



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



Efeito da concentração de amina terciária sobre sorção e solubilidade de infiltrantes experimentais com diferentes composições.

Autor: Kelly da Silva

Piracicaba

2013

KELLY DA SILVA

Efeito da concentração de amina terciária sobre sorção e solubilidade de infiltrantes experimentais com diferentes composições.

Orientadora: Giselle Maria Marchi Baron
Co-orientadora: Lívia Aguilera Gaglianone

Piracicaba

2013



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



CONCORDÂNCIA DO ORIENTADOR

Declaro que o (a) aluno (a) Kelly da Silva, RA 102961

Esteve sob minha orientação para a realização do Trabalho de Conclusão de Curso intitulado: Efeito da concentração de amina terciária sobre sorção e solubilidade de infiltrantes experimentais com diferentes composições. No ano de 2013.

Concordo com a submissão do trabalho apresentado à Comissão de Graduação pelo aluno, como requisito para aprovação na disciplina DS833-Trabalho de Conclusão de Curso.

Piracicaba, 30 de Setembro de 2013

GISELIE MARIA MARCHI BARON

(nome e assinatura do orientador)

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
JOSIDELMA F COSTA DE SOUZA – CRB8/5894 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

Si38e	Silva, Kelly da, 1989- Efeito da concentração de amina terciária sobre sorção e solubilidade de infiltrantes experimentais com diferentes composições / Kelly da Silva. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2013. Orientador: Giselle Maria Marchi Baron. Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba. 1. Monômeros. 2. Fotoiniciadores dentários. 3. Sorção. 4. Solubilidade. I. Marchi, Giselle Maria, 1970- II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.
-------	---

“Dedico este trabalho a minha mãe Margarida,
pelo apoio, incentivo e ajuda em todos
os momentos para a realização deste sonho.”

AGRADECIMENTOS

A Deus, por me proporcionar inteligência, capacidade, paciência e habilidade para realizar este desafio;

À Professora Giselle Maria Marchi Baron pelo ensino, orientação e contribuição neste trabalho;

À pós-graduanda Lívia Aguilera Gaglianone pela grande participação, dedicação, atenção e orientação neste trabalho;

À pós-graduanda Kamila Andrade Guedes pela contribuição para desenvolvimento deste trabalho;

A minha mãe Margarida e a minhas irmãs Tábata e Michele pelo apoio e motivação;

Aos meus amigos de classe que passaram estes quatro anos convivendo comigo, compartilhando alegrias, tristezas e anseios, em especial as minhas amigas de república, Camila Nobre e Bruna Massoni;

A todos os professores da FOP, pelo ensino, dedicação e paciência;

Aos meus pacientes que sem dúvida contribuíram para minha formação e experiência profissional e pessoal. Ao respeito e confiança depositados em mim;

Em especial, a minha amiga Fernanda pela confiança nos meus primeiros atendimentos.

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar a influência da concentração de amina terciária sobre sorção (So) e solubilidade (SL) de materiais resinosos experimentais (infiltrantes) com diferentes composições. Foram testados seis materiais resinosos preparados manualmente: G1-100% TEGDMA + 0,5% canforoquinona + 1% EDMAB; G2- 100% TEGDMA + 0,5% canforoquinona + 2% EDMAB; G3- 90% TEGDMA + 10% álcool + 0,5% canforoquinona + 1% EDMAB; G4- 90% TEGDMA + 10% álcool + 0,5% canforoquinona + 2% EDMAB; G5- 90% TEGDMA + 10% HEMA + 0,5 % canforoquinona + 1% EDMAB; G6- 90% TEGDMA + 10% HEMA + 0,5 % canforoquinona + 2% EDMAB. Para realizar os testes de sorção e solubilidade, os espécimes polimerizados, em forma de barra (7mmX2mmX1mm), após dissecação, foram pesados, armazenados em água destilada por 7 dias e pesados novamente, após nova secagem, até obtenção da massa final. Após obtenção dos resultados, os dados foram submetidos aos testes de análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey (alfa=5%). Não houve diferença estatisticamente significativa entre as concentrações de amina testadas ($p \geq 0.05$). Em relação à composição monomérica, TEGDMA + HEMA apresentou a menor porcentagem de sorção de água quando comparado aos demais grupos. Com 1% EDMAB, o infiltrante contendo TEGDMA + HEMA apresentou o menor valor de solubilidade e o material com TEGDMA + álcool, o maior valor. Para 2% de amina, o material contendo apenas TEGDMA mostrou maior solubilidade. Pode-se concluir que a adição de álcool e HEMA na composição foi capaz de influenciar a sorção e solubilidade dos materiais experimentais.

Palavras-chave: infiltrante, monômeros, fotoiniciador, sorção, solubilidade.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the influence of tertiary amine concentration on water sorption (S_o) and solubility (SL) of experimental low viscosity resin materials (infiltrants) with different composition. Six groups were tested: G1) 100% TEGDMA + 0,5% CQ+ 1% EDMAB; G2) 100% TEGDMA + 0,5% CQ + 2% EDMAB; G3) 90% TEGDMA + 10% ethanol + 0,5% CQ + 1% EDMAB; G4) 90% TEGDMA + 10% ethanol + 0,5% CQ + 2% EDMAB; G5) 90% TEGDMA + 10% HEMA + 0,5% CQ + 1% EDMAB; G6) 90% TEGDMA + 10% HEMA + 0,5% CQ + 2% EDMAB. Rectangular beam specimens (7mm length X 2mm thickness X 1mm width; $n=10$ in each group) were stored in a desiccator prior to weighing, were immersed in distilled water for seven days and then, weighed until a constant final mass was achieved after a new dryer cycle. Data were analyzed statistically using analysis of variance (two-way ANOVA), together with Tukey's test ($\alpha=5\%$). There was no significant difference between amine's concentration tested ($p \geq 0.05$). Regarding the monomer composition, TEGDMA + HEMA materials showed lower water sorption percentage compared to the other groups. For 1% EDMAB, TEGDMA + HEMA infiltrant presents the lowest solubility value while TEGDMA + ethanol material showed the highest one. For 2% EDMAB, TEGDMA infiltrant (G4) showed higher solubility than other materials. It can be concluded that the addition of ethanol and HEMA in infiltrants' composition was able to influence water sorption/solubility of these materials.

Key words: infiltrant, monomers, photoiniciador, water sorption, solubility.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DE LITERATURA	4
3. PROPOSIÇÃO	9
4. MATERIAL E MÉTODOS	10
5. RESULTADOS	13
6. DISCUSSÃO	15
7. CONCLUSÃO	18
8. REFERÊNCIAS	19

1. INTRODUÇÃO

Diante do contexto da Odontologia atual, observa-se um declínio da prevalência da doença cárie tanto em países desenvolvidos como em subdesenvolvidos (Bratthall *et al.*,1996). Entretanto, a mesma ainda está entre as doenças que constituem risco para a saúde bucal da população, sendo bastante elevado o número de lesões não cavitadas em esmalte (Mejàre *et al.*,2004).

Alguns fatores podem ser diretamente associados à redução dos índices de cárie, como fluoretação da água, expansão de programas preventivos nas escolas, uso de dentifrícios fluoretados e aplicações tópicas de flúor (Narvai *et al.*,1999). No entanto, em pacientes que apresentam alto risco à doença cárie e não são colaboradores na adequada remoção do biofilme (Paris *et al.*,2006), esses fatores falham e surge a necessidade de um tratamento restaurador, que mesmo sendo realizado com técnicas minimamente invasivas, envolve remoção de quantidade relevante de tecido dental sadio.

A utilização de selantes resinosos de fósulas e fissuras constitui recurso eficaz na prevenção de lesões cariosas (Horowitz *et al.*,1977). Entretanto, em casos nos quais a colaboração do paciente é insatisfatória e há possibilidade de recorrer a intervenções mais conservadoras, surge a opção de um material composto por monômeros resinosos de baixa viscosidade, denominado de infiltrante, que é capaz de paralisar lesões incipientes em esmalte, pela infiltração do mesmo através dos poros da lesão, e que vem sendo considerado, atualmente, um método bastante promissor (Meyer-Lueckel *et al.*,2006).

Lesões cariosas não cavitadas em esmalte se caracterizam por perda mineral do corpo da lesão e formação de poros, no entanto, a superfície permanece altamente mineralizada. Em contraste com o conceito de selamento convencional, cuja camada resinosa limita-se à superfície da lesão, os infiltrantes objetivam penetrar nos poros da mesma (Meyer-Lueckel *et al.*,2008, Meyer-Lueckel *et al.*, 2009) de forma a obliterá-los, visto que estes são vias de difusão de ácidos e minerais dissolvidos, evitando a progressão do processo carioso, sem presença de material na superfície da lesão (Meyer-Lueckel *et al.*,2008).

Essa nova categoria de material odontológico deve apresentar como características: alto coeficiente de penetração, baixa viscosidade, baixo ângulo de contato, baixa tensão superficial, alta capacidade de molhamento e propriedades mecânicas aceitáveis para suportar forças mastigatórias (Meyer-Lueckel *et al.*, 2007b).

Dessa forma, para que os infiltrantes se aproximem de tais características, é importante que possuam, em sua composição, monômeros de baixo peso molecular, como por exemplo, trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA).

O monômero Bisfenol-A-glicidilmetacrilato (BisGMA) é universalmente utilizado em compósitos e adesivos. Infiltrantes experimentais que utilizaram BisGMA como monômero base, apresentaram coeficiente de penetração insatisfatório (Paris *et al.*, 2007), uma vez que este apresenta alto peso molecular (512g/mol) e alta viscosidade (600-1000 Pa.s), portanto tais materiais não possuem capacidade de infiltrar nos poros de lesões incipientes em esmalte (Moszner, 2008; Peutzfeldt, 1997). Em função da necessidade de um material com menor viscosidade, a utilização de monômeros mais fluidos é recomendada objetivando a diluição da matriz orgânica (Dickens *et al.*, 2003; Rueggeberg, 2002). O monômero mais indicado é o TEGDMA, que apresenta menor peso molecular (286 g/mol) e baixa viscosidade (0,05 Pa.s).

Além do tipo de monômero-base presente, outro fator que pode contribuir para obtenção de menor viscosidade e maior capacidade de penetração do infiltrante em lesões incipientes em esmalte é a presença de solventes, como álcool, e de outros monômeros diluentes, como o 2-hidroxietilmetacrilato (HEMA) (Meyer-Lueckel *et al.*, 2007).

Assim como os demais materiais resinosos, os infiltrantes apresentam um sistema iniciador em sua composição, que permite que o mesmo seja fotoativado. O processo de polimerização dos monômeros ocorre através de uma reação iniciada por radicais livres, que são gerados a partir da ativação por luz. Dessa forma, o sistema de iniciação do material é composto por um fotoiniciador, geralmente a canforoquinona (CQ) e uma amina terciária que interagem ao serem excitados pela luz, em comprimento de onda de 468 nm. A canforoquinona absorve luz azul com comprimento de onda entre 400 a 500 nm. Sendo assim, a eficiência na polimerização do material

depende das concentrações dos componentes do sistema iniciador, CQ e amina terciária, além de outros fatores como intensidade da luz utilizada para polimerização (Jakubiak *et al.*,2003).

Pouco se sabe sobre a influência da concentração da amina terciária nas propriedades mecânicas de infiltrantes. Dessa forma, torna-se pertinente avaliar diferentes concentrações de dimetilaminoetilbenzoato (EDMAB), uma amina terciária reconhecidamente eficaz em sistema fotoiniciador contendo canforoquinona (Lovell *et al.*,2003). Esta amina, quando em estado exciplexo combinada à canforoquinona, possui um alto potencial de doação de elétrons (Emami *et al.*,2005). Diferentes combinações de monômeros e sistema fotoiniciador, associadas ou não a diferentes solventes em composições experimentais de materiais infiltrantes, devem ser avaliadas em busca de melhor entendimento para a composição destes materiais.

Baseado nessas informações, torna-se evidente a necessidade de estudos que avaliem o efeito das diferentes concentrações de amina terciária na polimerização dos infiltrantes, buscando estabelecer a melhor proporção entre os componentes do sistema iniciador na tentativa de minimizar o risco de insucesso associado aos materiais de baixa viscosidade.

2. REVISÃO DA LITERATURA

A cárie é uma doença que ocorre nos tecidos dentais, causada por uma associação de fatores, tais como acúmulo de placa bacteriana sobre a superfície dental, alimentação inadequada com ingestão frequente de açúcar e má higiene bucal. A doença cárie resulta em destruição progressiva da parte mineral dos dentes. (Cury e Tenuta, 2009). Inicialmente, quando é clinicamente visível, apresenta-se em forma de mancha branca rugosa e opaca. Essa mancha apresenta a superfície hipermineralizada e intacta, abaixo desta encontra-se o corpo da lesão, onde ocorreu a perda mineral e progressão da lesão. Se esta progressão não for inibida, a camada hipermineralizada se rompe devido a forças mastigatórias e se forma uma lesão cavitada (Fejerskov & Kidd, 2005).

Para evitar a progressão da lesão de mancha branca, utiliza-se flúor, que pode ser na forma de gel ou verniz. O principal efeito do flúor (F^-) é interferir físico-quimicamente com o desenvolvimento da cárie, reduzindo a desmineralização e ativando a remineralização do esmalte dental (Dawes e ten Cate, 1990), sem promover efeito antimicrobiano na placa dental (Emilson, 1992).

Há evidências de que o uso de fluoretos através de dentifrícios e colutórios fluoretados, e flúor tópico no consultório odontológico tem contribuído significativamente para o declínio da cárie nos últimos 20 anos (Jenkins 1985; Hargreaves et al., 1983). No entanto, no caso de alto desafio cariogênico, mesmo elevados níveis de fluoreto podem não ser suficientes para diminuir os efeitos patológicos e a progressão da cárie (Featherstone, 1999). As lesões iniciais de cárie, chamadas de mancha branca, tendem a remineralizar somente em pacientes que possuem higiene oral adequada e são expostos à fluoretos de forma frequente. Caso contrário, essas lesões progridem para cavidades (Mueller *et al.*, 2006). Bishara e colaboradores, em 2008 sugerem para pacientes não-colaboradores, a aplicação de altas concentrações de fluoreto em forma de verniz fluoretado, no entanto, esse procedimento apresenta limitações, como necessidade de realização por um profissional, o que gera custos para o paciente e tempo clínico para o cirurgião-dentista. Vivaldi-Rodrigues *et al.* (2006) apresentam como

desvantagens em relação ao uso de verniz fluoretado, a alteração temporária de cor do dente e dos tecidos gengivais.

Devido à demanda de pacientes não-colaboradores e às desvantagens apresentadas por materiais à base de fluoretos, surge uma nova abordagem ao tratamento de lesões iniciais em esmalte: a infiltração de materiais resinosos de baixa viscosidade, permitindo 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, Davilla e colaboradores apresentaram um dos primeiros estudos sobre a penetração de materiais em lesões de mancha branca. Eles realizaram infiltração de um adesivo comercial em lesões naturais e artificiais em dentes humanos e afirmaram que esta técnica é efetiva na paralisação das lesões de mancha branca. Nomearam o 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, porém, este material se apresentou tóxico à mucosa oral, dentina e polpa dental, podendo causar ulcerações na mucosa e sensibilidade pulpar. Além disso, apresentava uma coloração preto/avermelhada causada pela oxidação, o que tornava o material não-estético. Nesta época, não havia muitos avanços em pesquisas com monômeros resinosos, mas a idéia de infiltrar em lesões já havia sido sugerida. Era necessário um material ideal que além de infiltrar na lesão e permitir sua paralisação, fosse estético e não causasse injúrias aos tecidos bucais.

Em 2000, Irinoda e equipe observaram a penetração de 3 selantes com viscosidades diferentes em dentes humanos hígidos e concluíram que o selante com menor viscosidade teve maior capacidade de penetração (21,6 μm) comparado aos outros de maior viscosidade (6 e 11 μm). Portanto, concluíram que quanto menor a viscosidade do selante, maior era seu poder de penetração.

Meyer-Lueckel *et al.*, em 2006, avaliaram o comportamento de 5 adesivos comerciais e um selante de fóssulas e fissuras em lesões artificiais em esmalte. O

adesivo Excite, que apresentou maior profundidade de penetração (105 µm em 30 seg), contém etanol como solvente que reduz a viscosidade e parece afetar positivamente a penetração do material. O Solobond M contém acetona, que pareceu evaporar resultando em uma camada de resina irregular e porosa. Já o adesivo Adper Prompt L-Pop, com água em sua composição, apresentou uma camada de resina não-homogênea e uma penetração insuficiente.

Na tentativa de desenvolver materiais otimizados para infiltrar em lesões de cárie, Paris *et al.*, em 2007, 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 e Solobond M apresentaram maiores valores, enquanto que desempenho inferior foi atribuído ao selante Heliaseal. Nos materiais experimentais, a adição de etanol aumentou 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 mostraram 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 2008, 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. Os autores concluíram que infiltrantes com alta quantidade de TEGDMA apresentaram maior inibição da progressão da lesão provavelmente devido à alta capacidade de penetração.

Meyer-Lueckel e Paris, também em 2008, realizaram um estudo comparando a profundidade de penetração de um adesivo comercial (Excite - Vivadent) e um infiltrante experimental à base de TEGDMA e etanol. Os resultados mostraram que o infiltrante

experimental apresentou 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.

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. Concluíram que os materiais à base de BisGMA apresentaram penetração superficial, enquanto que os que continham TEGDMA em maior proporção penetraram profundamente. Afirmaram 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 apresentaram altos coeficientes de penetração (273 cm/s) e consistência firme após 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; Dermann *et al.*, 1982; Anseth *et al.*, 1996). O monômero HEMA (2-hidroxietil metacrilato) também foi testado no desenvolvimento de infiltrantes experimentais. As misturas apresentaram alto coeficiente de penetração, porém após a polimerização, os materiais com altas quantidades de HEMA apresentaram-se viscosos (Paris *et al.*, 2007a).

Os infiltrantes apresentam em sua composição um sistema iniciador, que permite que o mesmo seja fotoativado. O sistema iniciador é composto por um fotoiniciador, geralmente a canforoquinona (CQ), e uma amina terciária que interagem ao serem excitados pela luz. Jakubiak *et al.* (2003) afirmaram que a eficiência na polimerização de monômeros depende das concentrações dos componentes do sistema iniciador, CQ e amina terciária, além de outros fatores como intensidade da luz de polimerização. A amina terciária, reconhecidamente eficaz em sistema fotoiniciador contendo CQ, é dimetilaminoetilbenzoato - EDMAB) (Lovell *et al.*, 2003). Esta amina, quando em estado

exciplexo combinada à canforoquinona, possui um alto potencial de doação de elétrons (Emami *et al.*, 2005).

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 e concluíram então que a infiltração de materiais resinosos em lesões interproximais reduz a progressão da lesão.

Dessa forma, com a possibilidade de paralisar lesões incipientes através da utilização dos materiais infiltrantes, se faz necessário a verificação de possíveis formulações experimentais com diferentes concentrações de aminas terciárias buscando estabelecer a melhor proporção entre os componentes do sistema iniciador na tentativa de minimizar o risco de insucesso associado aos materiais de baixa viscosidade.

3. PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente estudo foi avaliar a influência da concentração de amina terciária sobre sorção (S_o) e solubilidade (SL) de materiais resinosos experimentais com diferentes composições.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 *Preparo dos materiais resinosos experimentais*

Foram testados seis materiais resinosos experimentais preparados manualmente. Para isso, foi utilizado como monômero-base TEGDMA (Sigma Aldrich, Alemanha) e, como diluentes, o monômero HEMA (Sigma Aldrich, Alemanha) e o solvente álcool, conforme descrito no Quadro 1. Para o sistema de fotoiniciação, foram utilizados 0,5% canforoquinona (CQ), como fotoiniciador, e duas diferentes concentrações, 1% e 2%, de amina terciária (etil 4-dimetilamino benzoato – EDMAB) (Sigma Aldrich, Alemanha).

Quadro 1. Materiais infiltrantes experimentais utilizados no estudo.

INFILTRANTE	COMPOSIÇÃO
1	100 % TEGDMA+ 0.5% CQ + 1% EDMAB
2	100 % TEGDMA+ 0.5% CQ + 2% EDMAB
3	90 % TEGDMA / 10% álcool + 0.5% CQ + 1% EDMAB
4	90 % TEGDMA / 10% álcool + 0.5% CQ + 2% EDMAB
5	90 % TEGDMA / 10% HEMA + 0.5% CQ + 1% EDMAB
6	90 % TEGDMA / 10% HEMA + 0.5% CQ + 2% EDMAB

4.2 *Preparo dos corpos de prova dos materiais resinosos testados*

Corpos de prova em forma de barra (7 mm comprimento X 2 mm largura X 1 mm altura) foram confeccionados em matriz de silicone de adição (Aquasil LV, Dentsply,

Detrey,EUA), a partir da impressão do material de moldagem em matrizes de Teflon cuja elevação interna central possui as dimensões citadas acima.

Os infiltrantes avaliados foram dispensados na matriz com auxílio de pipeta de precisão (MicromanClassic, modelo M25, Gilson, França), com posterior colocação de tira de poliéster sobre o corpo de prova e, em seguida, foi realizada fotoativação por 60 s, utilizando a fonte de luz LED Bluephase (IvoclarVivadent,Schaan, Lichtenstein), com intensidade de luz de 1000 mW/cm².

Após confecção de 60 amostras (n=10), de acordo com o infiltrante avaliado, o teste de sorção e solubilidade foi realizado segundo norma ISO 4049/2000, no entanto, com modificação nas dimensões e forma de ativação das amostras (Park *et al.*, 2009; Park *et al.*, 2011). Após fotoativação, as amostras foram armazenadas secas em recipientes escuros, a 37°C por 24 h. Seguidamente, os corpos de prova foram colocados em dessecador com sílica gel COD1911 – 4 mm, para remoção da água livre, como recomendada pela norma para materiais resinosos.

Durante todo período de dessecação, os corpos de prova foram mantidos em estufa bacteriológica com temperatura controlada em 37°C e foram pesados, periodicamente, em balança analítica de alta precisão (Chyo JEX-200, YMC CoLtda, Tóquio, Japão) até obtenção de massa constante (m1), ou seja, até quando a perda de massa fosse menor ou igual a 0,1 mg.

Após estabilização da massa inicial, os espécimes foram colocados, individualmente, em *ependorfs* imersos em 1 mL de água destilada.

Após 7 dias de imersão, os corpos de prova foram removidos dos recipientes individuais, lavados em água corrente, secados com papel absorvente e pesados em balança analítica (m2).

Os espécimes foram novamente dispensados no dessecador, contendo sílica gel, a 37°C, e pesados, diariamente, até que a variação de massa fosse inferior a ± 0,1 mg, obtendo a massa final (m3).

Após estabilização das massas, sorção (So) e solubilidade (SL) foram calculadas em porcentagem (%), através das seguintes fórmulas:

$$So (\%) = 100 \times ([m2-m1]/m1) \text{ e } SL (\%) = 100 \times ([m1-m3]/m1);$$

onde: m_1 corresponde à massa inicial, antes da imersão em água destilada; m_2 é a massa após imersão; m_3 representa a massa após segundo ciclo de dissecação.

4.3 Forma de Análise dos Resultados

Os resultados foram analisados estatisticamente, de acordo com a normalidade obtida, através do teste de Análise de Variância (ANOVA 2-fatores), em conjunto com o teste de Tukey, com nível de significância de 95% ($\alpha=0,05$), utilizando o programa Assistat.

5. RESULTADOS

A Tabela 1 mostra os resultados obtidos para sorção dos infiltrantes experimentais após armazenamento, por uma semana, em água destilada a 37°C. Não houve diferença estatisticamente significativa entre as concentrações de amina testadas ($p \geq 0,05$). Entretanto, analisando a composição monomérica, pode-se notar que o infiltrante contendo TEGDMA + HEMA apresentou a menor porcentagem de sorção de água quando comparado aos demais grupos. Foi possível observar também que não houve interação entre os fatores estudados (composição monomérica / concentração de amina).

Tabela 1. Médias (desvio-padrão), em %, para sorção de infiltrantes experimentais com diferentes composições e concentrações de amina terciária.

COMPOSIÇÃO	1% EDMAB	2% EDMAB	
TEGDMA	-14,0 (3,4)	-20,5 (8,7)	-17,3 a
TEGDMA + ÁLCOOL	-17,2 (3,1)	-14,5 (2,3)	-15,9 a
TEGDMA + HEMA	-6,8 (3,4)	-9,3 (5,7)	-8,1 b
	-12,7 A	-14,8 A	

Letras maiúsculas comparam as concentrações de amina e letras minúsculas, as diferentes composições dos materiais testados.

Os resultados de solubilidade podem ser observados na Tabela 2. Nesse caso, ocorreu interação entre os fatores estudados ($p=0,0019$) e nota-se que não houve diferença estatística entre as concentrações de amina avaliadas. Entretanto, a solubilidade dos materiais com diferentes composições variou de maneira distinta a depender da concentração de amina. Com 1% EDMAB, as médias de solubilidade variaram de 9,6% a 19,6%, com menor valor para TEGDMA + HEMA e maior para TEGDMA + álcool. Já para a concentração de 2% de amina, valores intermediários

foram associados à composição com presença de etanol enquanto que o material contendo apenas TEGDMA mostrou maior solubilidade.

Tabela 2. Médias (desvio-padrão), em %, para solubilidade de infiltrantes experimentais com diferentes composições e concentrações de amina terciária.

COMPOSIÇÃO	1% EDMAB	2% EDMAB
TEGDMA	15,6 (3,4) abA	22,7 (8,3) aA
TEGDMA + ÁLCOOL	19,6 (3,5) aA	15,8 (2,0) abA
TEGDMA + HEMA	9,6 (2,4) bA	12,0 (5,0) bA

Letras maiúsculas comparam linhas e letras minúsculas, colunas.

6. DISCUSSÃO

Sorção refere-se a quanto um material ganha em peso devido entrada de moléculas de água. Solubilidade é o inverso, ou seja, quanto um material perde em peso pela saída de monômeros e outras moléculas, após ser imerso em um meio aquoso. Tanto a sorção quanto a solubilidade são dependentes da composição química dos materiais resinosos (Chai *et al.*, 2004).

A solubilidade do material é muito relevante na sua indicação, pois clinicamente, pode levar à sua dissolução. Há a liberação de monômeros não reagidos ou subprodutos da degradação hidrolítica da matriz, que além de ter impacto na biocompatibilidade do material, criam zonas que aumentam a retenção de água, além dos efeitos deletérios às partículas inorgânicas. Dentre os monômeros, o TEGDMA é o monômero mais solúvel (Ortengren *et al.*, 2000). Os resultados obtidos no presente estudo, para a concentração de 2% de amina, associaram os maiores valores de solubilidade ao material contendo apenas TEGDMA na composição, comportamento justificado pelo alto caráter hidrófilo da molécula. Dessa forma, diante da provável ocorrência de maior degradação do polímero formado, maior foi a porcentagem de perda de massa após imersão em meio aquoso pela eluição dos produtos da degradação.

As características químicas, especialmente a hidrofília do polímero e as diferenças entre o parâmetro de solubilidade do polímero e o solvente, podem estar relacionados com a determinação da extensão em que um material se degrada no meio aquoso. A densidade das ligações cruzadas, a porosidade da rede polimérica e a quantidade da carga do polímero também exercem influência sobre a sorção e solubilidade da estrutura polimérica (Knobloch *et al.*, 2000).

Sendo assim, analisando os resultados obtidos, pôde-se observar que os materiais contendo associação de TEGDMA e HEMA mostraram menor taxa de sorção e solubilidade. Apesar de ambos monômeros apresentarem afinidade pela água, acredita-se que possa ter ocorrido uma interação entre eles, resultando em reforço

estrutural na cadeia polimérica formada, devido à presença do HEMA. Esses achados discordam do trabalho realizado por Knobloch e colaboradores (2000) no qual avaliaram cimentos de ionômero de vidro modificados por resina, cujo principal componente monomérico era o HEMA, e verificaram que estes exibiram entre 8 e 14% de absorção de água por peso. Acredita-se que a sua presença na composição do material tenha sido o principal motivo para a sorção e, conseqüente, expansão higroscópica.

A associação do TEGDMA/HEMA foi considerada positiva no presente estudo, entretanto, o mesmo não foi observado em relação à presença do álcool na composição dos materiais experimentais. O infiltrante 5 apresentou maior valor de solubilidade, o que pode ser atribuído à presença do solvente pois além de contribuir para a diluição do TEGDMA, favorecendo aumento no espaço intermolecular e dificultando a ligação entre os monômeros, pode também ter aumentado ainda mais a hidrofília do polímero formado, acarretando em maior degradação do material pela penetração de água.

Já em relação ao fator concentração de amina terciária, sabe-se que a dimetilaminoetil benzoato (EDMAB) é uma efetiva doadora de hidrogênio, mesmo em baixas concentrações (Lovell *et al.*, 2003). No presente estudo, as concentrações avaliadas de amina terciária foram 1% (grupos 1, 3 e 5) e 2% (grupos 2, 4 e 6), combinadas a 0,5% de CQ, e observou-se que não houve diferença entre as concentrações para nenhuma das condições testadas.

Diante desse resultado, sugere-se que o comportamento da amina, semelhante entre os grupos tanto para sorção quanto solubilidade, foi guiado pela pouca concentração do fotoiniciador. Aminas terciárias e canforoquinona agem em conjunto, sendo assim, se a concentração de CQ é pequena, a amina pode não ter sido tão bem aproveitada em relação a quantidade de TEGDMA presente, uma vez que este precisa ser polimerizado, pois a espontânea colisão e reação entre essas moléculas foi dificultada (Brandt *et al.*, 2010), ocasionando a sobra de monômeros não reagidos.

Diante do conteúdo exposto, acredita-se que novas pesquisas são necessárias a fim de aprofundar a investigação a respeito dos componentes dessa nova categoria de

materiais, na tentativa de estabelecer a melhor composição que agregue propriedades mecânicas satisfatórias, baixa degradação e bom desempenho clínico.

7. CONCLUSÃO

Após desenvolvimento do presente estudo, pode-se concluir que:

- A presença de solvente (álcool) e do monômero diluente (HEMA) influenciou o comportamento dos infiltrantes experimentais em relação ao material contendo apenas o monômero-base TEGDMA;
- A diferença de concentração de amina terciária não influenciou a sorção/ solubilidade dos materiais avaliados.

REFERÊNCIAS

1. 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;
2. Bishara SE, Ostby AW. White spot lesions: formation, prevention and treatment. Seminars in Orthodontics. 2008; 14(3):174-182;
3. Bratthall D, Hansel-Petersson G, Sundberg H. Reasons for the caries decline: what do the experts believe? Eur J Oral Sci. 1996;104:416-22;
4. Chai J, Takahashi Y, Hisama K, Shimizu H. Water sorption and dimensional stability of three glass fiber-reinforced composites. Int J Prosthodont. 2004; 17(2): 195-9;
5. Cook WD. Photopolymerization kinetics of dimethacrylates using the camphorquinone/amine initiator system. Polymer 1992;33:600–609;
6. Cury e Tenuta. Enamel remineralization: controlling the caries disease or treating the early caries lesions? Braz Oral Res Spec Issue, 2009;
7. 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;
8. Dermann K, Rupp NW, Brauer GM Effect of hydrophilic diluents on the properties of Crued composites. J Dent res. 1982 Nov: 61(11): 1250-4;
9. Dickens SH, Stansbury JW, Choi KM and Floyd CJE. Photopolymerization kinetics of methacrylate dental resins. Macromol. 2003; 36: 6043-6053;
10. 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;

11. Emami N, Söderholm KJ. Influence of light-curing procedures and photo-initiator/co-initiator composition on the degree of conversion of light-curing resins. *J MaterSciMater Med.* 2005;16(1):47-52;
12. Featherstone JDB. Prevention and reversal of dental caries: role of low level fluoride. *Community Dent Oral Epidemiol* 1999; 27: 31-40;
13. Fejerskov O, Kidd E. Cárie dentária. A doença e seu tratamento clínico: Editora Santos; 2005;
14. 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;
15. 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;
16. Horowitz HS, Heifetz SB, Poulsen S. Retenção e eficácia de uma única aplicação de um vedante adesivo na prevenção da cárie oclusal: relatório final após cinco anos de uma estudo em Kalispell, em Montana. *Jornal da American Dental Association*, 1977;95:1133-2119;
17. International Organization for Standardization. ISO 4049: Dentistry polymer – based filling, restorative and luting materials. Switzerland, 2000;
18. 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;
19. Jakubiak J, Allonas X, Fouassier JP, Sionlpwska A, Andrzejewska E, Linden LA, Rabek JF. Camphorquinone-amines photoinitiating system for the initiation of free radical polymerization. *Polymer* 2003;44:5219–5226;

20. Jenkins GN. Recent changes in dental caries. Br Med J 1985; 291: 1297-8;
21. Knobloch, L. A.; Kerby, R. E.; McMillen, K. & Clelland, N. - Oper. Dent., 25, p. 434 (2000);
22. Lovell LG Newman SM, Donaldson MM, Bowman CN
The effect of light intensity on double bond conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. Dent Mater. 2003;19(6):458-65;
23. Mejàre I, Stenlund H, Zelezny-Holmlund C. Caries incidence and lesion progression from adolescence to young adult-hood: a prospective 15-year cohort study in Sweden. Caries Res. 2004; 38(2):130–41;
24. Meyer-Lueckel H, Paris S, Mueller J, Colfen H, Kielbassa AM. Influence of the application time on the penetration of different dental adhesives and a fissure sealant into artificial subsurface lesion in bovine enamel. Dent Mater. 2006; 22(1):22–8;
25. 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;
26. 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;
27. Meyer-Lueckel H, Chatzidakis A, M Naumann, Dörfer CE, Paris Influência S. da época de aplicação na penetração de um infiltrant em naturais cárie em esmalte. Journal of Dentistry 2009; 40:663-81;
28. 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;

29. 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;
30. 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;
31. Narvai PC, Frazão P, Castellanos RA. Declínio da experiência de cárie dentária em dentes permanentes de escolares brasileiros ao final do século XX. *Odontologia e Sociedade* 1999;1:25-9;
32. Ortengren, U.; Elgh, U.; Spasenoska, V.; Karlsson, S.; Milleding, P. & Hassum, J. - *Int. J. Prosthodont.*, 13, p. 141 (2000);
33. Paris S, Meyer-Lueckel H, Mueller J, Hummel M, Kielbassa AM. Progression of sealed initial bovine enamel lesion under demineralizing conditions in vitro. *Caries Res* 2006; 40(2):124–9;
34. 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;
35. Park JG, Ye Q, Topp EM, Misra A, Spencer P. Water sorption and dynamic mechanical properties of dentin adhesives with a urethane-based multifunctional methacrylate monomer. *Dent Mater.* 2009 Dec;25(12):1569-75;
36. Park J, Eslick J, Ye Q, Misra A, Spencer P. The influence of chemical structure on the properties in methacrylate-based dentin adhesives. *Dent Mater.* 2011 Nov;27(11):1086-93;

37. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997 Apr; 105(2): 97-116;
38. 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;
39. Rueggeberg FA. From vulcanite to vinyl, a history of resins in restorative dentistry. *J Prosthet Dent*, 2002; 87:364-379;
40. 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.