) rt$$

Equação 1

$$PC = \frac{\gamma \cos \theta}{2\eta}$$

Equação 2

onde  $d$  é a distância percorrida pela resina líquida,  $\theta$  é o ângulo de contato da resina líquida no esmalte,  $\gamma$  é a tensão superficial da resina líquida no ar,  $\eta$  é a viscosidade dinâmica da resina líquida,  $t$  é o tempo de penetração e  $r$  é o raio capilar do poro. O coeficiente de penetração é derivado da equação de Washburn (Equação 2). É composto pela tensão superficial do líquido no

ar ( $\gamma$ ), o ângulo de contato do líquido no esmalte ( $\theta$ ) e a viscosidade dinâmica do líquido ( $\eta$ ). Quanto maior o coeficiente de penetração, mais rápido o líquido penetra em um sólido poroso.

Na tentativa de desenvolver materiais otimizados para infiltrar em lesões de cárie, Paris *et al.*, em 2007a avaliaram o coeficiente de penetração de 5 adesivos comerciais, 1 selante comercial e de 66 infiltrantes experimentais baseados em BisGMA, UDMA, TEGDMA e HEMA e como solvente etanol, variando as proporções. Concluíram que os materiais comerciais que continham solvente apresentaram maior coeficiente de penetração, sendo que o Excite (solvente: etanol) e Solobond M (solvente: acetona) apresentaram maiores valores, enquanto que o selante Heliobond apresentou menores valores. Nos materiais experimentais, a adição de etanol aumenta o coeficiente de penetração, sendo que o maior valor foi encontrado para os materiais que continham na composição TEGDMA, HEMA e etanol (em torno de 470 cm/s). No entanto, altas concentrações de solvente apresentaram endurecimento insatisfatório após a polimerização. Tais materiais experimentais apresentaram coeficientes de penetração aproximadamente 15 vezes maiores comparados ao Excite, portanto têm maior capacidade de penetrar lesões incipientes de esmalte. Para distinguir estes materiais de adesivos e selantes, foram denominados de “infiltrantes”.

Em 2008b, Meyer-Lueckel e Paris, avaliaram a progressão de lesões artificiais em esmalte após aplicação de 12 infiltrantes experimentais à base de BisGMA e TEGDMA (com coeficiente de penetração estabelecido em estudos anteriores) e um adesivo comercial. Foram desenvolvidas lesões em dentes bovinos, e após o condicionamento com ácido fosfórico, os materiais foram aplicados respeitando um tempo de penetração de 10, 22 e 40 segundos antes da fotoativação. Os corpos de prova foram submetidos a desafio cariogênico e seccionadas perpendicularmente à superfície de esmalte, e as imagens foram analisadas em microscopia confocal de varredura a laser. Concluíram que houve redução da progressão da lesão independente do material e do tempo de penetração, quando comparado com o grupo controle (não-infiltrado). Infiltrantes

com alta quantidade de TEGDMA apresentaram maior inibição da progressão da lesão provavelmente devido à alta capacidade de penetração. Afirmam ainda que o coeficiente de penetração é importante, pois, além de influenciar a capacidade de penetração dos materiais, permite previsão da capacidade de selamento destes.

Meyer-Lueckel e Paris em 2008a realizaram um estudo comparando a profundidade de penetração de um adesivo comercial (Excite, Vivadent) e um infiltrante experimental à base de TEGDMA e etanol como solvente. Utilizaram pré-molares extraídos com lesão de mancha branca. Foi realizado condicionamento com ácido clorídrico por 15 segundos e os materiais foram aplicados. Os corpos de prova foram seccionados e analisados em microscopia confocal eletrônica de varredura. Os resultados mostraram que o infiltrante experimental apresenta maior poder de penetração em lesões naturais comparado com o adesivo comercial.

Os infiltrantes experimentais com base em BisGMA apresentam coeficiente de penetração insatisfatório, variando de 0,2 a 1,6 cm/s (Paris et al., 2007), revelando que tais materiais não são capazes de infiltrar nos poros de lesões incipientes em esmalte. Entretanto, o BisGMA (bisfenol A glicidil dimetacrilato) (Figura 2) tem sido o componente mais utilizado na matriz orgânica de materiais resinosos. Apresenta alto peso molecular (512 g/mol), alta viscosidade (600-1000 Pa.s) e baixa contração de polimerização (6,1% em volume). Além disso, possui baixo grau de conversão monomérico, podendo apresentar lixiviação dos monômeros nos fluidos bucais. (Moszner *et al.*, 2008; Peutzfeld, 1997). Devido à alta viscosidade, a matriz orgânica necessita ser diluída com monômeros mais fluidos (Dickens *et al.*, 2003; Rueggeberg 2002). O monômero mais utilizado para este procedimento é o TEGDMA (trietileno glicol dimetacrilato) (Figura 3), que contém menor peso molecular (286 g/mol), baixa viscosidade (0,05 Pa.s), reduzindo a viscosidade da mistura e consequentemente aumentando o grau de conversão, por formar uma cadeia mais flexível.

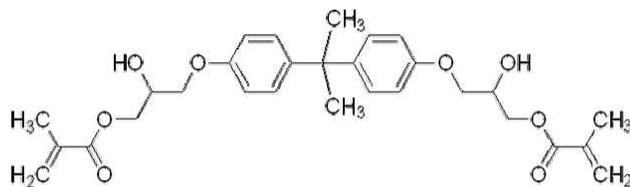


Figura 2. Fórmula molecular do Bisfenol glicidil dimetacrilato – BisGMA.

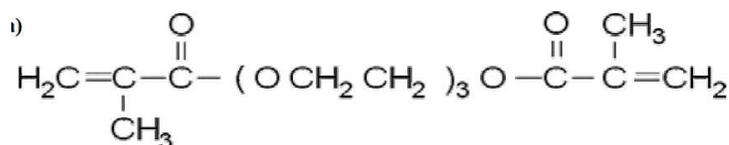


Figura 3. Fórmula molecular do Trietileno glicol dimetacrilato – TEGDMA.

Meyer-Lueckel e Paris em 2010 avaliaram o coeficiente de penetração de infiltrantes experimentais e a influência da adição de etanol como solvente nestes materiais. Utilizaram dentes permanentes com lesões de mancha branca. Após o condicionamento com ácido clorídrico 15%, foram aplicados os infiltrantes experimentais, contendo como base BisGMA ou TEGDMA, variando a concentração de solvente (etanol – 0 a 20%). A profundidade de penetração foi avaliada utilizando de imagens de microscopia confocal de varredura a laser. Concluíram que os materiais à base de BisGMA apresentaram penetração superficial, enquanto que os que continham TEGDMA em maior proporção penetraram profundamente. Afirmam que a adição de etanol deve ser cuidadosamente balanceada. O uso de 20% de etanol como solvente poderia alterar as propriedades ou até prejudicar na polimerização do material.

Infiltrantes experimentais à base de TEGDMA e etanol como solvente apresentaram altos coeficientes de penetração (273 cm/s) e consistência dura após a polimerização (Paris *et al.*, 2007a). No entanto, a adição de grandes quantidades de TEGDMA à mistura pode aumentar a contração de polimerização

e a absorção de água, por tratar-se de um monômero altamente hidrófilo (Dulik *et al.*, 1981; Anseth, *et al.*, 1996; Dermann, *et al.*, 1982). Provavelmente, o material ideal para infiltrar lesões em esmalte seria à base de TEGDMA.

Também foi testada a utilização do monômero HEMA (hidroxietil metacrilato) (Figura 4) no desenvolvimento de infiltrantes experimentais. Tais misturas apresentaram alto coeficiente de penetração, no entanto após a polimerização os materiais com altas quantidades de HEMA se apresentaram viscosos e líquidos (Paris *et al.*, 2007a).

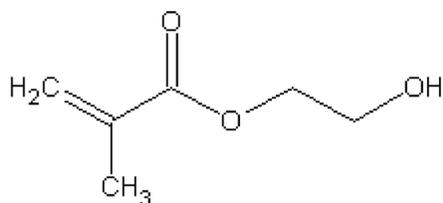


Figura 4. Fórmula molecular do uretano dimetacrilato – HEMA.

Outro monômero comumente utilizado na matriz de compósitos resinosos é o UDMA (uretano dimetacrilato) (Figura 5). Este monômero apresenta alto peso molecular (470 g/mol) e viscosidade relativamente baixa (8-10 Pa.s). (Moszner *et al.*, 2008). Devido à esta última característica, este material poderia ser utilizado na mistura de infiltrantes experimentais. No entanto, devido ao seu alto peso molecular, misturas à base de UDMA apresentaram baixo coeficiente de penetração mesmo na presença de pequenas quantidades de etanol. (Paris *et al.*, 2007a). Portanto, este material puro ou diluído em etanol não seria o ideal para ser a base da mistura.

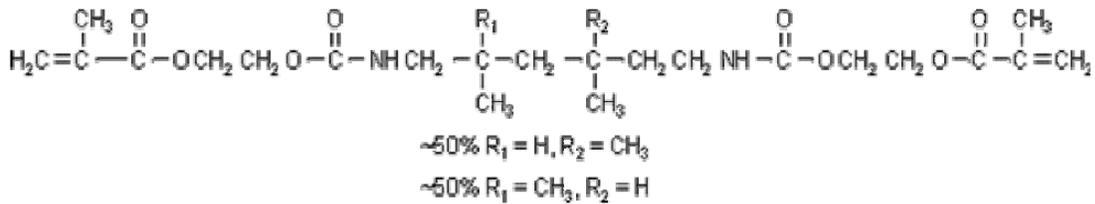


Figura 5. Fórmula molecular do uretano dimetacrilato – UDMA.

Uma idéia para aumentar as propriedades mecânicas e manter a baixa viscosidade seria a adição de um monômero ao TEGDMA, que apresentou alto coeficiente de penetração. Este monômero teria que apresentar baixa viscosidade e estrutura molecular semelhante ao BisGMA para poder apresentar propriedades similares. O BISEMA (bisfenol A glicidil dimetacrilato etoxilado) (figura 6) apresenta estas características. Possui estrutura é quase idêntica à do BisGMA, exceto pela ausência dos grupos hidroxila, responsável pela alta viscosidade e sorção de água. Apresenta alto peso molecular (540 g/mol) e baixa viscosidade (3Pa.s)(Gonçalves *et al.*, 2009).

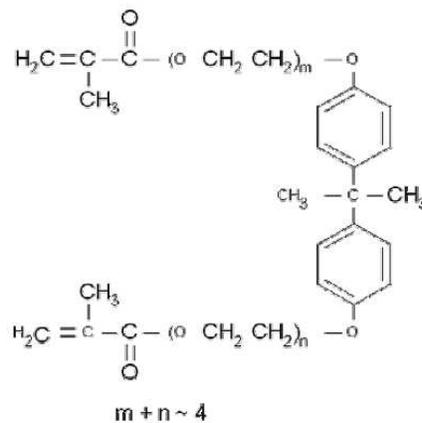


Figura 6. Fórmula molecular do Bisfenol A dimetacrilato etoxilado – BisEMA.

Em 2007a Paris *et al.*, avaliaram o coeficiente de penetração de 12 infiltrantes experimentais à base de TEGDMA e BISGMA e um adesivo comercial.

O material com maior concentração de TEGDMA (79%) apresentou maior valor de coeficiente de penetração (390,7 cm/s), enquanto o material com grande quantidade de BISGMA (74%) apresentou o menor (0.5 cm/s) e o adesivo comercial apresentou 31,3 cm/s.

Paris *et al.*, 2010a realizaram um estudo clínico para comparar a eficácia da aplicação de infiltrantes contra a ausência de tratamento em relação à inibição da progressão da lesão, através de exame clínico e radiográfico. Para isso, utilizaram um material que foi desenvolvido com alto potencial de penetração, a base de TEGDMA (Icon, DMG, Hamburgo, Alemanha). Foram selecionadas lesões proximais de mancha branca *in vivo*. Após o condicionamento com ácido clorídrico 15% (Icon, DMG, Hamburgo, Alemanha) por 120 segundos, foi aplicado etanol por 10 segundos para evaporação da água dos poros e jato de ar. O infiltrante foi aplicado, com tempo de penetração de 5 minutos, fotoativado e uma segunda camada do material foi aplicada com tempo de penetração de 1 minuto para infiltrar nas porosidades. Esta segunda camada também foi fotoativada. Após 18 meses os pacientes foram reavaliados. Foi observada progressão da lesão em 2/27 (7%) lesões que receberam tratamento, enquanto o grupo controle (sem tratamento) apresentou progressão da lesão em 10/27 (37%). Concluíram então que a infiltração de materiais resinosos em lesões interproximais reduz a progressão da lesão.

Paris e Meyer-Lueckel *et al.*, 2010c observaram a inibição da progressão da lesão em dentes bovinos em um trabalho *in situ*, comparando corpos de prova com de lesão infiltradas e sem tratamento após desafio cariogênico. Foram produzidas lesões artificiais nos corpos de prova, e então os tratamentos foram realizados. Como controle positivo, foi aplicado selante de fósulas e fissuras. Os corpos de prova permaneceram na cavidade oral por 100 dias, submetidas a desafio cariogênico. A avaliação final da profundidade da lesão foi realizada através de microradiografia e concluiu-se que a infiltração de resina

previne de forma eficaz a progressão de lesões artificiais sob desafio cariogênico *in situ*.

Em 2010, Ekstrand *et al.*, realizaram um estudo *in vivo* avaliando a eficácia de lesões infiltradas por materiais resinosos e com uma aplicação de flúor versus somente a aplicação de flúor (grupo controle) em molares decíduos, através de exame clínico e radiográfico. Segundo os autores, a aplicação de verniz fluoretado na superfície da lesão infiltrada, somada com as instruções de higiene dadas ao paciente é aumenta a probabilidade de impedir a progressão de lesões. Após um ano os pacientes foram reavaliados, e clinicamente observou-se progressão de 31% das lesões infiltradas e 67% das lesões do grupo controle. Radiograficamente houve progressão de 23% das lesões infiltradas e 62% das lesões controle. As lesões infiltradas impediram a progressão da lesão em 35% a mais em relação ao grupo controle. Portanto, a utilização de infiltrantes somada à aplicação de fluoretos parece ser uma alternativa promissora para impedir a progressão da lesão em molares decíduos.

Um estudo desenvolvido por Paris *et al.*, em 2007a foi avaliado o coeficiente de penetração dos materiais e consistência após polimerização. No entanto, existem outras propriedades que estes materiais deveriam apresentar para que possam restituir as características físicas do dente cariado. Uma destas propriedades é o alto grau de conversão monomérico. O grau de conversão de um material influencia as propriedades de um polímero. Segundo Ferracane (2006), um alto grau de conversão reflete um material com propriedades mecânicas aceitáveis e com baixa quantidade de monômeros não-reagidos e/ou lixiviados. Estes monômeros não-reagidos causam a incorporação de água, reduzindo as propriedades mecânicas do material.

Embora o grau de conversão seja um fator importante, não caracteriza totalmente a estrutura da cadeia polimérica. Polímeros com semelhante grau de conversão podem apresentar distintos valores de densidade de ligação cruzadas

devido a diferenças na linearidade das cadeias. (Asmussem & Peutzfeld *et al.*, 2001)

A densidade de ligações cruzadas pode ser avaliada de forma indireta através da mensuração da temperatura de transição vítrea (Soh & Yap, 2004; Emami & Soderholm, 2005). Entretanto, tal avaliação requer testes complexos e o uso de equipamentos especiais. Por este motivo, é utilizado o teste de dureza antes e após imersão em solventes orgânicos para avaliar o amolecimento dos corpos de prova.

Schneider *et al.*, 2008 avaliaram o efeito da concentração do etanol variando em 75% e 100% na densidade de ligações cruzadas de resinas compostas através da comparação de dureza inicial e final. Observou maior taxa de amolecimento quando os corpos de prova eram imersos em etanol 100%.

Asmussem e Peutzfeld em 2001b analisaram a influência da composição na densidade de ligações cruzadas de compósitos experimentais contendo diferentes variações de TEGDMA/BisGMA através da análise da dureza antes e após imersão em etanol absoluto e observaram que a composição do compósito influencia na densidade de ligações cruzadas.

Aguiar *et al.*, 2004 avaliaram a dureza e tração diametral de compósitos fotoativados por diferentes métodos após imersão em água e etanol e concluíram que o meio de armazenamento pode alterar as propriedades físicas dos compósitos. Os grupos imersos em etanol 100% apresentaram maior redução na dureza comparado aos grupos armazenados em água.

Yap *et al.*, 2004 avaliaram a influência do uso de diferentes fontes de luz e métodos de fotoativação através da mensuração de dureza antes e após imersão em etanol em relação à densidade de ligações cruzadas e observaram redução na dureza.

Brandt *et al.*, 2008 observaram o efeito de diferentes métodos de fotoativação no teste de *push-out*, dureza e densidade de ligações cruzadas de um compósito. Para a realização do teste de densidade de ligações cruzadas, realizou medidas de dureza *Knoop* antes e após 24h de imersão em etanol e observou redução nos valores de dureza.

Guiraldo *et al.*, em 2009, avaliaram a densidade de ligações cruzadas de compósitos de diferentes cores através da mensuração de dureza antes e após a imersão em etanol e observou redução na dureza final.

A resistência à flexão e a rigidez são propriedades relacionadas com o comportamento elástico dos materiais (Anusavice, 2005), importantes em qualquer discussão sobre a resistência dos dentes (Kinney *et al.*, 2003) e podem ser usados para comparar as propriedades de materiais com baixa ductibilidade, materiais rígidos (Anusavice, 2005) e materiais que não permitem ou dificultam a utilização de outros tipos de ensaio mecânicos. A resistência à flexão determina a resistência à fratura sendo que altos valores indicam maior resistência. O módulo flexural define a flexibilidade de uma amostra e altos valores indicam maior rigidez, enquanto valores mais baixos indicam maior flexibilidade (Grande *et al.*, 2007). A rigidez pode ser descrita como a elasticidade de um material (Anusavice, 2005). Tais propriedades podem ser obtidas por meio do teste de resistência à flexão de 3 ou 4 pontos sendo que o de 3 pontos resulta em valores mais elevados, por criar uma menor área de tensão contendo menos defeitos estruturais (Júnior *et al.*, 2008).

Após estudo realizado por Paris *et al.* em 2007a, onde caracterizou-se a mistura que seria mais adequada para infiltrar em lesões incipientes em esmalte, que possuía alto coeficiente de penetração e consistência dura após polimerização, foi desenvolvido um infiltrante para ser comercializado, o Icon®, DMG, Hamburgo, Alemanha). Porém, não há relatos na literatura caracterizando o

grau de conversão monomérico, bem como densidade de ligações cruzadas e módulo de elasticidade deste material.

### **3. PROPOSIÇÃO**

Os objetivos neste trabalho foram avaliar:

1) O grau de conversão, módulo de elasticidade, dureza e taxa de redução de dureza de nove materiais resinosos experimentais, contendo como base os monômeros TEGDMA, UDMA e BISEMA e de um infiltrante disponível comercialmente;

2) O módulo de elasticidade dos corpos de prova de esmalte bovino cariados artificialmente e infiltrados com nove materiais resinosos experimentais, contendo como base os monômeros TEGDMA, UDMA e BISEMA comparado um infiltrante disponível comercialmente.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. Preparo dos materiais resinosos experimentais.

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, conforme descrito no quadro 1. No sistema de fotoiniciação foram utilizados o fotoiniciador canforoquinona (0,5%) e amina 1% (Dimetilamina etil metacrilato – DMAEMA) (Sigma, Aldrich, Alemanha). Além disso, foi adicionado à mistura o inibidor BHT (hidroxitolueno) (0,1%) (Sigma) para prevenir a polimerização espontânea da resina.

Quadro 1 – Matriz resinosa dos infiltrantes resinosos experimentais.

Infiltrante	Composição
G1	TEGDMA 100%
G2	TEGDMA 80%, ETANOL 20%
G3	TEGDMA 80%, HEMA 20%
G4	BISEMA 25%,TEGDMA 75%
G5	BISEMA 20%, TEGDMA 60%, ETANOL 20%
G6	BISEMA 20%, TEGDMA 60%, HEMA 20%
G7	UDMA 25%, TEGDMA 75%
G8	UDMA 20%,TEGDMA 60%, ETANOL 20%
G9	UDMA 20%, TEGDMA 60%,HEMA 20%

#### 4.2. Preparo dos corpos de prova dos materiais resinosos experimentais.

Dez corpos de prova em forma de barra, com 4mm de comprimento x 2mm de largura x 1mm de espessura de cada material foram confeccionadas em matrizes de polivinilsiloxano (Aquasil LV, Dentsply, Detrey, USA). Além dos grupos experimentais, a análise do grau de conversão também foi realizada para o infiltrante comercialmente disponível (Icon, DMG, Hamburgo, Alemanha), que segundo o fabricante sua composição é à base do monômero TEGDMA. Os corpos de prova foram fotoativados por 60 segundos utilizando o aparelho Free Light 2 (3M/ESPE, St Paul, EUA) com irradiância de  $1000 \text{ mW/cm}^2$  sob tiras de poliéster (Airon, Maquira Indústria de Produtos Odontológicos LTDA, PR, Brasil).



Figura 7. Matriz de silicona para confecção de corpos de prova. Dimensão de 5mm x 2mm x 1mm.

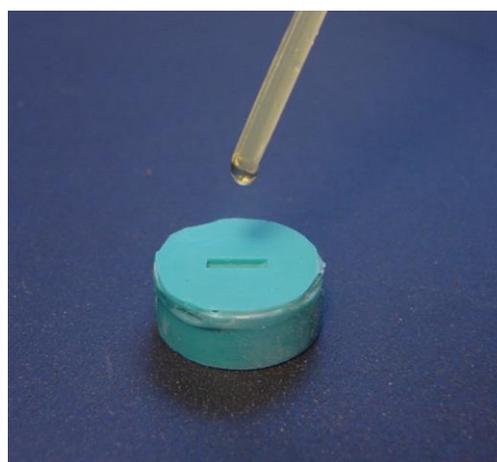


Figura 8. Aplicação dos materiais resinosos na matriz de silicona.



Figura 9. Após aplicação dos materiais resinosos na matriz, posicionamento da tira de poliéster.



Figura 10. Fotoativação dos materiais resinosos utilizando o aparelho FreeLight 2 (3M ESPE)



Figura 11. Aparelho FreeLight 2 (3M ESPE)



Figura 12. Apresentação comercial das seringas do infiltrante comercial Icon (DMG).



Figura 13. Corpos de prova dos materiais resinosos polimerizados.

### 4.3 Avaliação de propriedades físicas e mecânicas dos materiais resinosos experimentais.

Para todos os testes de avaliação de propriedades foram utilizados os mesmos corpos de prova, confeccionados conforme o item anterior (4.2)

#### 4.3.1 Grau de conversão.

Após 24 horas da fotoativação foi realizada análise do grau de conversão. Foi utilizado espectroscopia por infravermelho transformada de Fourier (Spectrum 100 FTIR, PerkinElmer, São Paulo, Brasil) (Figura 7) para avaliação do grau de conversão monomérico. Os corpos de prova polimerizados e não-polimerizados dos infiltrantes experimentais foram posicionadas sob o cristal de transmissão do aparelho.



Figura 14. Espectomêtro (Spectrum 100 FTIR, PerkinElmer, São Paulo, Brasil).

Na análise do espectro foi considerado o intervalo de 1497,57 a 1658,31  $\text{cm}^{-1}$  para materiais que continham UDMA e BISEMA, tomando como referência o pico 1608 característico das ligações vinílicas aromáticas do bisfenol e alifáticas do grupamento funcional metacrilato, e 1537 característico do grupo uretano. Para o material que continha somente o TEGDMA como monômero base foi considerado o intervalo de 1608,22 e 1755,14 $\text{cm}^{-1}$ , tomando como referência o pico 1716, característico da carbonila. Com estes dados, o grau de conversão foi determinado através das seguintes fórmulas:

$$\text{Ligações duplas residuais (\%)} = \frac{\text{Amostras polimerizadas}}{\text{Amostras não-polimerizadas}} \times 100$$

Equação 3 - Taxa de ligações duplas residuais.

$$\text{Grau de conversão (\%)} = 100 - \text{Ligações duplas residuais (\%)}$$

Equação 4 - Taxa de grau de conversão.

#### **4.3.2 Módulo de elasticidade dos materiais.**

Para este estudo foi utilizado o ensaio de resistência à flexão em três pontos, realizado na Máquina Universal de ensaio mecânico (INSTRON, modelo 4111, Corp, Canton, MA). Antes do posicionamento no dispositivo, foram medidos a largura e o comprimento dos corpos de prova utilizando paquímetro digital (Mitutoyo, Tokio, Japão, 0.01mm de precisão) e então o teste foi realizado com uma velocidade de 0,5mm/min e célula de carga de 50N até a fratura. A distância entre os apoios foi de 3mm. O programa Bluehill 2 (Illinois Tool Works, Inc) calculou o módulo de elasticidade a partir dos valores de largura e espessura da amostra fornecidos.



Figura 16. Máquina de ensaio universal (Instron).

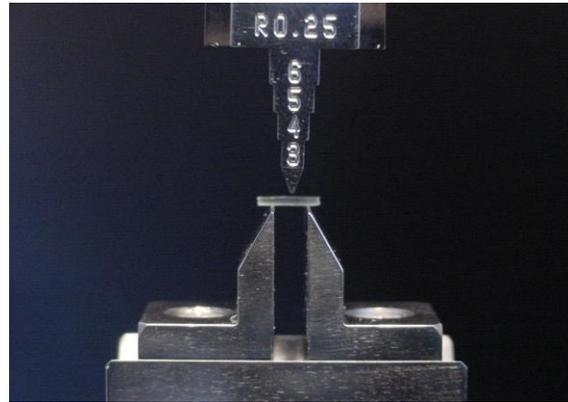


Figura 17. Corpo de prova posicionado no dispositivo específico para o teste de flexão de três pontos.

#### 4.3.3 Dureza e densidade de ligações cruzadas.

Após análise do grau de conversão e do módulo de elasticidade, os corpos de prova foram armazenados à seco a 37°C por 24 horas. Edentações para dureza *Knoop* foram realizadas em durômetro (HMV 2, Shimadzu, Japão) com carga de 50g por 15 segundos e avaliadas com aumento de 40x. Três valores de dureza foram registrados e foi realizada a média das três edentações. Os corpos de prova foram armazenados em etanol 100% durante 24 horas à temperatura ambiente para amolecimento do material, e então a dureza foi novamente determinada. A densidade de ligações cruzadas foi estabelecida através da redução da dureza após armazenamento no etanol. A taxa desta redução foi calculada para cada amostra indicando a densidade de ligações cruzadas, da seguinte forma:

$$\% \text{ de redução de dureza} = 100 - \frac{\text{Dureza final}}{\text{Dureza inicial}} \times 100$$

Equação 5 - Porcentagem de redução de dureza

#### **4.4 Avaliação dos infiltrantes aplicados em esmalte bovino cariado artificialmente. Análise do módulo de elasticidade do esmalte infiltrado.**

##### **4.4.1 Obtenção dos corpos de prova de dentes bovinos.**

Após obtenção dos dentes, foi realizada limpeza para remoção de resíduos. Em seguida, foram analisados através de uma lupa estereoscópica para selecionar os dentes livres de defeitos em esmalte. As raízes dos incisivos foram removidas utilizando disco diamantado (KG Sorensen), e a superfície vestibular da coroa dental foi desgastada com lixas d'água de granulação 600 (3M/ESPE, St Paul, EUA), de modo a obter uma área plana em esmalte.

A dureza Knoop do esmalte foi avaliada em durômetro HMV 2 (Shimatzu) com carga de 50 g durante 15 segundos para padronização quanto ao conteúdo mineral do esmalte a ser submetido ao desafio cariogênico. Neste sentido, após a avaliação da dureza foram selecionados dentes que apresentaram dureza em torno da média com variação de mais ou menos 10%.

Os dentes foram, então, seccionados de modo a se obter barras de esmalte com 4 mm de comprimento x 2 mm de largura x de 1 mm de espessura.

Os corpos de prova foram distribuídos aleatoriamente em 11 grupos (n=10):

1) Controle (esmalte cariado)

2) Esmalte infiltrado por materiais resinosos experimentais (G1, G2, G3, G4, G5, G6, G7, G8, G9)

### 3) Esmalte infiltrado por Icon®(DMG, Hamburgo, Alemanha)

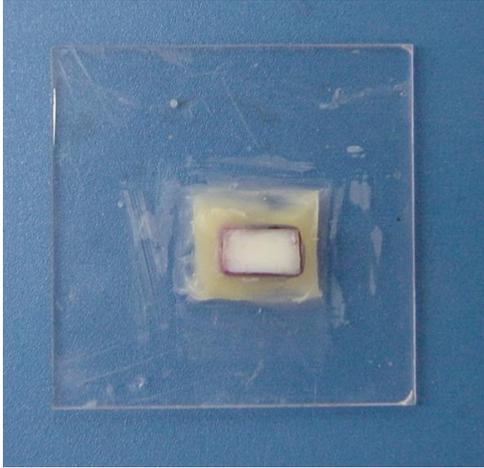


Figura 18. Bloco de dente bovino a ser preparado para ser seccionado em barras.



Figura 19. Barras de esmalte bovino antes da remoção da dentina

#### 4.4.2 Produção de lesões artificiais de cárie em superfície de esmalte.

Cem corpos de prova de esmalte foram submetidos a produção de lesões artificiais subsuperficiais de cárie. Inicialmente, as superfícies da barra de esmalte, com exceção da face vestibular, foram recobertas por 2 camadas de verniz ácido resistente (Colorama®).

Para produzir a lesão de cárie artificial, os dentes foram mantidos individualmente (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 48 h a 37°C (Paes Leme *et al.*, 2003). O período de exposição foi determinado em estudo piloto (Apêndice) com auxílio da análise de microscopia de luz polarizada (DMLS, Leica) que evidenciou, no esmalte dentário estudado, a presença de 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 é 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. A desmineralização ocorreu nesta região através do contato do esmalte dental com a solução.

Após desmineralização, os corpos de prova foram armazenados em soro fisiológico a 4°C. Foram realizadas novamente medidas de dureza para padronização do esmalte cariado a ser submetido ao teste de resistência à flexão. Após a avaliação da dureza foram selecionados dentes que apresentaram dureza variando no máximo 10% da média.

#### **4.4.3 Aplicação dos materiais resinosos experimentais e do Icon®.**

Os materiais resinosos experimentais foram aplicados na superfície vestibular dos corpos de prova de esmalte cariado após condicionamento. Para os materiais experimentais, o tempo e a solução de condicionamento foram determinados através de estudo piloto (Apêndice). Foi utilizado o ácido fosfórico 35% por 15 segundos, seguido de lavagem com jato de ar/água por 30 segundos e secagem com jato de ar por 15 segundos. Foi então aplicado etanol na superfície para facilitar a evaporação da água dos poros, seguido de secagem com jato de ar e da aplicação de duas camadas dos materiais resinosos experimentais por 30 segundos desta forma: Primeira aplicação, espera de 3 minutos, remoção de excessos e fotoativação por 60 segundos e segunda aplicação com tempo de penetração de um minuto seguindo de fotoativação por 60 segundos utilizando o aparelho Freelight 2 (3M/ESPE, St Paul, EUA) com irradiância de 1000 mW/cm<sup>2</sup>.

O infiltrante comercial (Icon, DMG, Hamburgo, Alemanha) foi aplicado da seguinte forma: aplicação do ácido fosfórico 35% durante 15 segundos, seguido de lavagem com jato de ar/água por 30 segundos e secagem com jato de ar por 15 segundos. Foi então aplicado etanol na superfície para facilitar a evaporação da água dos poros, seguido de secagem com jato de ar e da aplicação de duas camadas do Icon Infiltrant® por 30 segundos desta forma: Primeira aplicação, espera de 3 minutos, remoção de excessos e fotoativação por 60 segundos e segunda aplicação com tempo de penetração de um minuto seguindo de fotoativação por 60 segundos utilizando o aparelho Freelight 2 (3M/ESPE, St Paul, EUA) com irradiância de 1000 mW/cm<sup>2</sup>.

#### **4.4.4 Módulo de elasticidade dos corpos de prova de esmalte cariado e infiltrado.**

Foi realizado o ensaio de resistência à flexão em três pontos, em Máquina Universal de ensaio mecânico (INSTRON, modelo 4111, Corp, Canton, MA). Como o tamanho dos dentes não permite a obtenção de corpos de prova com as dimensões propostas pela ISO 178:2001, as mesmas foram reduzidas a 4 mm de comprimento, 1 mm de espessura e 2 mm de largura (+/- 0,2mm).

Os corpos de prova de esmalte cariado e infiltrado foram mensuradas em largura e o comprimento utilizando paquímetro digital (Mitutoyo, Tokio, Japão, 0.01mm de precisão) e posicionadas no dispositivo, com 3 mm de distância entre os apoios. O teste foi realizado com velocidade de 0,5 mm/min e célula de carga de 50 N até a fratura. O programa Bluehill 2 (Illinois Tool Works, Inc) calculou o módulo de elasticidade a partir dos valores da distância entre apoios e da largura e espessura da amostra fornecidos.

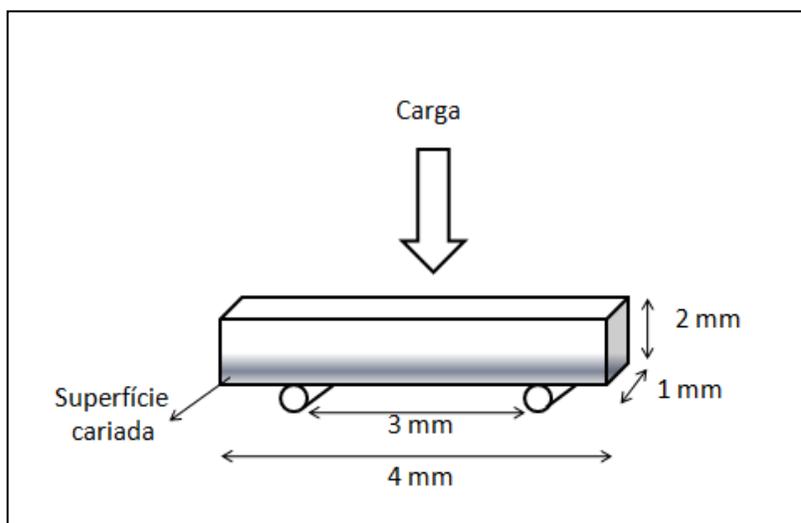


Figura 20. Posicionamento e dimensões do corpo de prova

#### 4.5 Análise estatística.

Os dados de grau de conversão, módulo de elasticidade, dureza inicial e densidade de ligações cruzadas foram submetidos a dois tipos de análise. Na primeira, os dados foram submetidos à ANOVA dois fatores, considerando os fatores monômero base (3 níveis – TEGDMA; TEGDMA+UDMA; TEGDMA+BISEMA) e solvente (3 níveis – Controle; Etanol; HEMA) e as médias dos resultados foram comparadas pelo teste de Tukey (5%).

Na segunda análise, os materiais experimentais foram comparados a um material comercial (Icon), considerado controle. Nesta análise, os dados foram submetidos à ANOVA e as médias comparadas pelo teste de Dunnett (5%), na qual cada grupo experimental é comparado ao grupo controle. Foi utilizado o programa Assistat (Campina Grande, PB, Brasil).

## 5. RESULTADOS

### 5.1 Avaliação de propriedades físicas e mecânicas dos materiais resinosos experimentais.

As propriedades avaliadas foram: grau de conversão, módulo de elasticidade, dureza inicial e taxa de redução de dureza (densidade de ligações cruzadas).

#### 5.1.1 Grau de conversão

Os resultados obtidos para grau de conversão, comparando-se dois fatores (base e solvente) estão apresentados na tabela 2.

Tabela 2 - Médias dos valores de grau de conversão monomérico (%).

	CONTROLE	ETANOL	HEMA	MÉDIA 1
TEGDMA	98,57	60,11	76,76	78,48 A
TEGDMA+UDMA	78,30	80,40	81,01	79,90 A
TEGDMA+BISEMA	69,03	56,55	68,14	64,57 B
MÉDIA 2	81,97 A	65,69 C	75,30 B	

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si.

A tabela 2 mostra que ao variar o solvente, os materiais resinosos experimentais contendo etanol apresentaram menores valores de grau de conversão. Os materiais que não continham solvente na composição apresentaram os maiores valores de grau de conversão, e os que continham HEMA como solvente apresentaram valores intermediários.

Ao variar o monômero base, os materiais resinosos experimentais que continham TEGDMA e BISEMA apresentaram menores valores de grau de conversão em comparação com os materiais que continham somente TEGDMA e TEGDMA+UDMA como monômero base e, e estes por sua vez não apresentaram valores estatisticamente diferentes entre si.

### 5.1.2 Módulo de elasticidade.

Os resultados obtidos para módulo de elasticidade, comparando-se dois fatores (base e solvente) estão apresentados na tabela 3.

Tabela 3 - Médias dos valores de módulo de elasticidade.(GPa)

	CONTROLE	ETANOL	HEMA	MÉDIA 1
TEGDMA	1,15	0,16	0,70	0,67 AB
TEGDMA+UDMA	1,12	0,30	1,01	0,81 A
TEGDMA+BISEMA	0,95	0,05	0,76	0,59 B
MÉDIA 2	1,08 A	0,17 C	0,82 B	

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si.

A partir da tabela 3, pode-se observar que os materiais resinosos experimentais que continham etanol como solvente apresentaram os menores valores de módulo de elasticidade. As resinas experimentais que não apresentam solvente na sua composição apresentaram maiores valores de módulo de elasticidade e as que contêm HEMA apresentaram valores intermediários.

Em relação ao monômero base, as resinas experimentais que contem TEGDMA+UDMA apresentaram os maiores valores de módulo de elasticidade. As que contem TEGDMA+BISEMA apresentaram os menores valores de módulo de elasticidade, enquanto que as que contem somente TEGDMA apresentaram os valores intermediários.

### 5.1.3 Dureza

Os resultados obtidos para dureza Knoop, comparando-se dois fatores (base e solvente) estão apresentados na tabela 4.

Tabela 4 - Médias dos valores de dureza Knoop inicial.(KHN)

	CONTROLE	ETANOL	HEMA	MÉDIA 1
TEGDMA	12,01	1,92	8,86	7,60 B
TEGDMA+UDMA	16,04	3,77	14,74	11,51 A
TEGDMA+BISEMA	13,08	2,09	10,32	8,50 B
<b>MÉDIA 2</b>	13,71 A	2,59 C	11,31 B	

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si.

Os materiais resinosos experimentais que continham etanol como solvente apresentaram menores valores de dureza inicial, e os que não contém solvente em sua composição apresentaram os maiores valores. Os que contem HEMA como solvente apresentaram valores intermediários.

Em relação ao monômero base, os materiais resinosos experimentais que contem TEGDMA+UDMA em sua composição apresentaram os maiores valores de dureza inicial, e foram estatisticamente diferentes das misturas que continham somente o TEGDMA e TEGDMA+BISEMA como monômero base.

#### 5.1.4 Análise indireta da densidade de ligações cruzadas (taxa de redução de dureza)

Os resultados obtidos para taxa de redução de dureza, comparando-se dois fatores (base e solvente) estão apresentados na tabela 5.

Tabela 5 - Médias dos valores de taxa de redução de dureza

	CONTROLE	ETANOL	HEMA	MÉDIA 1
TEGDMA	32,72	24,78	42,25	33,25 B
TEGDMA+UDMA	49,27	47,29	56,53	51,03 A
TEGDMA+BISEMA	43,25	30,31	51,13	41,57 AB
<b>MÉDIA 2</b>	41,75 AB	34,13 B	49,97 A	

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si.

Os materiais resinosos experimentais que contem etanol como solvente na composição apresentaram menores valores de redução de dureza. Os

materiais que continham HEMA como solvente apresentaram os maiores valores de taxa de redução, e a mistura que não continha solvente na composição apresentou valores intermediários.

Em relação ao monômero base, as misturas que contem TEGDMA+UDMA apresentaram a maior taxa de redução. O material resinoso experimental que contem somente TEGDMA como monômero base apresentou a menor taxa de redução de dureza, e a mistura contendo TEGDMA+BISEMA apresentou valores intermediários.

## 5.2. Avaliação do módulo de elasticidade das lesões de cárie infiltradas com materiais experimentais

Os resultados de módulo de elasticidade dos corpos de prova cariados e após aplicação dos materiais estão apresentados na tabela 6.

Tabela 6 - Médias dos valores de módulo de elasticidade (GPa) dos corpos de prova cariados e após aplicação dos materiais.

	CONTROLE	ETANOL	HEMA	MÉDIA 1
TEGDMA	1,21	1,09	1,46	1,25 A
TEGDMA+UDMA	1,36	2,05	1,95	1,78 A
TEGDMA+BISEMA	2,74	1,98	1,87	2,19 A
MÉDIA 2	1,77 A	1,70 A	1,76 A	

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si.

Em relação ao módulo de elasticidade dos corpos de prova cariados e infiltrados não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos experimentais e como demonstrado na tabela 6.

### 5.3 Análise comparativa dos infiltrantes experimentais x comerciais.

#### 5.3.1 Análise do grau de conversão monomérico.

Os resultados obtidos para grau de conversão monomérico estão apresentados na tabela 7.

Tabela 7 - Médias dos valores de grau de conversão monomérico (%).

<b>Material</b>	<b>Grau de conversão (%)</b>
Icon®	98,41 A
TEGDMA	98,58 A
TEGDMA + etanol	60,12 B
TEGDMA + HEMA	76,76 B
TEGDMA + UDMA	78,30 B
TEGDMA + UDMA + etanol	80,40 B
TEGDMA + UDMA + HEMA	81,00 B
TEGDMA + BISEMA	69,03 B
TEGDMA + BISEMA + etanol	56,56 B
TEGDMA + BISEMA + HEMA	68,1 B

---

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si.

A tabela 6 mostra que o material resinoso contendo TEGDMA como monômero base e o Icon® apresentaram valores similares de grau de conversão, e os demais grupos diferiram significativamente do grupo controle - Icon® ( $p > 0,05$ ).

### 5.3.2 Módulo de elasticidade dos materiais.

Os resultados obtidos para módulo de elasticidade estão apresentados na tabela 8.

Tabela 8 - Médias do módulo de elasticidade (GPa) dos materiais.

<b>Material</b>	<b>Módulo de elasticidade (GPa)</b>
Icon	0,90 A
TEGDMA	1,15 A
TEGDMA + etanol	0,16 B
TEGDMA + HEMA	0,70 A
TEGDMA + UDMA	1,12 A
TEGDMA + UDMA + etanol	0,30 B
TEGDMA + UDMA + HEMA	1,01 A
TEGDMA + BISEMA	0,95 A
TEGDMA + BISEMA + etanol	0,05 B
TEGDMA + BISEMA + HEMA	0,76 A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si.

Em relação ao módulo de elasticidade dos materiais analisados, os grupos contendo TEGDMA+etanol; TEGDMA+UDMA+etanol; TEGDMA+BISEMA+etanol apresentaram menores valores, sendo estatisticamente diferentes quando comparados ao grupo controle - Icon® ( $p < 0,05$ ).

### 5.3.3 Análise da dureza Knoop inicial dos materiais resinosos experimentais.

Os resultados obtidos para dureza Knoop inicial estão apresentados na tabela 9.

Tabela 9 - Médias dos valores de dureza Knoop inicial dos materiais resinosos experimentais.

Material	Valores de dureza inicial
Icon®	6,54 A
TEGDMA	12,01 B
TEGDMA + etanol	1,92 A
TEGDMA + HEMA	8,86 A
TEGDMA + UDMA	16,04 B
TEGDMA + UDMA + etanol	3,77 A
TEGDMA + UDMA + HEMA	14,74 B
TEGDMA + BISEMA	13,08 B
TEGDMA + BISEMA + etanol	2,09 A
TEGDMA + BISEMA + HEMA	10,32 B

---

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si.

#### 5.3.4 Análise indireta da densidade de ligações cruzadas (taxa de redução de dureza)

A densidade de ligação cruzada foi indiretamente avaliada pela taxa de redução da dureza após imersão em etanol. Os resultados obtidos estão apresentados na tabela 10.

Tabela 10 - Médias dos valores da taxa de redução de dos materiais resinosos experimentais.

Material	Taxa de redução de dureza (%)
Icon®	45,59 A
TEGDMA	32,72 A
TEGDMA + etanol	24,78 A
TEGDMA + HEMA	42,25 A
TEGDMA + UDMA	49,27 A
TEGDMA + UDMA + etanol	47,29 A
TEGDMA + UDMA + HEMA	56,53 A
TEGDMA + BISEMA	43,25 A
TEGDMA + BISEMA + etanol	30,31 A
TEGDMA + BISEMA + HEMA	51,13 A

O grupo contendo TEGDMA+UDMA+etanol apresentaram valores significativamente diferentes do grupo controle - Icon® ( $p < 0,05$ ).

## 5.4 Aplicação dos infiltrantes em esmalte bovino cariado artificialmente

### 5.4.1 Avaliação do módulo de elasticidade das lesões de cárie infiltradas com materiais experimentais e o material comercial (Icon®)

Os resultados de módulo de elasticidade dos corpos de prova estão apresentados na tabela 11.

Tabela 11 - Médias do módulo de elasticidade (GPa) dos corpos de prova cariados e após aplicação dos materiais.

Corpos de prova	Módulo de elasticidade (GPa)
Cariadas	2,14 A
Icon	1,30 A
TEGDMA	1,21 A
TEGDMA + etanol	1,09 A
TEGDMA + HEMA	0,96 A
TEGDMA + UDMA	1,36 A
TEGDMA + UDMA + etanol	2,05 A
TEGDMA + UDMA + HEMA	0,85 A
TEGDMA + BISEMA	2,74 A
TEGDMA + BISEMA + etanol	1,98 A
TEGDMA + BISEMA + HEMA	0,87 A

Em relação ao módulo de elasticidade dos corpos de prova cariados e infiltrados não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos experimentais e o grupo controle (cariados) como demonstrado na tabela 9.

## 6. DISCUSSÃO

Os monômeros fazem parte da composição de diversos materiais odontológicos incluindo compósitos, cimentos, adesivos, e infiltrantes. Os infiltrantes tem como objetivo penetrar em lesões incipientes em esmalte e impedir a progressão da lesão através da oclusão dos poros na superfície. Esta denominação foi criada por Paris *et al.*, 2007 para diferenciar estes materiais de adesivos comerciais, uma vez que apresentam composição baseada em monômeros resinosos.

Os infiltrantes devem apresentar características como alto coeficiente de penetração, baixa viscosidade e polimerização satisfatória (Meyer-Lueckel *et al.*, 2007) para que sejam capazes de penetrar no corpo da lesão e apresentarem longevidade suficiente para interceptar a progressão da lesão. Para tanto, é desejável que apresentem na composição monômeros que reflitam estas características, como por exemplo, TEGDMA.

Este trabalho avaliou as propriedades físico-químicas (grau de polimerização, taxa de redução de dureza) e mecânicas (módulo de elasticidade e dureza de superfície) de diferentes formulações de monômeros resinosos, e a hipótese testada foi aceita. Foi observado que formulações distintas resultam em diferentes características de polimerização, e diferentes propriedades mecânicas.

Com o objetivo de reduzir a viscosidade de materiais resinosos, são adicionados solventes, e os mais utilizados para esta finalidade são a água, etanol e acetona (Maciel *et al.*, 1996). Neste trabalho foi adicionado o etanol nas misturas com a finalidade de aumentar a velocidade e homogeneidade de penetração dos materiais resinosos. No entanto, observou-se que o etanol influenciou de forma negativa as características de polimerização e propriedades mecânicas. Embora a adição do etanol seja responsável pela diminuição da viscosidade dos infiltrantes, os resultados demonstraram que houve redução do grau de conversão monomérico, dureza e módulo de elasticidade. Os resultados deste estudo

corroboram os de Paris *et al.*, (2007) que realizaram estudo variando as concentrações das misturas de infiltrantes e observaram que as que continham maiores proporções de solvente apresentaram polimerização insatisfatória. Resultados similares foram encontrados por Ye *et al.*, (2007). A estrutura de ligações cruzadas do polímero apresenta irregularidades conforme aumenta-se a quantidade de etanol. Observa-se a formação de microgéis próximo aos centros de iniciação, que se tornam locais de baixa mobilidade de radicais, diminuindo a polimerização. Estas cadeias formam uma distribuição heterogênea de mobilidade de cadeias. Quanto maior a quantidade de solvente, maior será a formação de microgéis e maior a heterogeneidade. Desta forma, o polímero formado poderá ter propriedades insatisfatórias (Ye *et al.*, 2007).

Ainda, Tay *et al.*, em 1995 afirmaram que o excesso de solvente na matriz pode resultar em uma estrutura porosa após a polimerização, o que poderia refletir em propriedades mecânicas inferiores, como visto neste estudo.

Em todos os testes o etanol prejudicou as propriedades estudadas, com exceção da taxa de redução de dureza. Os grupos que continham etanol apresentaram menor redução de dureza. Entretanto, isso pode ter acontecido devido à baixa dureza inicial destes grupos, refletindo na taxa de redução de dureza. Neste sentido não se pode afirmar que os grupos contendo etanol apresentam mais densidade de ligações cruzadas.

Outro solvente capaz de reduzir a viscosidade dos materiais resinosos seria o monômero HEMA. No entanto, de acordo com os resultados deste estudo e concordando com Paris *et al.*, 2007, este solvente também influenciou de forma negativa as propriedades do polímero.

O HEMA é adicionado em adesivos resinosos devido ao seu baixo peso molecular, agindo como um co-solvente. Apresenta excelente capacidade de penetração, na superfície a ser aderida, permitindo uma satisfatória resistência de união (Van Landuyt *et al.*, 2008) .

Trata-se de um monômero funcional com somente um grupo polimerizável. Ao contrário dos monômeros dimetacrilatos que apresentam dois grupos polimerizáveis, o HEMA não é capaz de formar cadeias cruzadas e quando presente em uma mistura resinosa produz somente ligações lineares durante o processo de polimerização. Possui grupamentos hidroxila na extremidade da molécula, sugerindo característica hidrófila mesmo após a polimerização. (Van Landuyt *et al.*, 2007). Desta forma, apresenta afinidade pela água que está presente no ambiente oral, o que pode afetar de forma negativa as propriedades do polímero, podendo causar amolecimento e descoloração em longo prazo (Ferracane, 2006; Burrow *et al.*, 1999).

Além da característica hidrófila, após a polimerização o HEMA torna-se um material borrachóide e poroso, com propriedades mecânicas inaceitáveis. (Patel *et al.*, 2001)

Os resultados presentes neste estudo indicam que a adição de HEMA às misturas de infiltrantes prejudicou o grau de conversão, módulo de elasticidade, dureza e aumento na taxa de redução de dureza, menor potencial de formação de ligações cruzadas. Paris *et al.*, 2007 também consideraram válida a tentativa de adicionar etanol e HEMA às misturas de infiltrantes, com o objetivo de reduzir a viscosidade e aumentar o coeficiente de penetração. Após a polimerização, Paris *et al.*, 2007 observaram a característica borrachóide quando o HEMA era adicionado às misturas. Este fato pode explicar a redução nas propriedades mecânicas encontradas neste estudo quando o HEMA foi adicionado às misturas. Entretanto, os resultados desta pesquisa corroboram os encontrados por Paris *et al.*, 2007.

Neste estudo, misturas sem adição de solventes (Grupo Controle) apresentaram os melhores resultados para todas as propriedades estudadas. Paris *et al.*, 2007 avaliaram a viscosidade e coeficiente de penetração de monômeros base puros, sem a presença de solventes. Observaram que o UDMA

puro apresentou alta viscosidade, enquanto que o TEGDMA puro apresentou baixa viscosidade e coeficiente de penetração de 204,1 cm/s. Um infiltrante ideal deveria apresentar coeficiente de penetração acima de 200 cm/s. Dessa forma, o TEGDMA poderia ser utilizado com esta finalidade, sem necessidade da incorporação de solventes à mistura, uma vez que essa adição pode tornar as propriedades deficientes.

Este estudo também avaliou a adição de monômeros de maior peso molecular variando as concentrações de monômero base. Foi observado que a adição de UDMA ao TEGDMA não alterou de forma significativa o grau de conversão e resultou em aumento no módulo de elasticidade. Isso pode ter ocorrido devido à semelhança nas características das cadeias entre os monômeros. O monômero UDMA, assim como o TEGDMA, apresenta cadeia linear. Contém um núcleo flexível alifático e duas ligações uretano, que são capazes de formar ligações de hidrogênio. Possui tamanho pequeno, baixa viscosidade (23.1 Pa.s) e alta quantidade de duplas ligações. Além disso, apresenta ligações fracas, o que caracteriza o aumento do módulo de elasticidade quando acrescentado em uma mistura (Sideridou *et al.*, 2002). Tal flexibilidade relaciona-se com a possibilidade das reações de transferência de cadeia, o que reflete um alto grau de conversão (Floyd & Dickens, 2006). Entretanto, isso pode ser ocasionado também os resultados de maior taxa de redução de dureza, indicando menor estabilidade deste material em ambiente oral.

O BisEMA adicionado às misturas de infiltrantes influenciou de forma negativa todas as propriedades testadas. Isso pode ter ocorrido devido ao alto peso molecular (540 g/mol). Monômeros com alto peso molecular apresentam menor flexibilidade da cadeia e conseqüentemente, menor grau de conversão, o que influencia as propriedades mecânicas, o que também foi observado por Sideridou *et al.*, 2002.

A avaliação do módulo de elasticidade dos corpos de prova de esmalte bovino cariado, infiltrado ou não pelos materiais, mostrou não haver diferença entre as variadas concentrações de solvente/monômero base experimentais e entre estes e o comercial. Estes resultados podem ter sido observados em função das limitações deste teste. A espessura das lesões de cárie desenvolvidas era muito pequena em relação ao tamanho da amostra, 50um e 1mm, respectivamente, de forma que o teste não foi sensível o suficiente para detectar a diferença na superfície de corpos de prova cariados e infiltrados ou não.

Neste estudo, os materiais resinosos experimentais propostos foram comparados ao Icon®, material comercialmente disponível, desenvolvido com características de infiltrante. Em relação ao grau de conversão, o infiltrante experimental que apresentou resultados mais semelhantes em relação ao comercial foi o TEGDMA sem solventes. Os demais grupos experimentais apresentaram grau de conversão inferior.

Em relação ao módulo de elasticidade, os infiltrantes experimentais que apresentaram resultados similares ao comercial foram aqueles que não continham solvente em sua composição. Aqueles que apresentavam solventes exibiram valores de módulo de elasticidade inferiores. Quanto aos valores de taxa de redução de dureza não houve diferença significativa entre o comercial e os experimentais.

Embora se saiba que a adição de solventes seja um fator positivo para o coeficiente de penetração, pode-se observar que a adição destes aos monômeros base produziu polímeros com propriedades insatisfatórias em relação ao grau de conversão, redução de dureza, módulo de elasticidade e dureza de superfície.

A partir desses achados, outras suposições poderiam ser exploradas. Num primeiro momento, a avaliação de outras propriedades, como coeficiente e profundidade de penetração e resistência de união ao esmalte alterado devem ser

exploradas para que seja possível a indicação de uma das misturas como material infiltrante. Ainda, seria interessante verificar a significância clínica dessas variações das propriedades físico-químicas e mecânicas dos polímeros encontrados, uma vez que na cavidade bucal a somatória de estímulos térmicos, mecânicos e químicos acontecem concomitante e repetidamente. Num outro momento, a possibilidade de adição de outros tipos de solventes que ao mesmo tempo facilitassem a penetração dos monômeros base, sem comprometer a estrutura e propriedades do polímero formado sendo um possível caminho para o estabelecimento de um material adequado para a infiltração das lesões de cárie.

## 7. CONCLUSÕES:

De acordo com os resultados deste estudo, pode-se concluir que:

1. A adição de etanol influenciou de forma negativa os materiais resinosos experimentais em todas as propriedades testadas;
2. A adição de HEMA também prejudicou os materiais. Estas duas conclusões rejeitam a suposição do uso de solventes.
3. O UDMA não alterou algumas propriedades, no entanto aumentou a taxa de redução de dureza, contra-indicando a adição deste material nas misturas de infiltrantes;
4. O BisEMA alterou de forma negativa todas propriedades testadas, o que poderia contra-indicar este material para ser incorporado nas misturas de infiltrantes;
5. O TEGDMA como monômero base, sem adição de solventes apresentou-se como o infiltrante com melhores propriedades em todos os testes. Além disso, foi o que mais se aproximou do infiltrante comercialmente disponível, indicando que pode ser utilizado como infiltrante em lesões incipientes em esmalte.

## REFERÊNCIAS\*

1. Aguiar FH, Braceiro ATB, Ambrosano GM, Lovadino JR. Hardness and diametral tensile strength of a hybrid composite resin polymerized with different modes and immersed in ethanol or distilled water media. *Dent Mater* 2005; 21:1098-103.
2. Alexandria AKF, Valença AMG, Lima SJG, Nóbrega CBC, Lima AL, Claudino LV. Avaliação in vitro da desmineralização do esmalte bovino submetido a variações de ph e tempo de imersão em solução indutora de cárie. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr*. 2008 maio/ago; 8(2): 233-238.
3. Amaechi BT, Higham SM, Edgar WM Factors affecting the development of carious lesions in bovine teeth in vitro. *Arch Oral Biol*. 1998 Aug; 43(8): 619-28.
4. Anseth KS, Goodner 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 Aug; 75(8): 1607-12.
5. Anusavice KJ. *Phillips Materiais Dentários*. 11ª Edição. Elsevier; 2005.
6. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater*. 1998 Jan;14(1):51-6.
7. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. *J Dent Res* 2001; 80: 1570–3.

---

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

8. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci.* 2001b. Ago; 109(4): 282-286.
9. Asmussen E, Peutzfeldt A. Two-step curing: influence on conversion and softening of a dental polymer. *Dent Mater.* 2003 Sep; 19(6): 466-70.
10. Bishara SE, Ostby AW. White spot lesions: formation, prevention and treatment. *Seminars in Orthodontics.* 2008; 14(3):174-182.
11. Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc.* 1963 Jan; 66: 57-64.
12. Brandt, WC, Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MAC, Consani S. Effect of different photo-activation methods on push out force, hardness and cross-link density of resin composite restorations. *Dent Mater.* 2008; 24: 846-850.
13. Burrow MF, Inokoshi S, Tagami J. Water sorption of several bonding resins. *Am J Dent.* 1999;12(6):295-8.
14. Brudevold F. Caries control by topical treatments and by the use of fluoride dentifrices. *Int Dent J.* 1967 Mar; 17(1): 31-9.
15. Croll TP. Enamel microabrasion: observations after 10 years. *J Am Dent Assoc.* 1997 Apr; 128 Suppl:45S-50S.
16. Davila JM, Buonocore MG, Greeley CB, Provenza DV. Adhesive penetration in human artificial and natural white spots. *J Dent Res.* 1975 Sep-Oct; 54(5): 999-1008.

17. Dermann K, Rupp NW, Brauer GM Effect of hydrophilic diluents on the properties of cured composites. *J Dent Res*. 1982 Nov; 61(11): 1250-4.
18. Dickens SH, Stansbury JW, Choi KM and Floyd CJE. Photopolymerization kinetics of methacrylate dental resins. *Macromol*. 2003; 36: 6043-6053.
19. Dulik D, Bernier R, Brauer GM. Effect of diluent monomer on the physical properties of bis-GMA-based composites. *J Dent Res*. 1981 Jun; 60(6): 983-9.
20. Washburn EW. A dinâmica do fluxo capilar. *Phys Rev*. 1921; 17(3): 273-283.
21. Ekstrand KR, Bakhshandeh A, Martignon S. Treatment of proximal superficial caries lesions on primary molar teeth with resin infiltration and fluoride varnish versus fluoride varnish only: efficacy after 1 year. *Caries Res*. 2010; 44(1): 41-6.
22. Emami N, Soderholm KJ. Dynamic mechanical thermal analysis of two light-cured dental composites. *Dent Mater* 2005; 21: 977–83.
23. Featherstone JDB, Glena R, Shariati M, Shields CP. Dependence of in vitro demineralization and remineralization of dental enamel on fluoride concentration. *J Dent Res* 1990; 69: 620-5.
24. Featherstone JDB. Prevention and reversal of dental caries: role of low level fluoride. *Community Dent Oral Epidemiol* 1999; 27: 31-40.
25. Fejerskov O, Josephsen K, Nyvad B. Surface ultrastructure of unerupted mature human enamel. *Caries Res*. 1984; 18(4): 302-14.
26. Fejerskov O, Kidd E. Cárie dentária. A doença e seu tratamento clínico: Editora Santos; 2005.

18. Dickens SH, Stansbury JW, Choi KM and Floyd CJE. Photopolymerization kinetics of methacrylate dental resins. *Macromol*. 2003; 36: 6043-6053.
19. Dulik D, Bernier R, Brauer GM. Effect of diluent monomer on the physical properties of bis-GMA-based composites. *J Dent Res*. 1981 Jun; 60(6): 983-9.
20. Washburn EW. A dinâmica do fluxo capilar. *Phys Rev*. 1921; 17(3): 273-283.
21. Ekstrand KR, Bakhshandeh A, Martignon S. Treatment of proximal superficial caries lesions on primary molar teeth with resin infiltration and fluoride varnish versus fluoride varnish only: efficacy after 1 year. *Caries Res*. 2010; 44(1): 41-6.
22. Emami N, Soderholm KJ. Dynamic mechanical thermal analysis of two light-cured dental composites. *Dent Mater* 2005; 21: 977–83.
23. Featherstone JDB, Glena R, Shariati M, Shields CP. Dependence of in vitro demineralization and remineralization of dental enamel on fluoride concentration. *J Dent Res* 1990; 69: 620-5.
24. Featherstone JDB. Prevention and reversal of dental caries: role of low level fluoride. *Community Dent Oral Epidemiol* 1999; 27: 31-40.
25. Fejerskov O, Josephsen K, Nyvad B. Surface ultrastructure of unerupted mature human enamel. *Caries Res*. 1984; 18(4): 302-14.
26. Fejerskov O, Kidd E. Cárie dentária. A doença e seu tratamento clínico: Editora Santos; 2005.

27. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater*, 2006; 22: 211-222.
28. Floyd CJ, Dickens SH. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dent Mater*. 2006 Dec;22(12):1143-9.
29. García-Godoy F, Hicks MJ. Maintaining the integrity of the enamel surface: the role of dental biofilm, saliva and preventive agents in enamel demineralization and remineralization. *J Am Dent Assoc*. 2008 May; 139 Suppl: 25S-34S.
30. Geiger AM, Gorelick L, Gwinnett AJ, Griswold PG. The effect of a fluoride program on white spot formation during orthodontic treatment. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1988 Jan; 93(1): 29-37.
31. Gilmour AS, Edmunds DH. The polarized light microscopic appearance of caries-like lesions adjacent to restored cavities in the crowns and roots of extracted human teeth. *J Oral Rehabil*. 1998 Dec; 25(12): 929-39.
32. Gomez S, Uribe S, Onetto JE, Emilson CG. SEM analysis of sealant penetration in posterior approximal enamel carious lesions in vivo. *J Adhesive Dent* 2008; 10: 151-156.
33. 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 Aug; 117(4): 442-6.

34. Grande NM, Plotino G, Lavorgna L, Ioppolo P, Bedini R, Pameijer CH, et al. Influence of different root canal-filling materials on the mechanical properties of root canal dentin. *J Endod.* 2007 Jul; 33(7): 859-63.
35. Guiraldo RD, Consani S, Consani RL, Berger SB, Mendes WB, Sinhorette MAC. Light energy transmission through composite influenced by material shades. *Bull Tokyo Dent Coll.* 2009; 50(4): 183-90.
36. Gwinnett AJ. Structure and composition of enamel. *Oper Dent.* 1992; 5: 10-7.
37. Hargreaves JA, Thomson GW, Wagg BJ. Changes in caries prevalence in Isle of Lewis children between 1971 and 1981. *Caries Res* 1983; 17: 554-9.
38. Irinoda Y, Matsumura Y, Kito H, Nakano T, Toyama T, Nakagaki H, Tsuchiya T. Effect of sealant viscosity on the penetration of resin into etched human enamel. *Operative Dentistry* 2000; 25: 274-282.
39. Jenkins GN. Recent changes in dental caries. *Br Med J* 1985; 291: 1297-8.
40. Johnson NW. Some aspects of the ultrastructure of early human enamel caries seen with the electron microscope. *Arch Oral Biol.* 1967 Dec; 12(12): 1505-21.
41. Junior, S.A.R.; Ferracane, J. L.; Bona, A.D., 2008. Flexural strength and Weibull analysis of a microhybrid and a nanofill composite evaluated by 3- and 4-point bending tests. *Dent Mater.* Vol.24, n. 3, pp 426-431.
42. Keyes PH Present and future measures for dental caries control. *J Am Dent Assoc.* 1969 Dec;79(6): 1395-404.

43. Kidd EA, Fejerskov O. What constitutes dental caries? Histopathology of carious enamel and dentin related to the action of cariogenic biofilms. *J Dent Res.* 2004; 83: C35-8.
44. Kinney JH, Marshall SJ, Marshall GW The mechanical properties of human dentin: a critical review and re-evaluation of the dental literature. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2003;14(1):13-29.
45. Lagerweij MD, ten Cate JM. Remineralisation of enamel lesions with daily applications of a high-concentration fluoride gel and a fluoridated toothpaste: an in situ study. *Caries Res.* 2002 Jul-Aug; 36(4): 270-4.
46. Larsen MJ, Fejerskov O. Chemical and structural challenges in remineralization of dental enamel lesions. *Scand J Dent Res.* 1989 Aug;97(4):285-96.
47. Lopes MB, Sinhoreti MA, Correr Sobrinho L, Consani S. Comparative study of the dental substrate used in shear bond strength tests. *Pesqui Odontol Bras.* 2003 Abr-Jun; 17(2): 171-5.
48. Maciel KT, Carvalho RM, Ringle RD, Preston CD, Russell CM, Pashley DH. The effects of acetone, ethanol, HEMA, and air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. *J Dent Res.* 1996 Nov;75(11):1851-8.
49. Mellberg JR. Hard-tissue substrates for evaluation of cariogenic and anti-cariogenic activity in situ. *J Dent Res.* 1992 Apr; 71: 913-9.
50. Meyer-Lueckel H, Mueller J, Paris S, Hummel M, Kielbassa AM. The penetration of various adhesives into early enamel lesions in vitro. *Schweiz Monatsschr Zahnmed.* 2005;115(4): 316-23.

51. Meyer-Lueckel H, Paris S, Mueller J, Cölfen 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 Jan; 22(1): 22-8.

52. Meyer-Lueckel H, Paris S, Kielbassa AM. Surface layer erosion of natural caries lesions with phosphoric and hydrochloric acid gels in preparation for resin infiltration. *Caries Res.* 2007; 41(3): 223-30.

53. Meyer-Lueckel H, Paris S, Kielbassa AM. Surface layer erosion of natural caries lesions with phosphoric and hydrochloric acid gels in preparation for resin infiltration. *Caries Res.* 2007b; 41(3): 223-30.

54. Meyer-Lueckel H, Paris S. Progression of artificial enamel caries lesions after infiltration with experimental light curing resins. *Caries Res.* 2008; 42(2): 117-24.

55. Meyer-Lueckel H, Paris S. Improved resin infiltration of natural caries lesions. *J Dent Res.* 2008b. Dez; 87(12): 1112-6.

56. Meyer-Lueckel H, Paris S. Infiltration of natural caries lesions with experimental resins differing in penetration coefficients and ethanol addition. *Caries Res.* 2010; 44(4): 408-14.

57. Moszner N, Fischer UK, Angermann J, Rheinberger V. A partially aromatic urethane dimethacrylate as a new substitute for Bis-GMA in restorative composites. *Dent Mater.* 2008 May; 24(5): 694-9.

58. Mueller J, Meyer-Lueckel H, Paris S, Hopfenmuller W, Kielbassa AM Inhibition of lesion progression by the penetration of resins in vitro: influence of the application procedure. *Oper Dent.* 2006 May-Jun; 31(3): 338-45.
59. Mueller J, Meyer-Lueckel H, Paris S, Hopfenmuller W, Kielbassa AM.
60. Nakamichi I, Iwaku M, Fusayama T. Bovine teeth as possible substitutes in adhesion test. *J Dent Res* 1983 Oct.; 62(10): 1076-81.
61. Nelson DGA, Featherstone JDB, Duncan JF, Cutress TW. Effect of carbonate and fluoride on the dissolution behavior of synthetic apatites. *Caries Res* 1983; 17: 200-11.
62. Newbrun E. Dietary fluoride supplementation for the prevention of caries. *Pediatrics.* 1978. Nov;62(5):733-7.
63. O'Reilly MM, Featherstone JD. Demineralization and remineralization around orthodontic appliances: na in vivo study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1987; 92: 33-40.
64. Oogard B, Larsson E, Henriksson T et al. Effects of combined application of antimicrobial and fluoride varnishes in orthodontic patients. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2001; 120: 28-35.
65. Paes Leme AF, Tabchoury CP, Zero DT, Cury JA. Effect of fluoridated dentifrice and acidulated phosphate fluoride application on early artificial carious lesions. *Am J Dent.* 2003 Apr; 16(2): 91-5.

66. 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.
67. Paris S, Meyer-Lueckel H, Cölfen H, Kielbassa AM. Penetration coefficients of commercially available and experimental composites intended to infiltrate enamel carious lesions. *Dent Mater.* 2007 Jun; 23(6):742-8.
68. Paris S, Meyer-Lueckel H, Cölfen H, Kielbassa AM. Resin infiltration of artificial enamel caries lesions with experimental light curing resins. *Dent Mater J.* 2007b. Jul; 26(4): 582-8.
69. Paris S, Meyer-Lueckel H, Kielbassa AM. Resin Infiltration of Natural Caries Lesions *J Dent Res* 2007c; 86: 662-6.
70. Paris S, Dorfer CE, Meyer-Lueckel H. Surface conditioning of natural enamel caries lesions in deciduous teeth in preparation for resin infiltration. *Journal of Dentistry* 2010; 38: 65-71.
71. Paris S, Hopfenmuller W, Meyer-Lueckel H. Resin Infiltration of caries lesions: An efficacy randomized trial. *J Dent Res* 2010b; Ago; 89(8): 823-6.
72. Paris S, Meyer-Lueckel H. Inhibition of caries progression by resin infiltration in situ. *Caries Res.* 2010c; 44(1): 47-54.
73. Patel MP, Johnstone MB, Hughes FJ, Braden M. The effect of two hydrophilic monomers on the water uptake of a heterocyclic methacrylate system. *Biomaterials* 2001;22(1):81-6.
74. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997 Apr; 105(2): 97-116.
75. Reeves GW, Fitchie JG, Hembree Jr, JH, Puckett AD. Microleakage of new dentin bonding systems using human and bovine teeth. *Oper Dent* 1995; 20(6): 230-5.

76. Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SR. Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine, and porcine teeth. *J Adhes Dent*. 2004 Summer; 6(2): 117-21.
77. Robinson C, Hallsworth AS, Weatherell JA, Künzel W. Arrest and control of carious lesions: a study based on preliminary experiments with resorcinol-formaldehyde resin. *J Dent Res*. 1976 Sep-Oct; 55(5): 812-8.
78. Rueggeberg FA. From vulcanite to vinyl, a history of resins in restorative dentistry. *J Prosthet Dent*, 2002; 87:364-379.
79. Schilke R, Baub O, Lisson JA, Schuckar M, Geurtsen W. Bovine dentin as a substitute for human dentin in shear bond strength measurements. *Am J Dent* 1999; 12(2): 92-6.
80. Schneider LF, Moraes RR, Cavalcante LM, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L, Consani S. Cross-link density evaluation through softening tests: effect of ethanol concentration. *Dent Mater*. 2008 Feb; 24(2): 199-203
81. Seemann R, Bizhang M, Kluck I, Loth J, Roulet JF. A novel in vitro microbial-based model for studying caries formation--development and initial testing. *Caries Res*. 2005 May-Jun; 39(3): 185-90.
82. Selwitz RH, Ismail AI, Pitts NB. Dental caries. 2007. Jan 6; 369: 51-9.
83. Sharawy M, Yaeger JA. Esmalte. In: Braskar SN. *Histologia e Embriologia de Orban*. São Paulo: Artes Médicas. 1989: 51-110.

84. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2002;23(8):1819-29.
85. Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dent Mater*. 2000 Jul; 16(4): 292-6.
86. Silverstone LM. Diet and dental caries, part 1. *Dent Update*. 1977 Jul-Aug; 4(5): 271-74.
87. Silverstone LM. The structure of carious enamel, including the early lesion. *Oral Sci Ver* 1973; 3: 100-60.
88. Soh MS, Yap AU. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent* 2004; 32: 321–6.
89. Speechley, M. ;Johnston, D.W. Some Evidence from Ontario, Canada, of a Reversal in the Dental Caries Decline. *Caries Res* 1996; 30: 423-427.
90. Sperber GH, Buonocore MG. Enamel surface in "white-spot" formation. *J Dent Res*. 1963 Mar-Apr; 42: 724-31.
91. Sundfeld RH, Croll TP, Briso AL, de Alexandre RS, Sundfeld Neto D. Considerations about enamel microabrasion after 18 years. *Am J Dent*. 2007 Apr; 20(2): 67-72.
92. Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SH. Variability in microleakage observed in a total-etch wet-bonding technique under different handling conditions. *J Dent Res*. 1995 May;74(5):1168-78.
93. Ten Cate JM, Duijsters PP. Influence of fluoride in solution on tooth demineralization. I. Chemical data. *Caries Res*. 1983; 17(3): 193-9.

94. Ten Cate JM, Duijsters PP. Alternating demineralization and remineralization of artificial enamel lesions. *Caries Res.* 1982; 16(3): 201-10.
95. Ten Cate JM, Featherstone JDB. Mechanistic aspects of the interactions between fluoride and dental enamel. *Crit Rev Oral Biol* 1991; 2: 283-96.
96. Ten Cate JM. *Histologia Oral*: Elsevier; 2008.
97. Tenuta LM, Ribeiro CC, Gonçalves NC, Del Bel Cury AA, Aires CP, Tengan C et al. The short-term in situ model to evaluate the anticariogenic potential of ionomeric materials. *J Dent.* 2005 Jul;33(6):491-7.
98. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007 Sep;28(26):3757-85.
99. Van Landuyt KL, Yoshida Y, Hirata J, Snauwaert J, De Munck J, Okasaki M. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. *J Dent Res.* 2008(87): 757-761.
100. Vivaldi-Rodrigues G, Demito CF, Bowman SJ et al. The effectiveness of a fluoride varnish in preventing the development of white spot lesions. *World J Orthod.* 2006; 7:138-144,
101. White JM. The application of in vitro models to research on demineralization and remineralization of the teeth. *Adv Dent Res.* 1995; 9(3): 175-93.

102. Yap AU, Soh MS, Han VT, Siow KS. Influence of curing lights and modes on cross-link density of dental composites. *Oper Dent.* 2004; 29: 410–5.

103. 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 A.* 2007 Feb;80(2):342-50

104. Zero DT, Raubertas RF, Pedersen AM, Fu J, Hayes AL, Featherstone JDB. Fluoride concentrations in plaque, whole saliva and ductal saliva after applications of home-use fluoride agents. *J Dent Res* 1992; 71: 1768-75.

## APÊNDICE 1

Estudo prévio - Desenvolvimento de lesões de cárie artificiais em esmalte.

O objetivo deste estudo piloto foi determinar o tempo de imersão de corpos de prova de esmalte bovino em solução de cárie para produzir lesões artificiais subsuperficiais. Os dentes utilizados já haviam sido selecionados quanto à dureza, conforme explicado na metodologia. À partir dos dentes, foram confeccionados blocos de esmalte, conforme descrito na metodologia deste trabalho.

Blocos de esmalte foram imersos em solução 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 a 37°C (Paes Leme *et al*, 2003). O tempo variou entre 4,6 e 8 horas de imersão na solução de cárie.

Os corpos de prova foram seccionados em fatias na cortadeira Isomet (Buehler) para observação em microscopia de luz polarizada (Leica, DLMS). Foram então desgastados manualmente em lixas d'água de carbeto de silício (3M/ESPE, St Paul, EUA), de granulação 1200 e 2000.

As imagens obtidas dos corpos de prova, variando-se o tempo de imersão na solução seguem abaixo:

1. Tempo de imersão na solução de cárie: 4 horas.

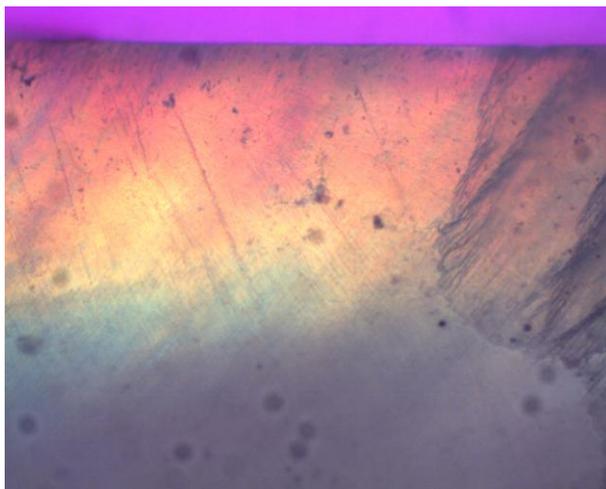


Figura 21. Corpo de prova de esmalte bovino após 4 horas de imersão em solução de cárie.

Na figura 21, pode-se observar que 4 horas não foi suficiente para a formação de lesões subsuperficiais de cárie artificial.

2. Tempo de imersão na solução de cárie: 6 horas

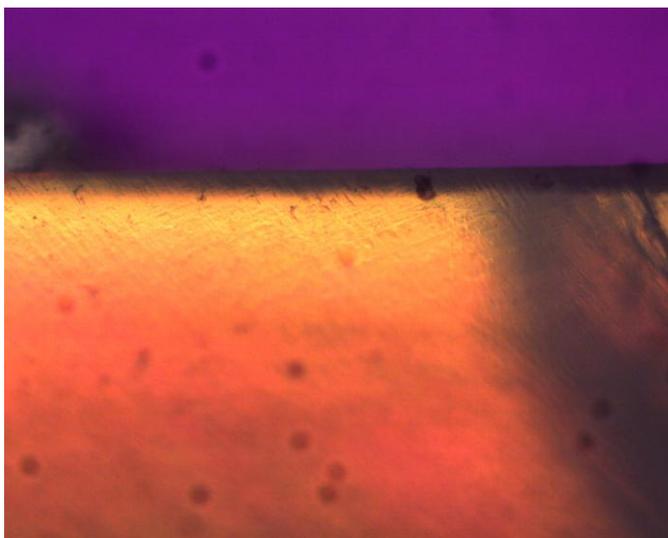


Figura - 22. Amostra de esmalte bovino após 6 horas de imersão em solução de cárie.

Na figura 22, pode-se observar que houve formação de lesões subsuperficiais, características de lesões incipientes em esmalte.

### 3. Tempo de imersão na solução de cárie: 8 horas

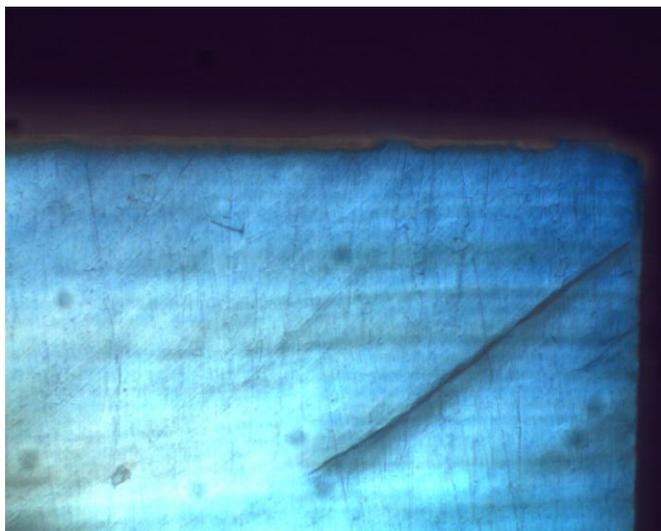


Figura 23. Amostra de esmalte bovino após 8 horas de imersão em solução de cárie.

Na figura 23, pode-se observar a erosão na superfície do esmalte. Este tempo excede o necessário para a formação de lesões com característica de subsuperfície.

Conclusão: Pela análise das imagens, pode-se observar que após 6 horas de imersão na solução de cárie houve a formação de lesões subsuperficiais, que serão utilizadas para aplicação de materiais resinosos experimentais.

## APÊNDICE 2

Estudo prévio - Tempo do condicionamento com ácido fosfórico 35%

Devido à ausência de trabalhos na literatura indicando um protocolo para desmineralização de esmalte bovino cariado antes da aplicação de infiltrantes resinosos, o objetivo deste estudo piloto é determinar qual seria o tempo de condicionamento ácido ideal para realizar a parte experimental deste trabalho.

Os dentes selecionados para este estudo piloto já estavam cariados e respeitando todos os passos da realização deste trabalho, desde a seleção realizada através da dureza do início do estudo até a formação de lesões de cárie artificiais. Em cada um dos corpos de prova, foi aplicada cera pegajosa de forma a dividir a superfície vestibular em duas partes para aplicação do ácido, desta forma:



Figura 24. Corpo de prova de esmalte bovino cariado após aplicação de cera pegajosa, dividindo-a em duas partes.

A cera foi aplicada nos 8 corpos de prova, de forma que em cada parte fosse aplicado ácido fosfórico gel 35% (3M ESPE, St Paul, EUA).



Fig 25. Scotchbond  
Ácido fosfórico 35%  
(3M ESPE).

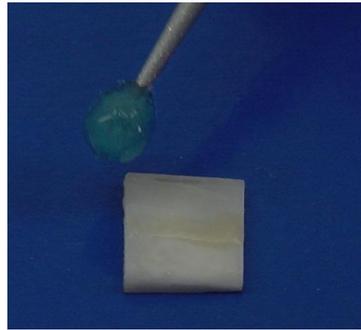


Fig.26. Aplicação do  
ácido fosfórico 35%  
com microbrush.



Fig.27. Amostra após  
aplicação do ácido fosfórico  
35%.

Em cada parte da amostra foi cronometrado 15, 30, 60 ou 120 segundos de aplicação do ácido. Após esse tempo, foi aplicado jato de ar/água por 20 segundos.

Os corpos de prova foram posicionados em *stubs* metálicos, e após metalização em ouro foram observados em MEV. As imagens obtidas seguem abaixo:

#### 1. Condicionamento ácido por 15 segundos

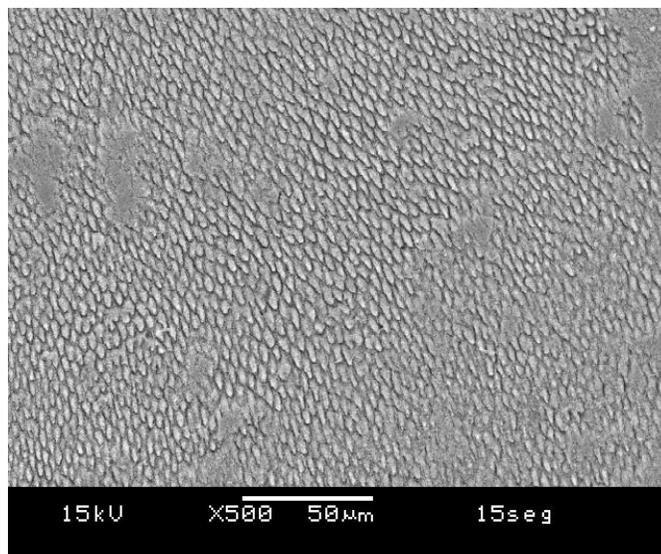


Figura 28. Condicionamento ácido por 15 segundos em aumento de 500x.

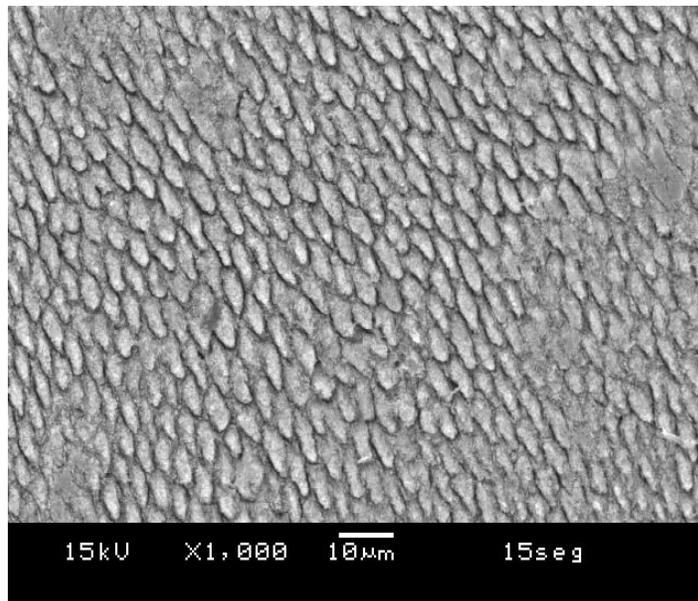


Figura 29. Condicionamento ácido por 15 segundos em aumento de 1000x.

## 2. Condicionamento ácido após 30 segundos

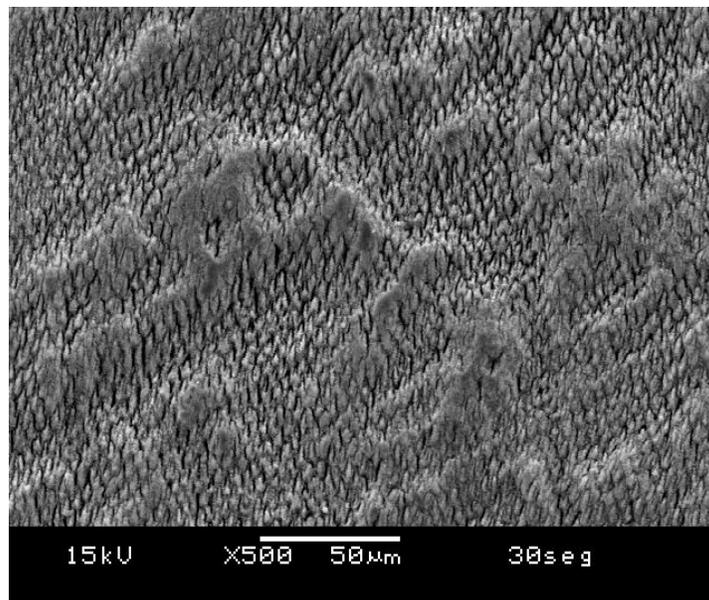


Figura 30. Condicionamento ácido após 30 segundos em aumento de 500x.

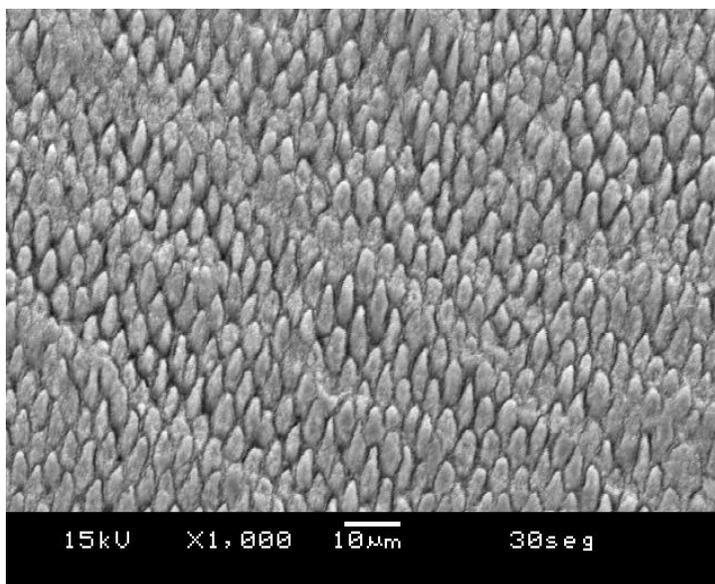


Figura 31. Condicionamento ácido após 30 segundos em aumento de 1000x.

### 3. Condicionamento ácido após 60 segundos.

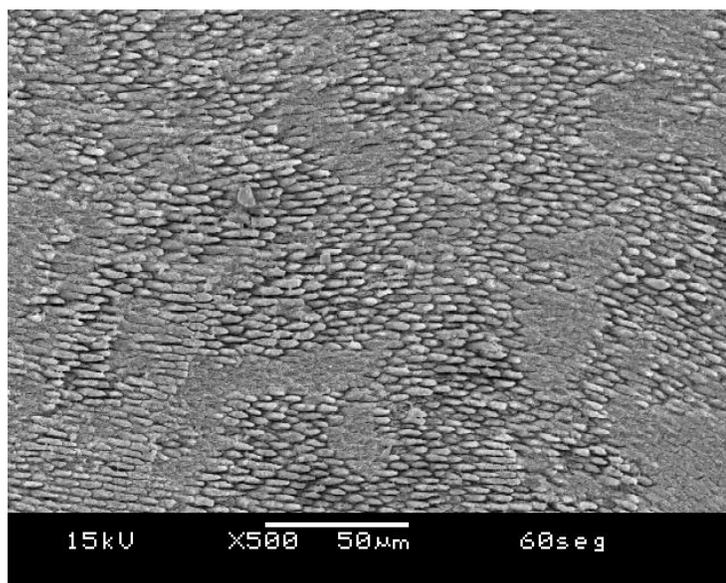


Figura 32. Condicionamento ácido após 60 segundos em aumento de 500x.

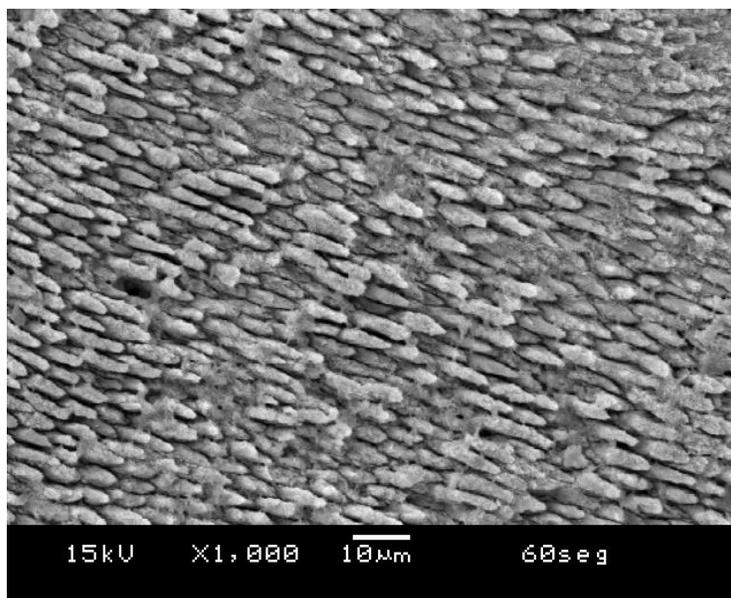


Figura 33. Condicionamento ácido após 60 segundos em aumento de 1000x.

#### 4. Condicionamento ácido após 120 segundos

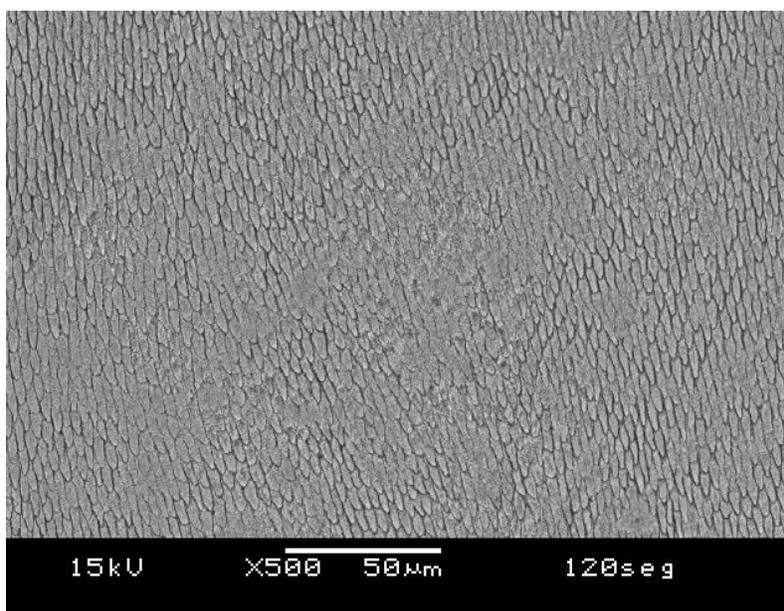


Figura 34. Condicionamento ácido após 120 segundos em aumento de 500x.

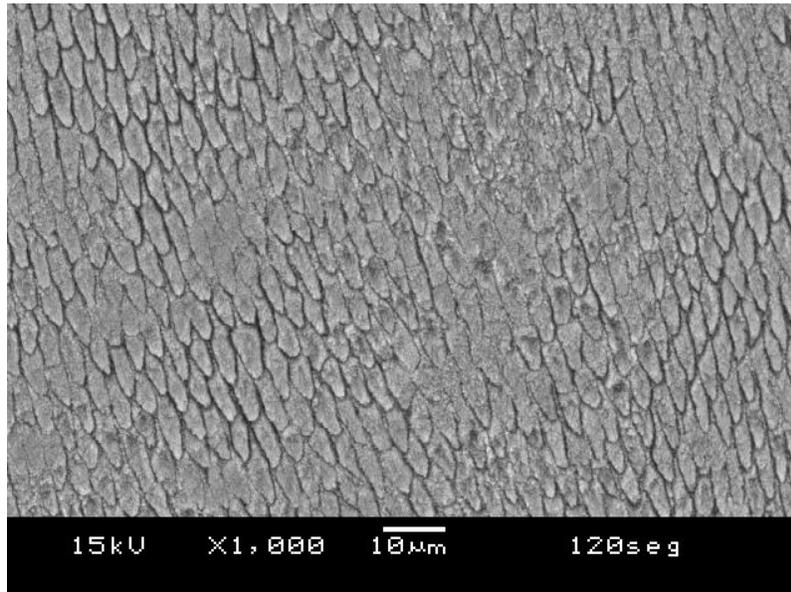


Figura 35. Condicionamento ácido após 120 segundos em aumento de 1000x.

Pela análise das imagens, pode-se observar que no tempo de 15 segundos ocorre desmineralização periférica dos prismas de esmalte, ideal para aplicação dos infiltrantes.

Com 30 segundos de condicionamento também ocorreu a desmineralização periférica dos prismas, no entanto apresentou pequenas áreas com destruição de prismas de esmalte.

As imagens obtidas após 60 segundos de condicionamento ácido revelam que houve destruição dos prismas de esmalte em algumas áreas, o que poderia dificultar a penetração do infiltrante nestas áreas.

Já após 120 segundos pode-se observar maior quantidade de área de destruição de prismas, o que não é desejável para aplicação dos infiltrantes.

Conclusão: O tempo que seria ideal para o condicionamento com ácido fosfórico em dentes bovinos cariados antes da aplicação de infiltrantes é de 15 segundos.