



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

JANAINA EMANUELA DAMASCENO DOS SANTOS

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E DA
PROFUNDIDADE DE PENETRAÇÃO DE INFILTRANTES
EXPERIMENTAIS EM LESÕES SUPERFICIAIS EM ESMALTE
HUMANO**

Piracicaba
2019

JANAINA EMANUELA DAMASCENO DOS SANTOS

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E DA
PROFUNDIDADE DE PENETRAÇÃO DE INFILTRANTES
EXPERIMENTAIS EM LESÕES SUPERFICIAIS EM ESMALTE
HUMANO

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Mestra em Clínica Odontológica, na Área de Dentística.

Orientadora: Prof.^a Dra. Giselle Maria Marchi Baron

Este exemplar corresponde a versão final da dissertação defendida pela aluna Janaina Emanuela Damasceno dos Santos e orientada pela Prof.^a Dra. Giselle Maria Marchi Baron.

Piracicaba
2019

Agência(s) de fomento e nº(s) de processo(s): FAPESP, 2017/14378-6; CAPES, 1753097/2017-11

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2656-2434>

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Marilene Girello - CRB 8/6159

Santos, Janaina Emanuela Damasceno dos, 1990-
Sa59a Avaliação das propriedades físico-químicas e da profundidade de penetração de infiltrantes experimentais em lesões superficiais em esmalte humano / Janaina Emanuela Damasceno dos Santos. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2019.

Orientador: Giselle Maria Marchi Baron.
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Desmineralização. 2. Resinas compostas. 3. Pigmentação. 4. Esmalte dentário. I. Marchi, Giselle Maria, 1970-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Evaluation of physicochemical properties and penetration depth of experimental infiltrants on surface lesion in human enamel

Palavras-chave em inglês:

Demineralization

Composite resins

Pigmentation

Dental enamel

Área de concentração: Dentística

Titulação: Mestra em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Giselle Maria Marchi Baron [Orientador]

Andrea Araújo de Nóbrega Cavalcanti

Flávio Henrique Baggio Aguiar

Data de defesa: 08-02-2019

Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica

Identificação e informações acadêmicas e profissionais da aluna

- ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2656-2434>

- Currículo Lattes: <http://lattes.cnpq.br/2332756742946808>



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba**



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 08 de Fevereiro de 2019, considerou a candidata JANAINA EMANUELA DAMASCENO DOS SANTOS aprovada.

PROF^ª. DR^ª. GISELLE MARIA MARCHI BARON

PROF^ª. DR^ª. ANDREA ARAÚJO DE NÓBREGA CAVALCANTI

PROF. DR. FLÁVIO HENRIQUE BAGGIO AGUIAR

A Ata da defesa, assinada pelos membros da Comissão Examinadora, consta no SIGA/Sistema de Fluxo de Dissertação/Tese e na Secretaria do Programa da Unidade.

DEDICATÓRIA

A **Deus, Mãe Rainha e aos meus guias espirituais**, por nunca me desampararem, por guiarem meus passos e por iluminarem meu caminho em todas as decisões de minha vida.

A minha **família**, que sempre me apoiou e emanou boas energias para seguir sempre em frente.

A minha avó, **Joanita** (*in memoriam*), por ser minha eterna fonte de amor e fé, que sempre esteve ao meu lado, àquela que de onde estiver, está feliz pelo caminho que estou trilhando e torcendo pela minha felicidade.

A minha mãe, **Ercidia**, por ser exemplo de força e persistência. Por todo apoio e incentivo, por nunca deixar me abater diante das dificuldades. Ser de luz que ilumina minha vida e me cobre de amor e fé.

Ao meu pai, **Geraldo**, por tudo que fez e tem feito por mim. Por acreditar, incentivar e apoiar meus sonhos, e por permitir que consiga alcançá-los.

Ao meu irmão, **Gabriel**, meu amigo, minha fonte de alegria inesgotável, que sempre tem uma palavra de conforto e incentivo.

Ao meu namorado, **Felipe**, companheiro de vida, que mesmo com a distância me enche de amor, cuidado, atenção, carinho e que sempre me transmite muita paz. Obrigada por acreditar em meus sonhos e por sempre me incentivar.

Amo vocês!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À **Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron**, pela orientação durante esses anos. Sou imensamente grata por ter me acolhido e por ter acreditado em mim. Obrigada por ser além de professora e orientadora, por ser mãe e amiga, e ser sempre solícita e cuidadosa. Sua calma, carinho e atenção foram fundamentais para tornar essa caminhada mais leve. Seus conselhos e ensinamentos levarei para a vida.

À **Profa. Dra. Andrea Nóbrega Cavalcanti** da Escola Bahiana de Medicina e Saúde Pública, pelo exemplo de profissional e ser humano, pela confiança depositada durante toda a graduação. Obrigada por todo incentivo, por ter apresentado e despertado em mim o interesse em seguir o caminho fantástico que é a pesquisa científica, bem como a área da Dentística.

A minha amiga **Priscila Regis**, conterrânea e companheira de pesquisa e casos clínicos. Sou eternamente grata a sua amizade. Tê-la em Piracicaba tornou meus dias melhores e fez esquecer um pouco a distância de casa. Obrigada pela leveza de sua amizade, pelo carinho, atenção e por compartilhar todos os momentos dessa trajetória.

A minha amiga **Mariana Flor**, pelas palavras de incentivo, apoio, carinho e por ter me recebido tão bem em Piracicaba. Obrigada por todos os momentos vividos durante essa trajetória. Você transmite muita paz!

Aos meus amigos **Josué, Matheus, Rodrigo e Marco Túlio**, que me acolheram durante o período de adaptação em Piracicaba. Obrigada por todos os momentos vividos. Vocês foram essenciais durante essa trajetória!

Aos meus amigos de Salvador, que torcem por mim e independentemente da distância sempre me recebem de braços abertos.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), na pessoa do Magnífico Reitor, **Prof. Dr. Marcelo Knobel**.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, nas pessoas do diretor **Prof. Dr. Francisco Haiter Neto** e do diretor associado **Prof. Dr. Flávio H. Baggio Aguiar**.

À **Profa. Dra. Karina Gonzales Silvério Ruiz**, coordenadora dos cursos de Pós-Graduação e ao **Prof. Dr. Valentim Adelino Ricardo Barão**, coordenador do Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica.

Aos Professores da Área de Dentística, **Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron**, **Profa. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima**, **Profa. Dra. Vanessa Cavalli Gobbo**, **Prof. Dr. Flávio H. Baggio Aguiar**, **Prof. Dr. Luis Alexandre M. S. Paullilo**, **Prof. Dr. Luís Roberto M. Martins** e **Prof. Dr. Marcelo Giannini**, por todos os conhecimentos transmitidos durante o mestrado.

Aos professores **Profa. Dra. Regina Maria Puppini Rontani**, **Profa. Dra. Vanessa Cavalli Gobbo**, **Profa. Dra. Carolina Bosso André**, por terem participado como banca de qualificação e pelas relevantes considerações feitas neste trabalho.

Aos professores **Profa. Dra. Andrea Nóbrega Cavalcanti** e **Prof. Dr. Flávio H. Baggio Aguiar**, pelo aceite em participar como banca de defesa deste trabalho.

Ao **Prof. Dr. Roberto Ruggiero Braga**, da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo – FOUASP, por ter permitido utilizar o equipamento de seu laboratório para a realização de um dos testes deste trabalho.

Aos colegas de orientação, **Priscila**, **Marco Túlio**, **Mariana**, **Caroline** e **Diogo** pelos conhecimentos compartilhados durante os momentos vividos na clínica e pré-clínica.

À **Mariana, Karen, Camila, Pâmela e Natália**, por compartilhar o primeiro ano de moradia em Piracicaba.

À **Caroline Mathias** pelo auxílio durante a elaboração do projeto.

Ao colega **Gabriel Abuna**, pelo auxílio durante a execução do teste de Microscopia Confocal.

Aos colegas do curso de Mestrado, **Priscila, Marco Túlio, Matheus, Danielle, Maria, Larissa, Enrico, Giovana, Jorge, Beatriz, Joyce e Marcela**, e Doutorado, **Daylana, Maicon, Renata, Rodrigo, Laura, Caroline, Mariana, Bruna, Mayara N., Mayara Z. e Josué**, por todos os momentos vividos dentro e fora da FOP.

O presente trabalho foi realizado com apoio da **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001**.

O presente trabalho foi realizado com apoio da **Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP**, processo: 2017/14378-6.

*“O fardo é proporcional às forças, como a recompensa será proporcional
à resignação e à coragem.”*

Allan Kardec

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a profundidade de penetração, a estabilidade de cor, a resistência coesiva e o grau de conversão de diferentes infiltrantes experimentais, comparando-os ao infiltrante comercial Icon®. Foram utilizados blocos de esmalte de molares humanos infiltrados para as avaliações de profundidade de penetração e estabilidade de cor. Esses foram submetidos à simulação de lesão superficial em solução desmineralizante (DES) com pH: 4,5. Após, os corpos de prova foram divididos em grupos para aplicação dos infiltrantes: IC (Icon®), E (Experimental: 25% BisEMA + 75% TEGDMA); ED (Experimental + 0,5% DFI), EH (Experimental + 10% HEMA), EHD (Experimental + 10% HEMA + 0,5% DFI); EEt (Experimental + 10% Etanol) e EEtD (Experimental + 10% Etanol + 0,5% DFI). Os blocos de esmalte foram infiltrados pelos materiais e submetidos à análise da profundidade de penetração por meio da microscopia confocal de varredura a laser (MCVL). Para estabilidade de cor, os blocos de esmalte foram imersos em 3 soluções: controle (água deionizada), café e vinho tinto, por 7 dias, em estufa a 37°C para posterior avaliação através da espectrofotometria. Para a avaliação de resistência coesiva, corpos de prova dos infiltrantes em formato de palitos foram confeccionados e submetidos ao teste de microtração. Para avaliação do grau de conversão, corpos de prova dos infiltrantes em forma de discos, foram submetidos à espectroscopia de infra-vermelho (FTIR) para registro do pico de absorção do metacrilato antes e após a polimerização. Os dados foram tabulados e analisados por modelos lineares generalizados. As análises foram realizadas no programa R, considerando o nível de significância de 5%. Os resultados mostraram que para profundidade de penetração, não houve diferença estatística entre os grupos estudados ($p > 0,05$). Para avaliação da estabilidade de cor, todos os grupos estudados pigmentaram quando submetidos a pigmentação com o café e vinho tinto, sendo para o café significativamente maior para os blocos de esmalte infiltrados com EH ($p < 0,05$), e o infiltrante IC, quando pigmentado com vinho tinto, apresentou a maior alteração de cor ($p < 0,05$). Na resistência coesiva, o infiltrante EH apresentou maior resistência e os infiltrantes IC e ED menor, diferindo estatisticamente dos demais grupos estudados ($p < 0,05$). O grupo IC apresentou menor grau de conversão, só não diferindo estatisticamente do ED. O grupo EEtD maior grau de conversão, diferindo significativamente dos demais grupos de infiltrantes ($p < 0,05$). A

presença apenas do solvente HEMA afetou negativamente a pigmentação com café, e o Icon® apresentou maior alteração de cor com o vinho tinto. A presença apenas do solvente HEMA afetou positivamente a resistência coesiva do infiltrante estudado. Além disso, a adição do solvente etanol associado ao DFI aumentou o grau de conversão do infiltrante.

Palavras-chaves: Desmineralização. Resinas compostas. Pigmentação. Esmalte dentário.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the penetration depth, color stability, cohesive strength and degree of conversion of different experimental infiltrants, comparing them to the commercial infiltrant Icon®. Enamel blocks of infiltrated human molar were used for evaluation of penetration depth and color stability. The blocks were submitted to simulation of superficial lesion in demineralizing (DES) solution with pH=4.5. After that, the specimens were divided into groups for infiltrants application: IC (Icon®), E (Experimental: 25% BisEMA + 75% TEGDMA); ED (Experimental + 0,5% DFI), EH (Experimental + 10% HEMA), EHD (Experimental + 10% HEMA + 0,5% DFI); EEt (Experimental + 10% Ethanol) e EEtD (Experimental + 10% Ethanol + 0,5% DFI). The enamel blocks were infiltrated by the materials and submitted to penetration depth analysis by confocal laser scanning microscopy. For color stability, the blocks were immersed in 3 solutions: control (dieionized water), coffee and red wine, for 7 days at 37°C for further evaluation by spectrophotometry. For the evaluation of cohesive strength, specimens of infiltrants in sticks were prepared and submitted to the microtensile test. For the evaluation of degree of conversion, disc-shaped infiltrants were prepared and the absorption peak of methacrylate was registered before and after polymerization. Data were tabulated and analyzed by generalized linear models. The analyzes were performed in R program, considering 5% of significance level. The results showed that for depth penetration, there was no statistical difference between groups ($p > 0.05$). In order to evaluate the color stability, all groups pigmented when submitted to pigmentation with coffee and red wine, and coffee was significantly higher for the enamel blocks infiltrated with HD ($p < 0.05$), and the IC infiltrant, when pigmented with red wine, showed the greatest color change ($p < 0.05$). Cohesive resistance results showed that EH infiltrant presented the highest resistance and the infiltrating IC and ED the lowest one, differing statistically from the other groups ($p < 0.05$). The IC group had the lowest conversion degree, but it did not differ statistically from the ED. The EEtD group had the highest conversion degree, differing significantly from the other groups of infiltrants ($p < 0.05$). The presence of only HEMA solvent negatively affected the pigmentation with coffee, and Icon® showed a greater color change with red wine. The presence of only HEMA solvent positively affected the cohesive strength of the studied infiltrate. In addition, the

addition of ethanol solvent associated with DFI increased the degree of conversion of the infiltrant.

Keywords: Demineralization. Composite resins. Pigmentation. Tooth enamel.

SUMÁRIO

| | |
|--|----|
| 1 INTRODUÇÃO | 15 |
| 2 REVISÃO DA LITERATURA | 19 |
| 3 PROPOSIÇÃO | 25 |
| 4 MATERIAL E MÉTODOS | 26 |
| 4.1 Delineamento experimental | 26 |
| 4.2 Formulação dos infiltrantes | 27 |
| 4.3 Preparo dos corpos de prova de esmalte humano para os testes de profundidade de penetração e estabilidade de cor | 28 |
| 4.4 Simulação da lesão superficial em esmalte | 29 |
| 4.5 Avaliação da profundidade de penetração | 30 |
| 4.6 Avaliação da estabilidade de cor | 33 |
| 4.7 Avaliação da resistência coesiva | 34 |
| 4.8 Avaliação do grau de conversão | 35 |
| 4.9 Análise estatística | 36 |
| 5 RESULTADOS | 37 |
| 5.1 Profundidade de penetração | 37 |
| 5.2 Estabilidade de cor | 41 |
| 5.3 Resistência coesiva | 43 |
| 5.4 Grau de conversão | 44 |
| 6 DISCUSSÃO | 45 |
| 7 CONCLUSÃO | 51 |
| REFERÊNCIAS | 52 |
| ANEXOS | 58 |
| ANEXO I – COMITÊ DE ÉTICA | 58 |
| ANEXO II – RELATÓRIO DE ORIGINALIDADE | 59 |

1 INTRODUÇÃO

A cárie dental continua sendo a manifestação clínica oral mais comum que acomete a sociedade (Ceci et al 2017; Meyer-Lueckel e Paris 2008a; Park et al 2011). Caracterizada pela perda mineral do tecido dentário, as lesões iniciais de cárie em esmalte são caracterizadas por manter a camada superficial aparentemente intacta (Ceci et al 2017; Meyer-Lueckel et al 2007; Meyer-Lueckel e Paris 2008b; Paris et al 2007). Vários são os fatores de risco que estão relacionados ao aparecimento dessas lesões, como: desequilíbrio no fator desmineralização-remineralização (DES-RE), presença de biofilme cariogênico e higiene oral deficiente (Ceci et al 2017; Meyer-Lueckel et al 2007; Meyer-Lueckel e Paris 2008a; Meyer-Lueckel e Paris 2008b; Paris et al 2007a).

Diante de um quadro inicial de lesão de cárie em esmalte, a técnica de primeira eleição, a qual envolve tratar esse tipo de lesão, é a promoção da remineralização da estrutura dental (Ceci et al 2017; Paris et al 2007a). Dentre os tratamentos disponíveis a aplicação de flúor, selantes ionoméricos e vernizes fluoretados, são exemplos de métodos comumente utilizados como estratégias não operatórias (Meyer-Lueckel e Paris 2008a; Paris et al 2007b; Silva et al 2018). Porém, outros métodos conservadores têm sido utilizados. A técnica de infiltração de resina hidrofílica fotopolimerizável de baixa viscosidade, tem sido bastante estudada nos últimos anos por conseguir preencher a zona desmineralizada (Ceci et al 2017; Meyer-Lueckel e Paris 2008a; Paris et al 2007a). Por ser uma alternativa que busca promover a estabilidade da lesão não cavitada, diferentemente dos materiais restauradores, além de inibir a difusão das bactérias e preservar a estrutura remanescente sadia até o terço mais externo da dentina, esse tipo de tratamento pode ser enquadrado no modelo da Odontologia minimamente invasiva (Ceci et al 2017; Meyer-Lueckel et al 2007; Meyer-Lueckel e Paris 2008a; Paris et al 2007a; Paris e Meyer-Lueckel 2009).

Alguns estudos *in vitro* que avaliaram a capacidade de penetração desse infiltrante resinoso revelaram bons resultados relacionada ao preenchimento da zona de lesão de cárie induzida (Araújo et al 2013; Araújo et al 2015; Ceci et al 2017; Meyer-Lueckel e Paris 2010; Paris et al 2013). Atualmente, existe apenas um infiltrante sendo comercializado, o Icon®, DMG, Alemanha (Gelani et al 2014; Golz et al 2016; Meyer-Lueckel e Paris 2008b; Paris e Meyer-Lueckel 2010; Paris et al

2013) o qual, segundo o fabricante, é composto basicamente por trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA), iniciadores e aditivos, sendo o TEGDMA um monômero de baixo peso molecular e baixa viscosidade (Gelani et al 2014; Golz et al 2016). Outros estudos que utilizam infiltrantes experimentais com a mesma base monomérica, estão sendo desenvolvidos a fim de avaliar a capacidade de penetração desses materiais quando comparados ao comercialmente disponível (Gelani et al 2014; Golz et al 2016; Paris et al 2007a).

A alteração de cor de um material é um fator de estudo importante. Assim como qualquer material presente no ambiente bucal, os infiltrantes estão sujeitos à degradação e à pigmentação (Al-Samadani 2013; Anfe et al 2011; Awliya et al 2010). A partir do que é proposto pelo infiltrante, de conseguir penetrar em manchas brancas e conseqüentemente mascará-las, é sugestivo que o mesmo possa garantir resultados estéticos satisfatórios quando acomete superfícies lisas nas regiões vestibulares, principalmente nos casos de pós-tratamento ortodôntico, não apenas imediatamente após o tratamento da superfície, mas também em longo prazo (Ceci et al 2017; Gelani et al 2014; Gonulol e Yilmaz 2012). Porém, se as lesões cariosas infiltradas ficarem manchadas ao longo do tempo, o resultado estético do tratamento ficaria comprometido (Ceci et al 2017; Gelani et al 2014; Gonulol e Yilmaz 2012). Alguns estudos relatam que compósitos a base de TEGDMA, por ser um material hidrofílico, ou seja, apresenta uma maior capacidade de sorção de água, é capaz de absorver também fluidos com pigmentos, como por exemplo café e vinho, resultando assim em alteração de cor do material (Gonulol e Yilmaz 2012; Kerby et al 2009; Kim et al 2013; Martino et al 2010). Além disso, materiais resinosos podem liberar maior quantidade de monômeros residuais em meio aquoso, podendo então apresentar menor estabilidade cromática (Gonulol e Yilmaz 2012; Kim et al 2013). No entanto, a adição do BisEMA (etoxi bisfenol A glicidil dimetacrilato) o qual é menos propenso à sorção em água, proporciona maior estabilidade de cor quando comparado ao TEGDMA (Gonçalves et al 2009; Gonulol e Yilmaz 2012; Kim et al 2013).

Alguns autores sugerem a adição de BisEMA aos infiltrantes experimentais, uma vez que este é considerado um monômero mais hidrofóbico que o TEGDMA e possui baixa viscosidade (Golz et al 2016; Paris et al 2007a; Paris e Meyer-Lueckel 2010; Paris et al 2013). Ainda, pode resultar em propriedades satisfatórias após a polimerização, além de um elevado coeficiente de penetração

(Golz et al 2016; Paris et al 2007a; Paris e Meyer-Lueckel 2010; Paris et al 2013). Um outro fator que pode auxiliar na obtenção de bons resultados é a adição de um solvente, como etanol, pois apesar de apresentar o risco de comprometer as propriedades mecânicas, pode apresentar um maior grau de profundidade de penetração (Araújo et al 2013; Araújo et al 2015; Gonçalves et al 2009; Paris et al 2007a; Schwendicke et al 2015). Adicionalmente, alguns infiltrantes contendo 2-hidroxi-etilmetacrilato (HEMA), que possui alto peso molecular e baixa viscosidade, pode ser utilizado com o objetivo de aumentar a infiltração monomérica (Gonçalves et al 2009; Paris et al 2012; Park et al 2011; Paris et al 2007; Schwendicke et al 2015).

Por outro lado, por mais que a presença de solventes possa comprometer as propriedades mecânicas dos infiltrantes, tal efeito tem diminuído com a presença de hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI) (Andrade et al 2016; Dressano et al 2016; Gonçalves et al 2013; Mathias et al 2018; Ogliari et al 2007; Ogliari et al 2008). A adição de sistemas fotoiniciadores ternários tem sido utilizada com a finalidade de melhorar o potencial de polimerização desses materiais e, conseqüentemente, melhorar suas propriedades mecânicas (Ogliari et al 2007; Ogliari et al 2008; Paris e Meyer-Lueckel 2009), pois a capacidade do DFI de se ligar à canforoquinona (CQ) e ao dimetilaminoetil benzoato (EDAB) têm mostrado resultados promissores (Andrade et al 2016; Dressano et al 2016; Gonçalves et al 2013; Mathias et al 2018; Ogliari et al 2007; Ogliari et al 2008).

O radical amina gerado, a partir da excitação entre a CQ e EDAB pode reagir com DFI e, assim, quebrar a ligação carbono-iodo no qual gera um radical fenil reativo. Esses radicais podem, ainda, reagir com aminas residuais, gerando um novo radical livre de amina que permite iniciar e aumentar a reação de polimerização (Andrade et al 2016; Dressano et al 2016; Gonçalves et al 2013; Mathias et al 2018; Ogliari et al 2007; Song et al 2016).

Com isso, as dúvidas que definiram esse estudo estão relacionadas à importância de avaliar se os infiltrantes experimentais contendo etanol, HEMA e DFI em relação à capacidade de penetrar mais profundamente em superfície de esmalte afetada por lesão superficial. Além disso, avaliar a estabilidade cromática desses infiltrantes quando submetidos à diferentes soluções pigmentantes, como também,

caracterizar os materiais experimentais por meio da resistência coesiva e grau de conversão.

Com base em estudos anteriores, ainda não foram observados resultados a partir de experimentos *in vitro* em esmalte humano utilizando infiltrantes experimentais contendo o DFI em sua composição e evidenciando seus efeitos. Dessa maneira, faz-se necessário avaliar propriedades físicas das formulações de infiltrantes propostas, assegurando sua viabilidade, bem como a profundidade de penetração e a estabilidade de cor de infiltrantes experimentais com a adição de solventes HEMA e etanol quando comparados ao infiltrante comercial Icon®, tendo em vista o potencial terapêutico dos infiltrantes.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Clinicamente caracterizada como lesões de mancha branca (MB), as lesões de cárie inicial são oriundas da perda superficial mineral sem cavitação devido ao desequilíbrio do ciclo de desmineralização (DES) e remineralização (RE) da estrutura dental (Ceci et al 2017; Dinesh et al 2017; Meyer-Lueckel et al 2007; Meyer-Lueckel e Paris 2008a; Paris et al 2007a). Apesar dos inúmeros fatores de risco relacionados ao aparecimento dessas lesões como a presença de biofilme cariogênico, higiene oral deficiente e dieta inadequada (Ceci et al 2017; Meyer-Lueckel et al 2007; Meyer-Lueckel e Paris 2008a; Meyer-Lueckel e Paris 2008b; Paris et al 2007a), alguns tratamentos como a remoção mecânica da estrutura acometida e remineralização química como a exemplo do flúor, são considerados eficientes (Meyer-Lueckel e Paris 2008a; Paris e Meyer-Lueckel 2010).

A técnica microinvasiva de infiltração de resina de baixa viscosidade em lesão inicial de cárie foi adicionada às técnicas operatórias com intuito de mudar o paradigma do tratamento da lesão de cárie inicial, o qual passou da intervenção restauradora, para os casos onde há progressão e necessidade de preparo cavitário, para a minimamente invasiva, onde se analisa a lesão, sua extensão e a prevenção dessa extensão (Dinesh et al 2017; Meyer-Lueckel e Paris 2008b; Paris et al 2007a; Paris et al 2013). Essa técnica conservadora, visa a não remoção de tecido duro e sim a infiltração de uma resina de baixa viscosidade no interior da lesão a fim de paralisar a sua extensão (Davila et al 1975; Meyer-Lueckel e Paris 2008b; Paris et al 2007a; Paris et al 2013).

Alguns estudos relataram que a indução de lesões de cárie iniciais pode ser parcialmente infiltrada por adesivos e selantes disponíveis comercialmente (Davila et al 1975; Muller et al 2006) fazendo com que essas lesões não progridam em ambiente cariogênico (Muller et al 2006; Paris et al 2007a). Porém, para melhorar as habilidades de penetração das resinas, pesquisadores avaliaram materiais com maiores coeficientes de penetração (Paris et al 2007a; Paris e Meyer-Lueckel 2010). Essa terapia utilizando resinas fotopolimerizadoras de baixa viscosidade tem como mecanismo de ação conseguir infiltrar em lesões de cárie subsuperficiais (Dinesh et a 2017; Meyer-Lueckel et al 2007; Meyer-Lueckel e Paris 2008b; Paris et al 2007a; Paris e Meyer-Lueckel 2010). Assim, através das

porosidades superficiais causadas pelas lesões em esmalte, essas resinas atuam com o intuito de tentar ocluí-las tentando preencher mais profundamente toda a zona desmineralizada, impedindo a mecânica interna dos fluidos, já que essas porosidades atuam como vias de difusão de ácidos e minerais dissolvidos, além de contribuir com a estabilização da progressão da cárie por garantir um selamento superficial (Dinesh et al 2017; Meyer-Lueckel et al 2007; Paris et al 2007a; Paris et al 2013).

Estudos que avaliaram a capacidade de penetração da resina fotopolimerizável de baixa viscosidade, identificaram bons resultados (Araújo et al 2013; Kerby et al 2009; Meyer-Lueckel e Paris 2008b), já que a profundidade de penetração está relacionada à capacidade dos materiais de dificultar a progressão de lesões artificiais *in vitro*, onde conseguem preencher mais profundamente a zona desmineralizada, podendo então ser denominadas “infiltrantes” (Meyer-Lueckel e Paris 2008b; Paris et al 2007a; Paris e Meyer-Lueckel 2010). Atualmente, apenas um infiltrante vem sendo comercializado, o Icon®, DMG - Alemanha (Gelani et al 2014; Golz et al 2016; Meyer-Lueckel e Paris 2008b; Paris e Meyer-Lueckel 2010; Paris et al 2013) que segundo o fabricante é composto por trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA), iniciadores e aditivos; sendo o TEGDMA um monômero de baixo peso molecular e baixa viscosidade (Gelani et al 2014; Golz et al 2016; Gonulol e Yilmaz 2012; Kerby et al 2009; Kim et al 2013; Martino et al 2010; Van Landuyt et al 2007). Comparado a outros materiais, a exemplo do verniz com flúor, selante de fósulas e fissuras e adesivos, o infiltrante apresentou uma maior profundidade de penetração, bem como pareceu ser promissor no controle da progressão de uma lesão cáriosa primária (Meyer-Lueckel e Paris 2008a). Além disso, demonstrou que sua penetração melhora significativamente a microdureza e resistência à desmineralização das lesões de esmalte (Paris et al 2013). Adicionalmente, alguns estudos sugerem que materiais à base de TEGDMA apresentam adequadas características para um material infiltrante pelo seu alto grau de conversão (Araújo et al 2013; Golz et al 2016; Gonçalves et al 2009; Paris et al 2007a; Paris e Meyer-Lueckel 2010; Paris et al 2013), mesmo sendo um monômero hidrofílico que pode vir a sofrer degradação no ambiente bucal (Gonulol e Yilmaz 2012; Kerby et al 2009; Kim et al 2013; Martino et al 2010; Paris e Meyer-Lueckel 2010). A exemplo de um estudo realizado em 2013 (Araújo et al 2013), os autores

evidenciaram que infiltrantes experimentais que continham elevadas concentrações de TEGDMA, possuíam maiores valores de grau de conversão, que foram estatisticamente semelhantes ao infiltrante comercial Icon®.

Alguns estudos, no entanto, sugerem a adição de etoxi bisfenol A glicidil dimetacrilato (BisEMA) aos infiltrantes experimentais, que são considerados monômeros mais hidrofóbicos com menor viscosidade que o TEGDMA, o que poderia resultar em propriedades satisfatórias após a polimerização, além de uma elevada profundidade de penetração (Araújo et al 2013; Araújo et al 2015; Golz et al 2016; Gonçalves et al 2009; Paris et al 2007a; Paris e Meyer-Lueckel 2010; Paris et al 2013). Além disso, o BisEMA pode aumentar as características hidrofóbicas do infiltrante, já que o material mais hidrofóbico tende a degradar menos em meio bucal (Araújo et al 2013). Em contrapartida, em um estudo realizado em 2009 (Gonçalves et al 2009), os materiais que continham BisEMA apresentaram os menores valores de grau de conversão quando comparados aos que continham TEGDMA.

Outro fator em estudo que está relacionado à obtenção de uma maior profundidade de penetração refere-se à adição de solventes a exemplo do Etanol e 2-hidroxi-etilmetacrilato (HEMA) (Araújo et al 2013; Araújo et al 2015; Kerby et al 2009; Mathias et al 2018; Ogliari et al 2008). Em um estudo realizado por Paris et al (2007a), os autores identificaram que os infiltrantes experimentais contendo HEMA, TEGDMA e etanol apresentaram as maiores profundidades de penetração, portanto, poderiam ser promissores para a melhor penetração na lesão de cárie. Alguns estudos têm sugerido a adição do etanol como solvente em infiltrantes experimentais, com o objetivo de melhorar a penetração do material no corpo da lesão cariosa (Meyer-Lueckel e Paris 2010; Paris et al 2012b; Schwendicke et al 2015). Diferentemente dos adesivos dentários que contém o etanol e são volatizados antes da fotopolimerização pela fina camada aplicada, além da secagem com ar, os infiltrantes experimentais contendo o mesmo solvente, conseguem penetrar pela profundidade da lesão sendo improvável a evaporação antes da polimerização (Meyer-Lueckel e Paris 2010). No entanto, outros estudos relataram limitações na adição de etanol em elevadas concentrações, que afetou negativamente algumas propriedades de infiltrantes experimentais como o grau de conversão, profundidade de penetração e resistência à tração (Araújo et al 2013; Araújo et al 2015; Paris et al 2012a; Paris et al 2012b).

Já em relação a utilização do solvente HEMA, recentemente adicionado aos infiltrantes experimentais, tem também como objetivo melhorar a infiltração dos componentes, tendo como base os princípios do seu mecanismo de ação nos adesivos dentários (Araújo et al 2013; Araújo et al 2015). Por ser hidrofílico e de baixo peso molecular, esse solvente funciona como agente de diluição tentando garantir uma mistura homogênea dos componentes hidrofílicos e hidrofóbicos da solução (Collares et al 2011; Van Landuyt et al 2007). Ao mesmo tempo, devido à hidrofiliabilidade e seu baixo peso molecular, o HEMA em altas concentrações pode afetar negativamente as propriedades mecânicas de um material, sendo então indicado em menores proporções (Collares et al 2011). No entanto, um estudo realizado em 2013 (Araújo et al 2013), que avaliaram as propriedades e profundidade de penetração de infiltrantes experimentais contendo ou não HEMA, mostrou que os maiores valores de grau de conversão foram obtidos nos grupos que não continham esse solvente. Enquanto que os menores valores estavam relacionados aos infiltrantes experimentais que continham etanol e HEMA em uma elevada concentração. Adicionalmente, a incorporação do HEMA como solvente, bem como do etanol neste estudo não foram capazes de melhorar a profundidade de penetração dos infiltrantes experimentais.

Porém, mesmo diante das limitações apresentadas pela adição dos solventes, estudos têm avaliado a adição de sistemas fotoiniciadores ternários com a finalidade de melhorar o potencial de polimerização dos materiais que, conseqüentemente, resultaria em melhora das suas propriedades mecânicas (Ogliari et al 2007; Ogliari et al 2008; Paris e Meyer-Lueckel 2009). Geralmente, o sistema iniciador é obtido pela combinação entre a canforoquinona (CQ) e uma amina para que ocorra a reação. Mas é importante ressaltar que o infiltrante tem sido utilizado também como tratamento estético para mascarar lesões de mancha branca aparente (Gugnani et al 2012; Gugnani et al 2014; Meyer-Lueckel et al 2012). Logo, é sugerido utilizar concentrações mínimas de CQ, devido a sua coloração amarelada que pode vir a comprometer a estética dental (Ceci et al 2017; Gelani et al 2014; Gonulol e Yilmaz et al 2012).

Não há relatos na literatura que limitem o uso do infiltrante em relação a idade do paciente. Sendo assim, a utilização de resina infiltrante mostrou bom potencial em alguns estudos para melhorar a aparência das áreas estéticas

desmineralizadas (Paris e Meyer-Lueckel 2010; Borges et al 2014; Paris et al 2010a; Paris et al 2010b). Porém, embora o Icon® apresente efeito imediato eficiente para mascarar a lesão de mancha branca vestibular, a durabilidade do seu efeito bem como sua pigmentação é controversa e precisa de mais estudos (Silva et al 2018; Borges et al 2017). Adicionalmente, um estudo realizado em 2014 (Rey et al 2014) que comparou o Icon® a outros materiais, mostrou que o infiltrante comercial apresentou elevado potencial de pigmentação para diferentes corantes, e o mesmo foi visto em outros estudos (Ceci et al 2017; Borges et al 2014; Araújo et al 2015b; Silva et al 2018; Rey et al 2014). Diante da confirmação de pigmentação do infiltrante, avaliando então a possibilidade de remover o manchamento causado pelos corantes, alguns autores avaliaram os tratamentos de superfície para remoção, como o polimento (Borges et al 2014; Paris e Meyer-Lueckel 2009; Leland et al 2016) e o clareamento (Araújo et al 2015b).

Uma amina terciária que pode ser utilizada combinada à CQ, é o dimetilamietil benzoato (EDAB). O EDAB possui um elevado potencial de doação de elétrons para a CQ no estado excípleto. Adicionalmente, o hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI) também tem sido considerado favorável à diminuição dessas limitações (Mathias et al 2018). A partir da excitação entre a CQ e o EDAB que gera radical amina, o DFI consegue interagir com esse radical e quebrar a ligação carbono-iodo gerando um radical fenil reativo. Esse radical pode permitir a formação de maior quantidade de radicais livres devido à sua reação com as aminas residuais, permitindo iniciar, melhorar e aumentar a reação de polimerização de metacrilatos (Andrade et al 2016; Golz et al 2016; Gonçalves et al 2013; Ogliari et al 2008; Song et al 2016).

No estudo realizado por Ogliari et al (2007) onde avaliaram adesivos experimentais contendo no sistema fotoiniciador, um sal de ônio, uma amina terciária e CQ, os resultados demonstraram que a associação entre CQ, DFI e EDAB obtiveram maior cinética de polimerização e maior valores de grau de conversão, e que independentemente da concentração de DFI, os valores para o grau de conversão foram semelhantes após fotopolimerização. Já no estudo realizado em 2013 (Gonçalves et al 2013), onde foi avaliada a adição de diferentes concentrações de DFI em sistemas fotoiniciadores contendo 1mol% de CQ, foi observado que mesmo em baixas concentrações, a adição do sal de ônio foi capaz de aumentar a

reatividade dos cimentos experimentais estudados. Além disso, o estudo revelou que a concentração de 0,5% do sal DFI pareceu ser a mais favorável para o material estudado.

Dressano et al (2016), avaliaram em seu estudo a influência do DFI nas propriedades de adesivos experimentais contendo HEMA e Etanol como solventes associado à CQ e EDAB e obtiveram como resultado que o DFI aumentou o grau de conversão de todos os materiais na concentração de 1mol% e a resistência coesiva com o solvente etanol; e a 0,5mol% houve aumento da resistência coesiva quando associado ao solvente HEMA. Mathias et al (2018) descreveram resultados semelhantes aos estudos anteriores. Os infiltrantes experimentais contendo diferentes concentrações de DFI, além da adição dos solventes etanol e HEMA, e sistema fotoiniciador CQ e EDAB, evidenciaram que na concentração de 0,5mol% de DFI, os infiltrantes experimentais apresentaram os melhores resultados para as propriedades testadas, além de compensar os efeitos deletérios dos solventes.

Com isso, considerando que a incorporação de DFI e solventes como HEMA e etanol podem ser considerados uma alternativa viável para obtenção de resultados satisfatórios como melhores propriedades mecânicas bem como maior coeficiente de penetração, mais estudos são necessários para avaliação da eficácia desses componentes aos infiltrantes experimentais.

3 PROPOSIÇÃO

O presente estudo teve como objetivo avaliar a profundidade de penetração, estabilidade de cor, resistência coesiva e o grau de conversão de infiltrantes experimentais, contendo sistema fotoiniciador ternário e solventes, em lesões superficiais simuladas em esmalte humano quando comparado ao infiltrante comercial Icon®.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Delineamento experimental

Unidades experimentais:

Blocos de esmalte humano infiltrados submetidos à simulação de lesão superficial em esmalte; e palitos e discos dos infiltrantes.

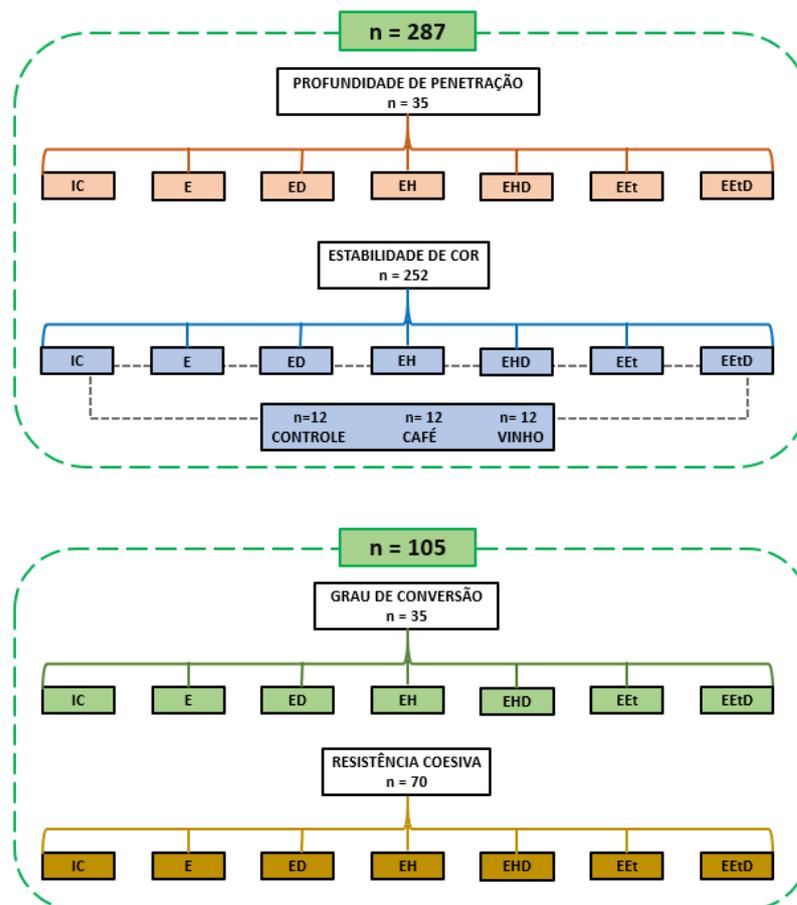
Fatores de estudo:

Infiltrante comercial Icon® (Controle), infiltrantes experimentais em 6 níveis, e corantes em 2 níveis (café e vinho tinto).

Variáveis de resposta (Figura 1):

Profundidade de penetração, estabilidade de cor, grau de conversão e resistência coesiva.

Figura 1. Distribuição dos grupos nas variáveis do estudo.



IC: Icon®; **E:** 25% BisEMA, 75% TEGDMA; **ED:** 25% BisEMA, 75% TEGDMA, 0,5 mol% DFI; **EH:** 25% BisEMA, 75% TEGDMA, 10% HEMA; **EHD:** 25% BisEMA, 75% TEGDMA, 10% HEMA, 0,5 mol% DFI; **EEt:** 25% BisEMA, 75% TEGDMA, 10% Etanol; **EEtD:** 25% BisEMA, 75% TEGDMA, 10% Etanol, 0,5 mol% DFI.

4.2 Formulação dos infiltrantes

Os infiltrantes experimentais foram manipulados em laboratório sob umidade e temperatura controlada de 25°C e iluminação de cor amarela, tendo como bases monoméricas as seguintes composições: 25% BisEMA e 75% TEGDMA; 25% BisEMA, 75% TEGDMA e 10% HEMA; 25% BisEMA, 75% TEGDMA e 10% Etanol. A estes 3 grupos de bases monoméricas foi adicionado ou não o hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI) na concentração de 0,5 mol%. Sendo assim, foram obtidos 6 grupos de infiltrantes experimentais, de acordo com a tabela 1. Além disso, foram adicionadas a todos os grupos experimentais, como sistema fotoiniciador, a canforoquinona (CQ) a 0,5 mol% e 1 mol% de amina terciária dimetilaminoetil benzoato (EDAB). Após manipulação, os grupos foram homogeneizados em agitador magnético (Novainstruments Equipamentos para Laboratórios Ltda. NI1100, Piracicaba – SP) por 10min.

Tabela 1. Distribuição e classificação dos grupos experimentais de acordo com a composição dos infiltrantes.

| GRUPOS DE INFILTRANTES | COMPOSIÇÃO |
|-------------------------------|--|
| IC | Icon® - Resina à base de TEGDMA, iniciadores – aditivos* |
| E | 25% BisEMA, 75% TEGDMA |
| ED | 25% BisEMA, 75% TEGDMA, 0,5 mol% DFI |
| EH | 25% BisEMA, 75% TEGDMA, 10% HEMA |
| EHD | 25% BisEMA, 75% TEGDMA, 10% HEMA, 0,5 mol% DFI |
| EEt | 25% BisEMA, 75% TEGDMA, 10% ETANOL |
| EEtD | 25% BisEMA, 75% TEGDMA, 10% ETANOL, 0,5 mol% DFI |

*De acordo com o fabricante DMG, Hamburgo, Alemanha.

TEGDMA: trietileno glicol dimetacrilato; BisEMA: etoxi bisfenol A glicidil dimetacrilato;

HEMA: 2-hidroxi-etilmetacrilato; DFI: hexafluorofosfato de difeniliodônio.

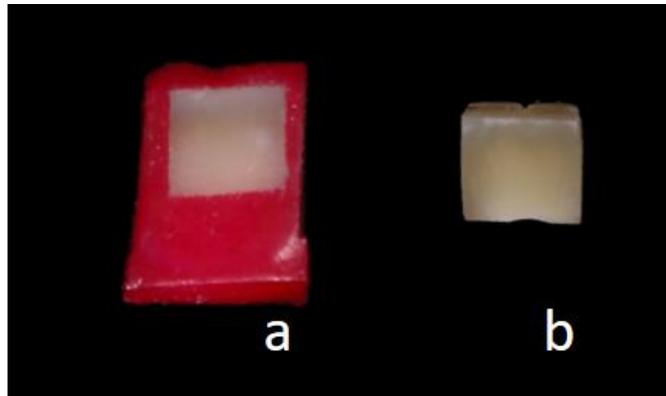
4.3 Preparo dos corpos de prova de esmalte humano para os testes de profundidade de penetração e estabilidade de cor

Esse projeto foi submetido ao Comitê de Ética e Pesquisa da Faculdade de Odontologia de Piracicaba (FOP-Unicamp) sendo aprovado sob parecer de nº 2.158.953 (Anexo 1). Os 140 molares humanos hígidos obtidos foram limpos com escova de Robson (Microdont Ltda., São Paulo – SP) e pedra pomes (Asfer Ind. Química Ltda., São Caetano do Sul – SP), a fim de remover resíduos e, em seguida, foram armazenados em solução de timol à 0,1 mol%. Os molares tiveram suas raízes seccionadas com auxílio discos diamantados (Buehler LTD., Lake Bluff, IL, EUA) em cortadeira metalográfica de precisão (Buehler LTD., Lake Bluff, IL, EUA) e descartadas. Em seguida, fragmentos foram obtidos da porção de esmalte, com dimensão de, aproximadamente, 6 x 6 x 4 mm.

Para padronizar as superfícies, os fragmentos foram planificados em politriz (Arotec S/A Indústria e Comércio, Cotia - SP) com lixas d'água de granulação crescente #400, #600, #1200 e #2000 (Norton Ltda., Guarulhos – Sp) sob refrigeração. A cada planificação, os fragmentos foram lavados em lavadora ultrassônica (UltraCleaner 1450A, Unique Industria e Comércio de Produtos Eletrônicos Ltda., Indaiatuba – SP) por 5min para remoção de possíveis resíduos. Em seguida, foram polidos com discos de feltro e solução diamantada (1 µm; Buehler LTD., Lake Bluff, IL, EUA), novamente foram lavados em lavadora ultrassônica e então, mantidos em umidade relativa (face polida em contato com gaze embebida com água deionizada) em estufa a 37°C. Finalizado o polimento, uma área de exposição de 4 x 4 x 2 mm foi demarcada com fita adesiva na área da superfície polida e foi aplicado verniz vermelho (Risqué – Savoy Ind de Cosméticos S.A, Goiânia - GO) para isolar a área do bloco que não seria avaliada, sendo esses, os corpos de prova submetidos à avaliação de profundidade de penetração (Figura 2a). Para avaliação da estabilidade de cor, outros blocos de 4 x 4 x 2,5 mm dos fragmentos polidos foram obtidos (Figura 2b). A fim de isolar a área da superfície de não exposição, as demais faces foram vedadas com verniz incolor (Risqué – Savoy Ind de Cosméticos S.A, Goiânia - GO) para que essas não interferissem na avaliação de cor. Em seguida, todos os corpos de prova foram submetidos à simulação de lesão superficial em esmalte e, então, submetidos às suas respectivas avaliações.

Figura 2. Obtenção corpos de prova de esmalte humano.

a) Fragmento para avaliação da profundidade de penetração; b) Fragmento para avaliação da estabilidade de cor.



4.4 Simulação da lesão superficial em esmalte

Após obtenção dos corpos de prova, a média de Microdureza Knoop da superfície inicial de $348,99 \pm 36,56$ foi obtida por meio de ensaio de microdureza em microdurômetro (HMV-2000; Shimadzu Corporation, Tóquio, Japão) por três medidas, distantes 100 μm entre si, a partir do centro da superfície com carga de $\approx 50\text{kgF}$ por 10s, a fim de padronizar os corpos de prova, para indução de lesão superficial em esmalte dos blocos do teste de profundidade de penetração e estabilidade de cor. Foram utilizadas soluções desmineralizante (DES) e estabilizadora (solução Tris pH=7,0), na qual a solução DES foi composta por 2,2mmol/L de CaCl_2 , 2,2mmol/L NaH_2PO_4 e 50mmol/L de ácido acético ajustado com NaOH em pH=4,5 (Wefel et al 1995).

Na simulação do ciclo DES, os corpos de prova foram imersos, individualmente, em 20ml da solução, por 10h, em estufa a 37°C, em seguida foram lavados com água deionizada e, imersos em solução Tris por 20h. No presente estudo, foi realizado apenas 1 ciclo DES. Ao final do mesmo, os corpos de prova foram mantidos em umidade relativa a 37°C, em estufa.

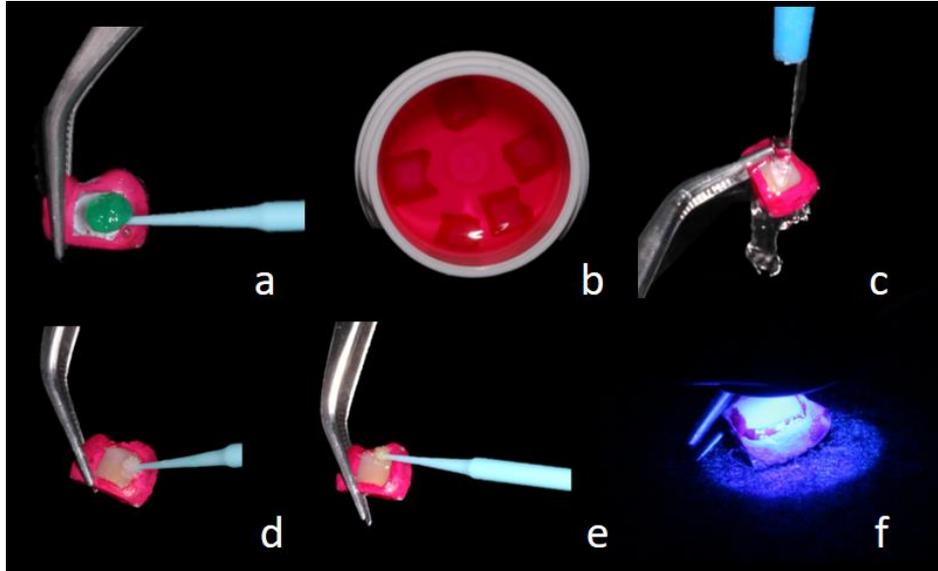
4.5 Avaliação da profundidade de penetração

Concluída a simulação desmineralizante da lesão superficial, os corpos de prova foram submetidos à aplicação de diferentes infiltrantes. Dessa forma, os 7 grupos de estudo (n=5) dos infiltrantes foram utilizados para a avaliação da profundidade de penetração.

Inicialmente, para promover melhor penetração dos infiltrantes na lesão superficial, os corpos de prova foram condicionados com ácido hidrocloreídrico a 15%, durante 2min (Figura 3a), a partir do protocolo recomendado pelo fabricante (Icon® Etch, DMG, Hamburgo, Alemanha). Em seguida, foram mantidos por 12h em solução etanólica de Rodamina B (Rhodamine B, Sigma Aldrich, EUA) à 0,1% (Figura 3b). Passado esse período, a superfície foi lavada com água deionizada por 30s (Figura 3c) e, em seguida, o Icon *dry* (99% de álcool) foi aplicado por 30s (Figura 4d) seguido da aplicação dos infiltrantes com auxílio de *microbrush* (Brush KG Sorensen, Medical Burs Ind. e Com. de Pontas e Brocas Cirúrgicas Ltda., Cotia – SP) durante 3min (Figura 3e) e fotopolimerizados por 40s (Valo, Ultradent, 395-480nm, 1000mW/cm² de irradiância) (Figura 3f). Seguindo recomendação do fabricante, uma nova aplicação do infiltrante foi realizada sobre a superfície por 1min, seguido de fotopolimerização por 40s. Após aplicação, os corpos de prova foram imersos em solução de peróxido de hidrogênio à 30% (Sigma Aldrich, EUA), por 12h, a fim de remover o excesso de Rodamina B na área não penetrada pelos infiltrantes. Em seguida, os corpos de prova foram seccionados em cortadeira metalográfica, onde fatias foram obtidas e polidas em politriz com lixas d'água de granulação #1200 e #2000 garantindo, aproximadamente, 0,5mm de cada fragmento (Figura 4a-c). Feito o polimento, a camada do verniz para unhas foi removida e os fragmentos foram imersos novamente em solução Tris por 12h.

Figura 3. Sequência da aplicação dos infiltrantes.

a) Aplicação do ácido hidroclorídrico à 15% por 2min; b) Imersão dos corpos de prova em solução etanólica de Rodamina B por 12h; c) Lavagem com água deionizada por 30s; d) Aplicação do Icon *dry* por 30s; e) Aplicação do Infiltrante por 3min; f) Fotopolimerização por 40s.



Para avaliar a região da lesão onde não houve penetração dos infiltrantes, os fragmentos foram removidos da solução Tris, lavados com água deionizada e imersos em solução etanólica de fluoresceína de sódio a 100 μM (NaFl; Sigma Aldrich), durante 3min (Figura 4d) e, posteriormente, lavados com água deionizada por 10s. Imediatamente após lavagem, os mesmos foram avaliados por meio da Microscopia Confocal de varredura a laser (MCVL) (Leica, TCS NT; Leica, Heidelberg, Alemanha) com magnificação de 63x e resolução de 1024 x 1024 pixels em modo dual de fluorescência (Rodamina B: λ_{ex} 553nm, λ_{em} 627nm; fluoresceína de sódio: λ_{ex} 460nm, λ_{em} 515nm) no qual as fluorescências puderam ser detectadas simultaneamente. A partir das imagens obtidas, a profundidade de penetração dos infiltrantes foi medida em cinco pontos definidos, distantes $45 \pm 5 \mu\text{m}$ entre si; as medidas foram mensuradas com auxílio do próprio programa de MCVL, onde foram obtidas da superfície até o prolongamento mais profundo da fluorescência vermelha (Figura 5). Em seguida, baseado nesses pontos, as médias foram calculadas e os dados foram tabulados.

Figura 4. Obtenção das fatias para avaliação em MCVL.

a-b) Fatias obtidas em cortadeira de precisão; c) Polimento das fatias com lixa d'água de granulação #2000; e d) Imersão da fatia em solução etanólica de fluoresceína de sódio por 3min.

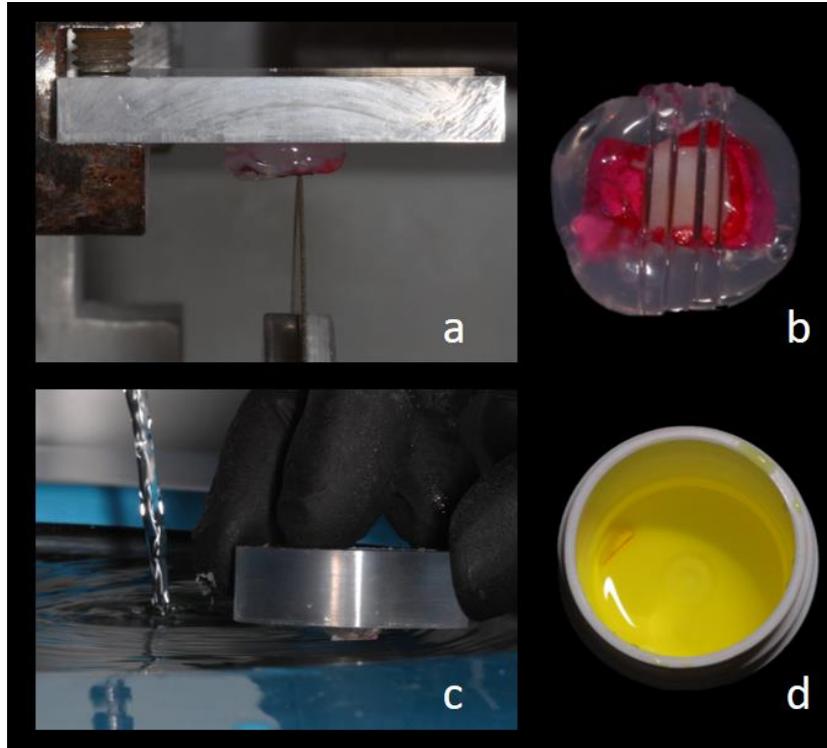
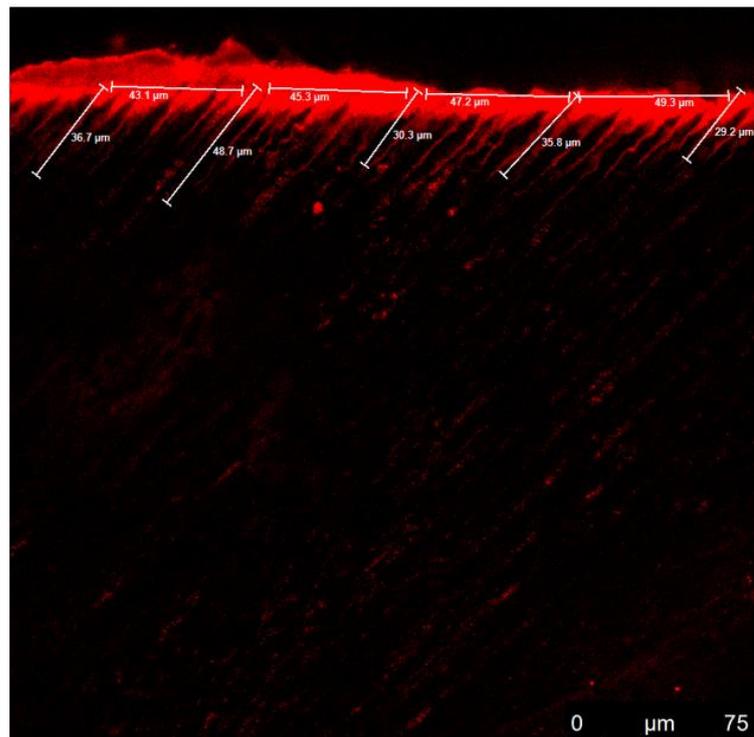


Figura 5: Avaliação da profundidade de penetração através da MCVL. As 5 medidas distantes 40-50 μ m foram obtidas da superfície até o prolongamento mais profundo.

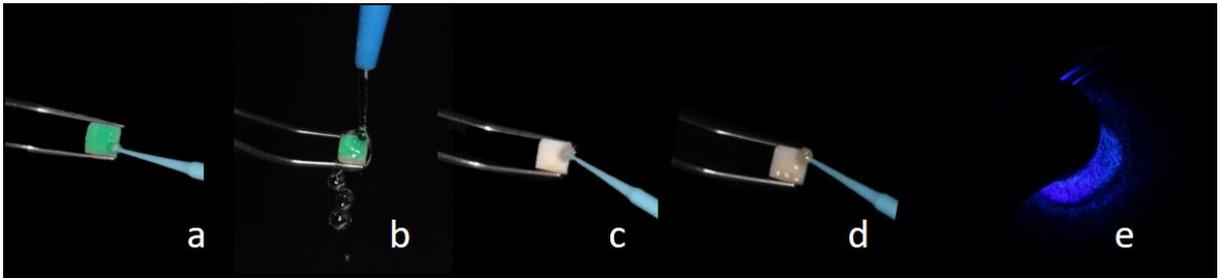


4.6 Avaliação da estabilidade de cor

No intuito de avaliar a estabilidade de cor dos diferentes infiltrantes experimentais e comercial, após indução de lesão superficial em esmalte, os 7 grupos de infiltrantes foram aplicados na janela de exposição de acordo com sequência de aplicação descrita na Figura 6. Antes de serem submetidos à imersão nas soluções (n=12) controle (água deionizada), café (Indústrias Alimentícias Maratá Ltda., Itaporanga D’Ajuda – SE) e vinho tinto (Quinta do Morgado, Flores da Cunha – RS), os corpos de prova tiveram sua cor inicial (baseline) medida através do espectrofotômetro (Konica Minolta Sensing) sob luz ambiente para seleção de corpos de prova de mesmo padrão.

Figura 6. Sequência da aplicação do infiltrante sobre a superfície.

a) Aplicação do ácido hidroclorídrico à 15% por 2min; b) Lavagem com água deionizada por 30s; c) Aplicação do *dry* por 30s; d) Aplicação do Infiltrante por 3min; e) Fotopolimerização por 40s. Uma nova aplicação do infiltrante foi realizada sobre a superfície por 1min, seguido de fotopolimerização por 40s.



Em seguida, foram imersos em 20ml das soluções por 7 dias, em estufa a 37°C, sendo que as soluções foram trocadas diariamente (Figura 7). Concluído o período, os corpos de prova foram lavados em água deionizada com escova de Robson a fim de se remover os resíduos superficiais dos pigmentos. Após 7 dias de estabilização em água deionizada com trocas diárias, os blocos foram novamente avaliados por meio do sistema CIEL*a*b* com o registro dos valores de luminosidade L*, e cromaticidade a* (vermelho-verde) e b*(azul-amarelo), onde foi possível avaliar a diferença entre a cor inicial e pós manchamento utilizando a fórmula:

$$\Delta E = \left[\frac{(L1 - L0)^2 + (a1 - a0)^2 + (b1 - b0)^2}{2} \right]$$

Figura 7. Corpos de prova imersos nas soluções controle e pigmentantes.



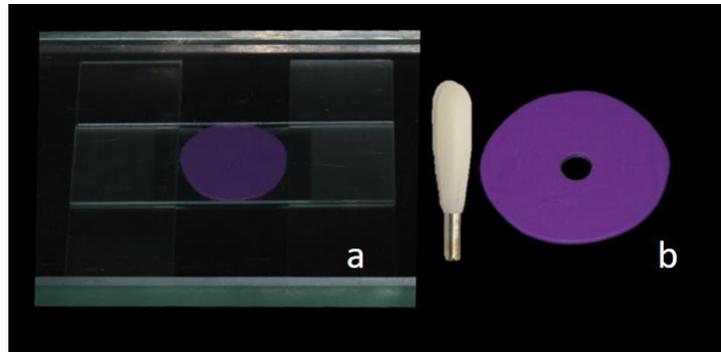
4.7 Avaliação do Grau de conversão

As medidas do grau de conversão (GC, em %; n=5) dos infiltrantes foram realizadas por meio da análise das amostras em espectroscopia de infra-vermelho (FTIR – Vertex 70, Bruker Optik GmbH, Ettlingen, Alemanha) em modo de transmissão. Um molde foi confeccionado com silicone de adição (Yllor, Pelotas – RS) com auxílio de lâminas de vidro com espessura de 1mm que foram pressionadas com uma placa de vidro, após polimerização do material, o centro do molde foi perfurado com um dispositivo de diâmetro de 5mm (Figura 8). A leitura preliminar do material não polimerizado foi realizada depositando-se no centro da matriz, aproximadamente, 0,5mL do infiltrante sem volatizar no cristal do aparelho e novo espectro foi obtido imediatamente após a fotoativação com fonte de luz LED, durante 40s. A conversão foi obtida por meio do registro do pico de absorção do metacrilato (6165 cm^{-1}) antes e após a polimerização utilizando o *software* Opus v.6 (Bruker Optics). Então, o GC (%) foi calculado sob fórmula:

$$\text{GC \%} = \left(1 - \frac{\text{polimerizado}}{\text{não polimerizado}} \right) \times 100$$

Figura 8. Confeção do molde de silicone.

a) Silicone posicionado no centro de duas lâminas de vidro prensada por uma placa de vidro para obtenção do molde; b) Molde de 5 x 1mm após perfuração com o dispositivo.

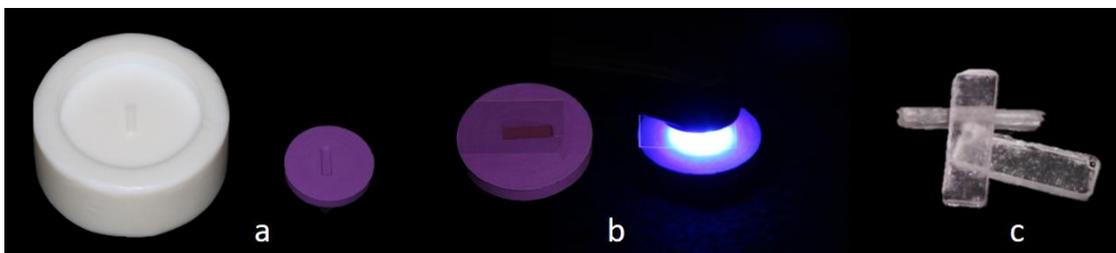


4.8 Avaliação da Resistência Coesiva

Para avaliação da resistência coesiva dos infiltrantes através do teste de microtração, corpos de prova foram confeccionados em forma de palito (n=10) usando matriz de silicone de adição nas dimensões aproximadas de 8 x 2 x 0,5mm (área de secção transversal 1mm²) (Figura 9). Esses foram fotoativados com fonte de luz LED, durante 40s. Os excessos das bordas foram removidos com auxílio de lâmina de bisturi e lixa, em seguida, armazenados fora de umidade em estufa a 37^o C, por 24 h.

Figura 9. Confeção da matriz e obtenção dos corpos de prova.

a) Obtenção da matriz de silicone; b) Confeção dos corpos de prova; b) Palitos confeccionados a partir da matriz de silicone.



Cada corpo de prova foi fixado com auxílio da cola de cianoacrilato (Superbond[®], Locitec, São Paulo, SP, Brasil) a um dispositivo metálico para microtração e acoplada ao equipamento de ensaios universais (Instron 4411, Norwood, Massachusetts, EUA). O equipamento operou com velocidade de

1mm/min, o valor de fratura (peak) foi registrado, e a área da secção transversal foi mensurada, individualmente, após a fratura do palito utilizando um paquímetro digital (Mitutoyo, Japão) para calcular a tensão e a ruptura de cada corpo de prova em MPa (Figura10).

Figura 10 – Fixação do corpo de prova e execução do teste de microtração. a) Fixação do corpo de prova ao dispositivo metálico; b) Ruptura do corpo de prova após realização do teste.



4.9 Análise estatística

Após obtenção dos resultados e tabulação dos dados, inicialmente foram realizadas análises descritivas e exploratórias. Os dados não atenderam às pressuposições de uma análise paramétrica e foram analisados por modelos lineares generalizados. Na análise de profundidade de penetração, grau de conversão e resistência coesiva, foi considerado o fator de estudo, os infiltrantes. E na análise da estabilidade cor (ΔE) foram considerados os fatores: infiltrantes e corantes, bem como a interação entre eles. As análises foram realizadas no programa R*, considerando o nível de significância de 5%.

*R Core Team (2018). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria

5 RESULTADOS

5.1 Profundidade de penetração

A tabela 2 e a figura 11 mostram as médias e desvios-padrão da profundidade de penetração para todos os grupos de estudo. Como pode ser observado, não houve diferença significativa entre os infiltrantes avaliados quanto à profundidade de penetração ($p > 0,05$).

Tabela 2. Média (desvio padrão) da profundidade de penetração dos grupos de infiltrante.

| Infiltrante | Profundidade de penetração |
|-------------|----------------------------|
| IC | 27,93 (4,58) a |
| E | 30,80 (2,73) a |
| ED | 28,12 (4,84) a |
| EH | 29,64 (4,64) a |
| EHD | 28,73 (4,44) a |
| EEt | 26,55 (2,79) a |
| EEtD | 26,29 (2,60) a |
| p-valor | 0,5295 |

Figura 11. Gráfico *Box plot* da profundidade de penetração em função do infiltrante.

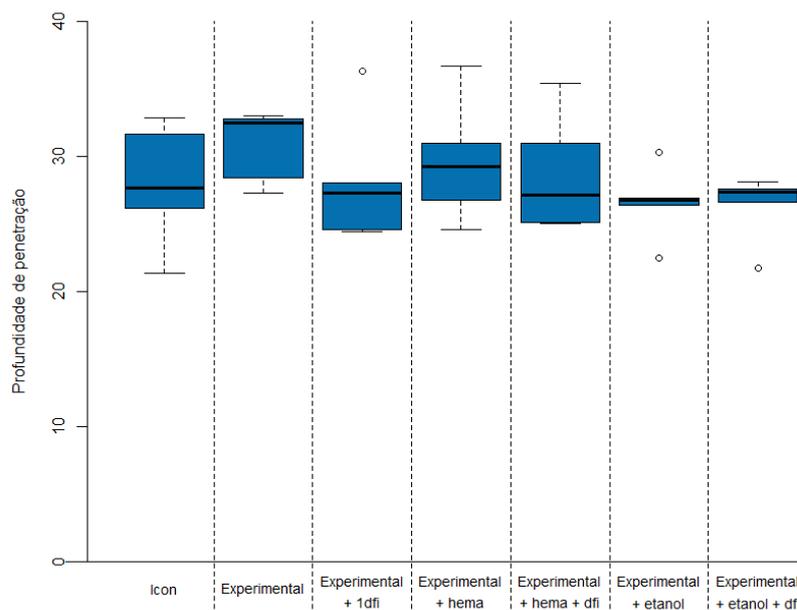


Figura 12. Imagens MCVL do grupo IC.

a) Área desmineralizada preenchida pelo infiltrante: é possível observar uma homogeneidade entre os prolongamentos e fina camada superficial.

b) Imagem em dual fluorescência: área pigmentada com fluorescência verde evidenciando a porosidade em esmalte e área desmineralizada parcialmente preenchida pelo infiltrante.

*Linha branca demarcando a superfície do dente.

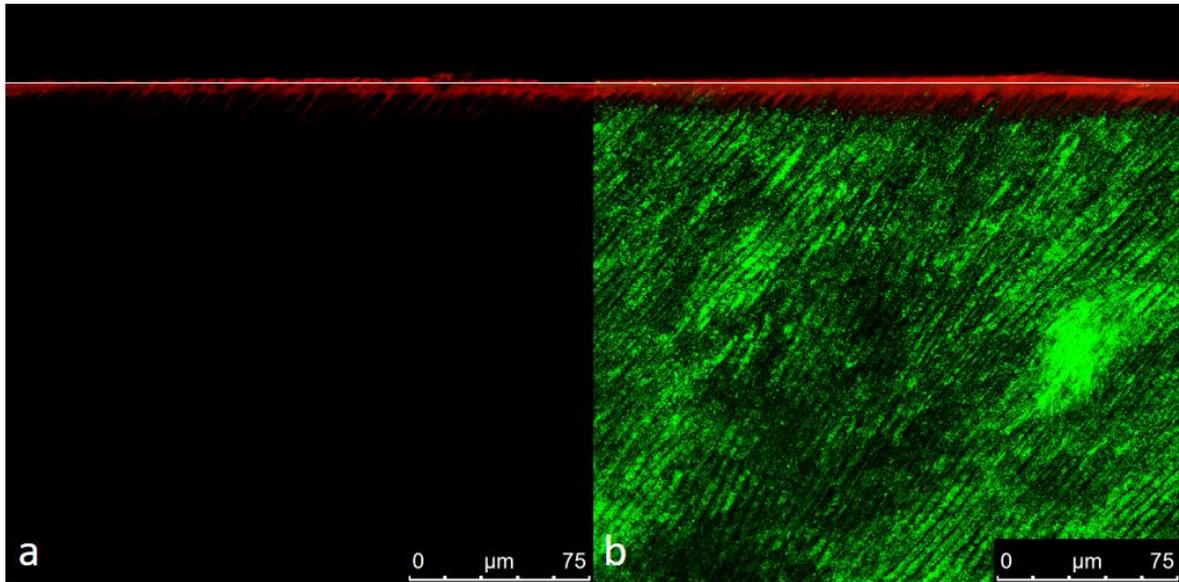


Figura 13. Imagens MCVL do grupo E.

a) Área desmineralizada preenchida pelo infiltrante: é possível observar uma homogeneidade e maiores prolongamentos de penetração, além de camada superficial com pequenas irregularidades quando comparado ao grupo IC.

b) Imagem em dual fluorescência: área pigmentada com fluorescência verde evidenciando a porosidade em esmalte e área desmineralizada parcialmente preenchida pelo infiltrante.

*Linha branca demarcando a superfície do dente.

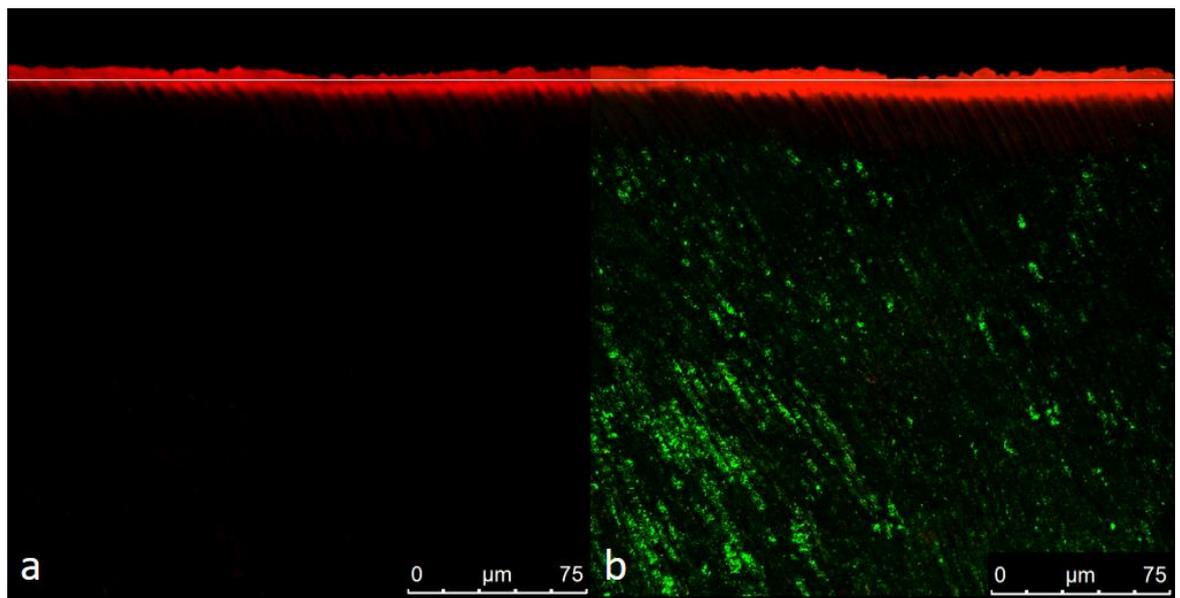


Figura 14. Imagens MCVL do grupo ED.

a) Área desmineralizada preenchida pelo infiltrante: é possível observar uma homogeneidade e maiores prolongamentos de penetração quando comparado ao grupo IC, e camada superficial íntegra e fina;

b) Imagem em dual fluorescência: área pigmentada com fluorescência verde evidenciando a porosidade em esmalte e área desmineralizada quase completamente preenchida pelo infiltrante.

*Linha branca demarcando a superfície do dente.

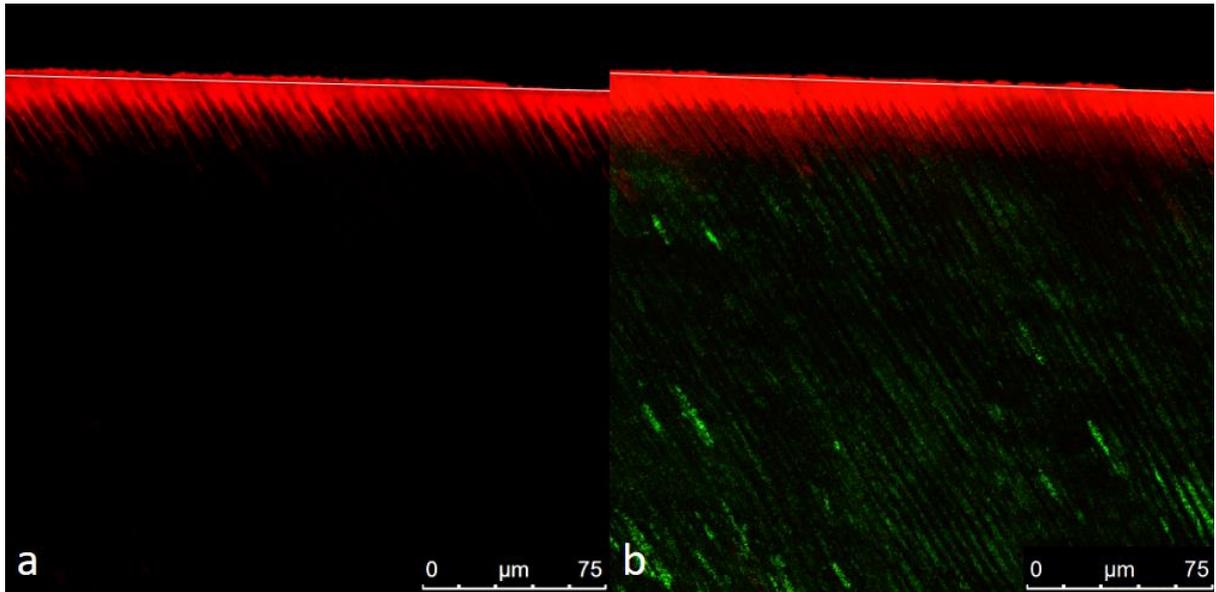


Figura 15. Imagens MCVL do grupo EH.

a) Área desmineralizada preenchida pelo infiltrante: é possível observar uma homogeneidade e maiores prolongamentos de penetração quando comparado ao grupo IC além de excesso de material na camada superficial;

b) Imagem em dual fluorescência: área pigmentada com fluorescência verde evidenciando a porosidade em esmalte e área desmineralizada parcialmente preenchida pelo infiltrante.

*Linha branca demarcando a superfície do dente.

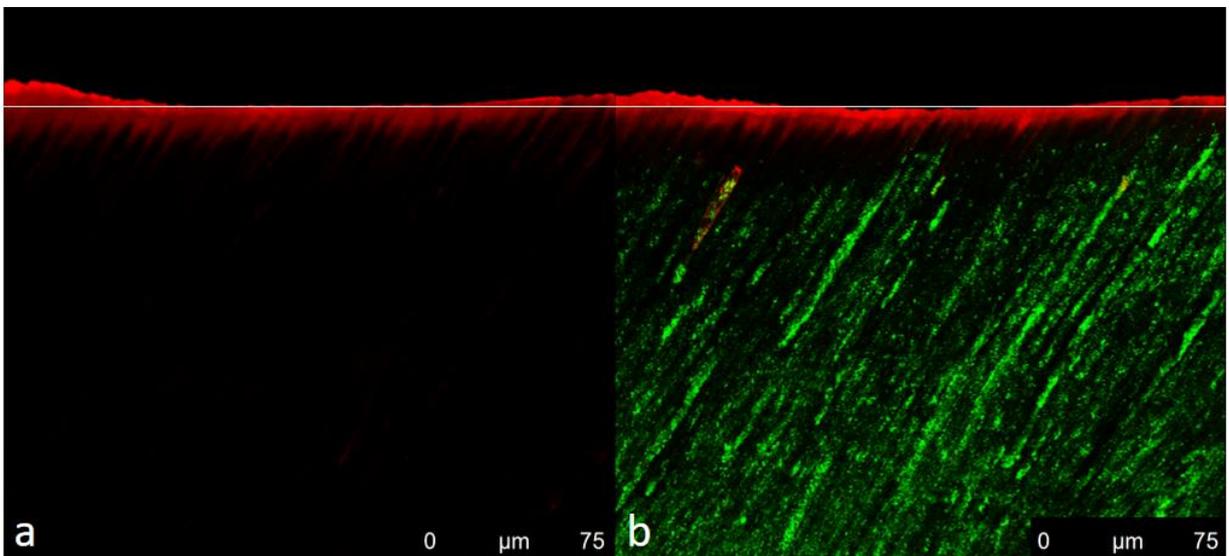


Figura 16. Imagens MCVL do grupo EHD.

a) Área desmineralizada preenchida pelo infiltrante: é possível observar prolongamentos irregulares em toda área desmineralizada;

b) Imagem em dual fluorescência: área pigmentada com fluorescência verde evidenciando a porosidade em esmalte e área desmineralizada parcialmente preenchida pelo infiltrante.

*Linha branca demarcando a superfície do dente.

** Seta amarela: área de possível interação entre o solvente HEMA e DFI.

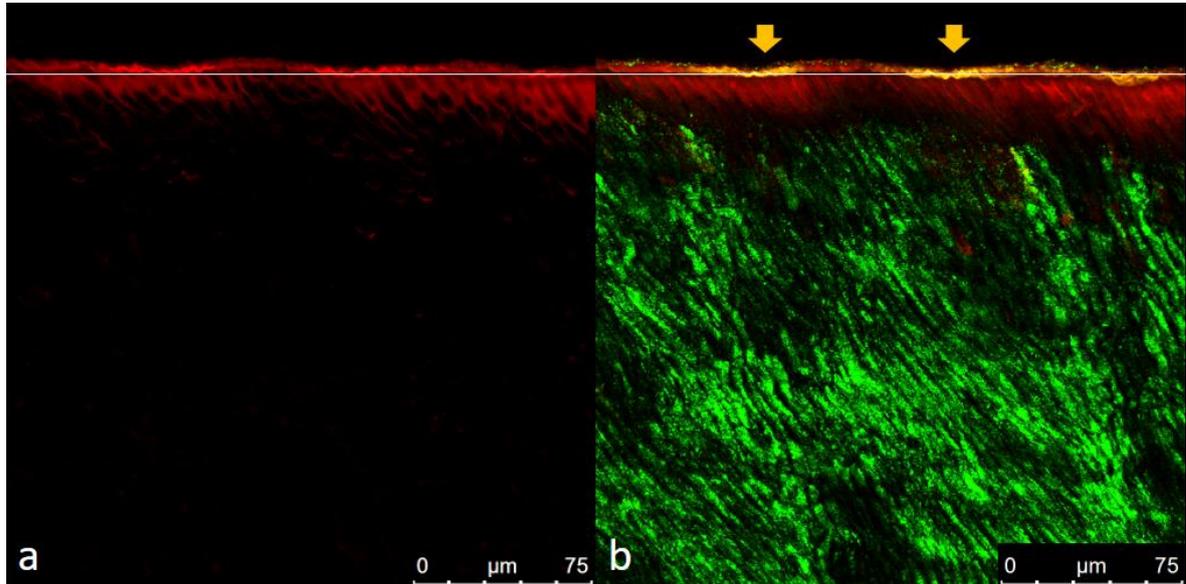


Figura 17. Imagens MCVL do grupo EEt.

a) Área desmineralizada preenchida pelo infiltrante: é possível perceber pequenos prolongamentos no centro da área desmineralizada, porém não há uma homogeneidade em todo corpo da lesão.

b) Imagem em dual fluorescência: área pigmentada com fluorescência verde evidenciando a porosidade em esmalte e área desmineralizada parcialmente preenchida pelo infiltrante.

*Linha branca demarcando a superfície do dente.

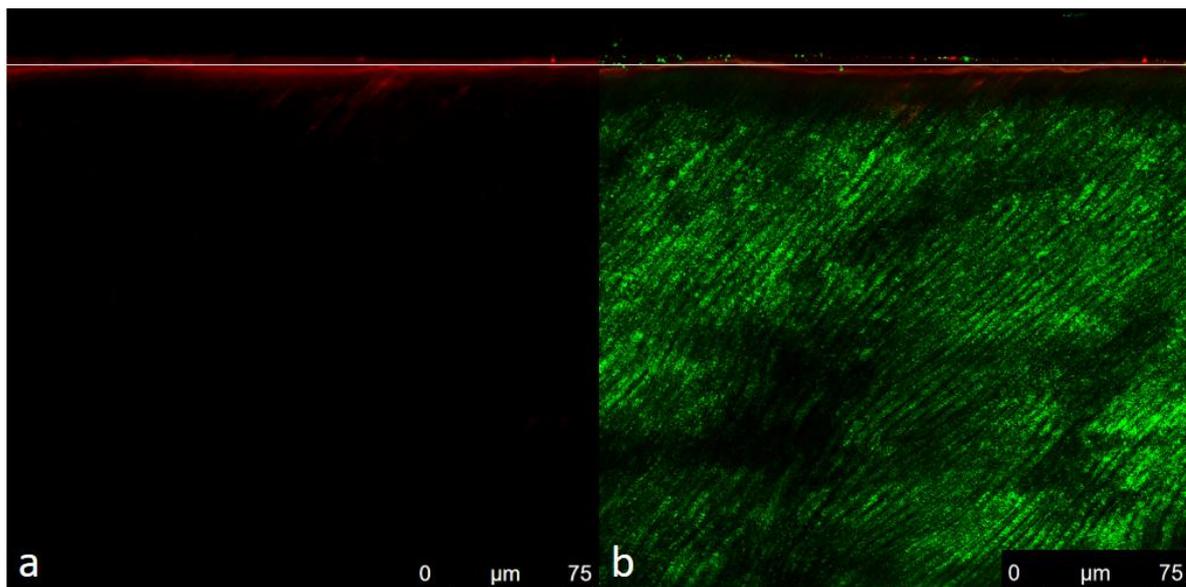
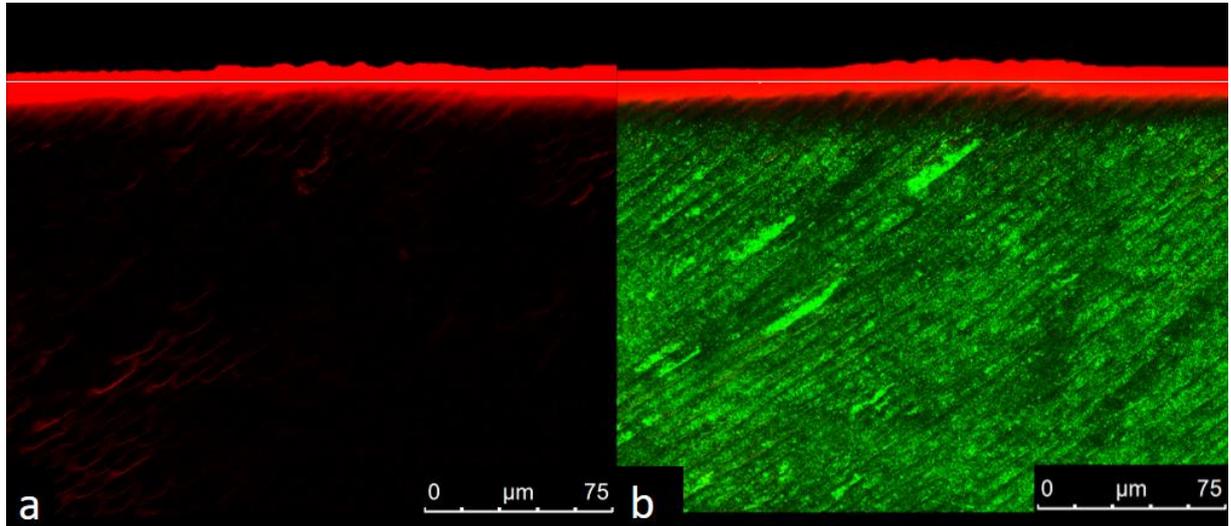


Figura 18. Imagens MCVL do grupo EEtD.

a) Área desmineralizada preenchida pelo infiltrante: é possível observar pequenos prolongamentos na área desmineralizada além de excesso de material na camada superficial;

b) Imagem em dual fluorescência: área pigmentada com fluorescência verde evidenciando a porosidade em esmalte e área desmineralizada parcialmente preenchida.

*Linha branca demarcando a superfície do dente.



5.2 Estabilidade de cor

Na tabela 3 e figura 19 observa-se maior alteração de cor quando os corpos de prova foram pigmentados com vinho e menor no grupo controle ($p < 0,05$), independentemente do infiltrante utilizado. No grupo controle não houve diferença significativa entre os infiltrantes ($p > 0,05$). Porém, a pigmentação com o café promoveu maior alteração da cor para o grupo com infiltrante EH comparado ao grupo ED ($p < 0,05$). Para pigmentação com vinho tinto maior alteração de cor foi observada no grupo IC ($p < 0,05$) e menor nos grupos com infiltrantes ED e EEtD, sem diferença significativa do infiltrante E ($p > 0,05$).

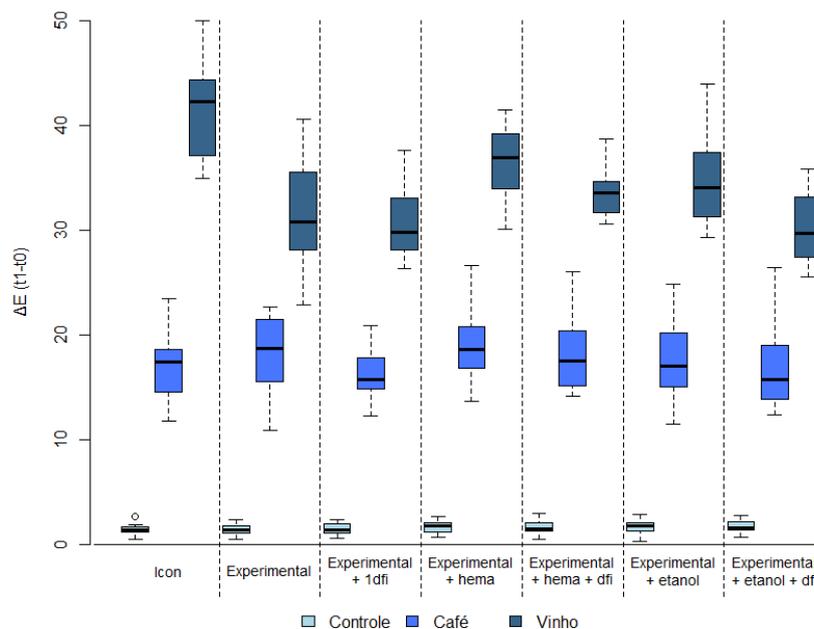
Tabela 3. Média (desvio padrão) da estabilidade de cor ΔE (t1-t0) em função do infiltrante e da pigmentação.

| Infiltrante | Pigmentação | | |
|-------------|----------------|------------------|------------------|
| | Controle | Café | Vinho tinto |
| IC | 1,41 (0,55) Ca | 17,26 (3,19) Bab | 41,25 (4,71) Aa |
| E | 1,45 (0,53) Ca | 18,33 (3,62) Bab | 31,38 (5,33) Ade |
| ED | 1,47 (0,55) Ca | 16,03 (2,37) Bb | 30,73 (3,56) Ae |
| EH | 1,65 (0,59) Ca | 19,02 (3,60) Ba | 36,49 (3,40) Ab |
| EHD | 1,63 (0,73) Ca | 18,04 (3,48) Bab | 33,56 (2,24) Acd |
| EEt | 1,66 (0,68) Ca | 17,66 (4,14) Bab | 34,61 (4,28) Abc |
| EED | 1,68 (0,57) Ca | 16,89 (4,34) Bab | 30,27 (3,36) Ae |

$p(\text{infiltrante}) < 0,0001$; $p(\text{solução}) < 0,0001$; $p(\text{infiltrante} \times \text{solução}) < 0,0001$.

Letras maiúsculas comparam a diferença das soluções dentro do mesmo grupo de infiltrante, e letras minúsculas comparam a diferença entre os infiltrantes no mesmo grupo de solução.

Figura 19. Gráfico *Box plot* do ΔE (t1-t0) em função do infiltrante e pigmentação.



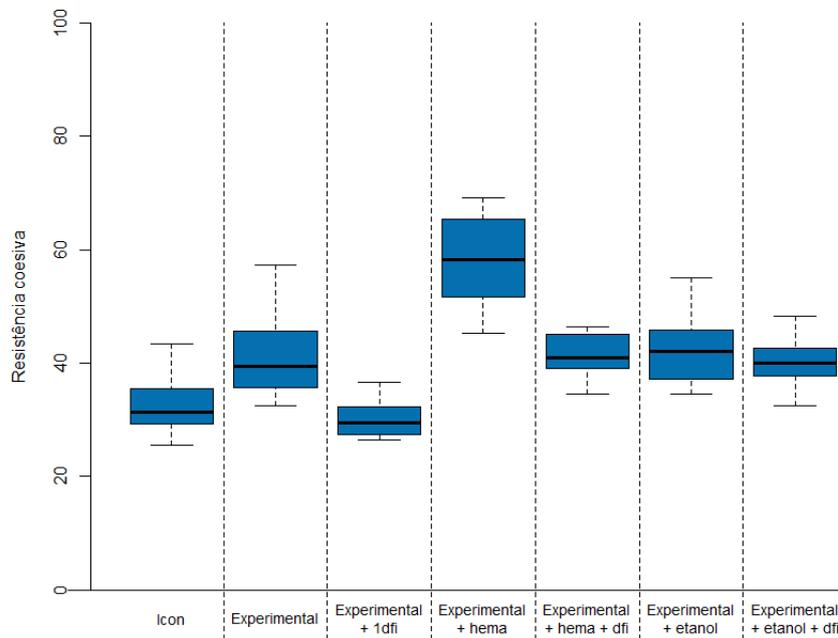
5.3 Resistência coesiva

É possível observar na tabela 4 e figura 20, que a resistência coesiva foi significativamente maior no grupo com infiltrante EH, e menor no IC e ED ($p < 0,05$).

Tabela 4. Média (desvio padrão) da resistência coesiva dos grupos de infiltrantes.

| Infiltrante | Resistência coesiva |
|-------------|---------------------|
| IC | 32,96 (6,05) c |
| E | 41,68 (8,66) b |
| ED | 30,15 (3,58) c |
| EH | 58,08 (7,55) a |
| EHD | 41,52 (3,83) b |
| EEt | 42,07 (6,23) b |
| EEtD | 40,33 (4,78) b |
| p-valor | <0,0001 |

Figura 20. Gráfico *Box plot* da resistência coesiva em função do infiltrante.



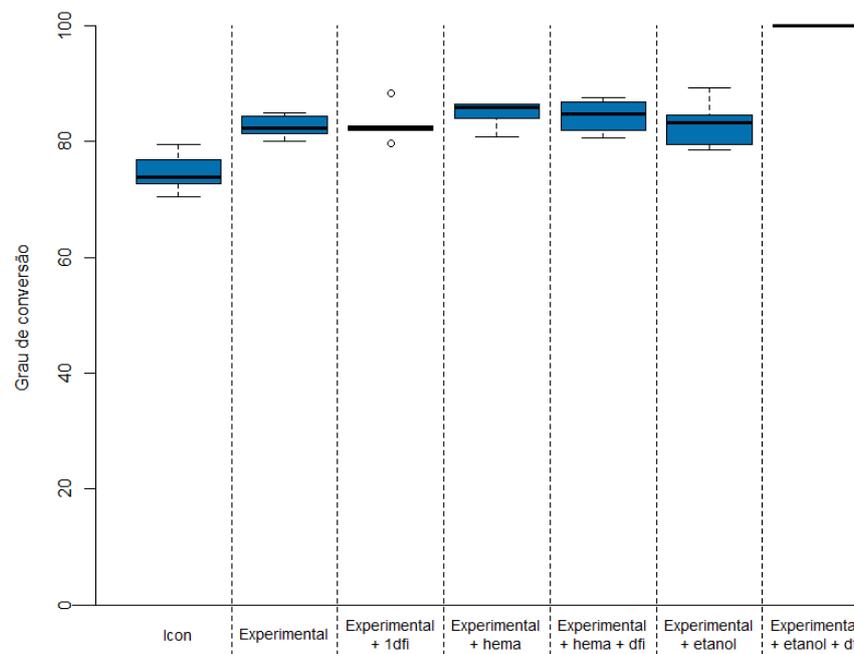
5.4 Grau de conversão

Observa-se na tabela 5 e figura 21 que o grupo com o infiltrante IC apresentou o menor grau de conversão e o grupo com o infiltrante EEtD o maior grau de conversão, diferindo significativamente dos demais infiltrantes ($p < 0,05$).

Tabela 5. Média (desvio padrão) do grau de conversão dos grupos de infiltrantes.

| Infiltrante | Grau de conversão |
|-------------|-------------------|
| IC | 74,70 (3,56) c |
| E | 82,61 (2,09) b |
| ED | 82,98 (3,22) b |
| EH | 84,68 (2,36) b |
| EHD | 84,36 (3,06) b |
| EEt | 83,04 (4,32) b |
| EEtD | 99,99 (0,01) a |
| p-valor | <0,0001 |

Figura 21. Gráfico *Box plot* do grau de conversão em função do infiltrante.



6 DISCUSSÃO

O presente estudo avaliou a profundidade de penetração, estabilidade de cor, resistência coesiva e grau de conversão do infiltrante comercial Icon® à base de TEGDMA comparando-o aos infiltrantes experimentais com diferentes solventes (HEMA e etanol) e presença ou ausência de DFI, com mesma base monomérica. A avaliação por MCVL neste estudo baseou-se na técnica de coloração indireta do estudo comparativo de técnicas de Paris et al (2009), no qual o corante é aplicado previamente ao infiltrante. Os autores avaliaram essa técnica como mais precisa que a técnica direta, sendo a Rodamina depositada no infiltrante, pois o corante é envolvido pelo material infiltrado evidenciando a fluorescência, e a região que não foi recoberta pelo material é facilmente removida com a aplicação da solução de peróxido de hidrogênio. Dessa forma, os resultados são considerados confiáveis sem o risco de super ou subestimar a distribuição de material, garantindo assim a consistência do material infiltrado e a fluorescência (Paris et al 2009).

Diante dos resultados deste estudo, não houve diferença estatisticamente significativa para a profundidade de penetração (Tabela 2). Vale ressaltar que apesar desse estudo avaliar a profundidade de penetração em lesões superficiais, todos os grupos experimentais apresentaram resultados satisfatórios quando comparado ao infiltrante comercial Icon®. Uma das propostas do presente estudo foi a adição do HEMA como solvente em infiltrantes experimentais como componente capaz de aumentar o potencial de infiltração monomérica e, conseqüentemente, aumentar a profundidade de penetração. No entanto, no presente estudo, não houve diferença estatisticamente significativa, além disso, não há relatos na literatura que possam comparar com os resultados obtidos. Adicionalmente, apesar de não conter relatos na literatura sobre a adição de DFI na qualidade de profundidade de penetração dos materiais avaliados, foi possível observar, que o mesmo não apresentou diferença significativa quando comparado aos demais infiltrantes estudados.

A avaliação de materiais resinosos de baixa viscosidade, como os infiltrantes, é importante quanto a sua influência na estética levando em consideração a longevidade clínica. Alguns estudos relataram a utilização de infiltrantes não apenas como um material responsável pela estabilização da cárie inicial, mas também como material utilizado a fim de mascarar as lesões de mancha

branca (Ceci et al 2017; Paris e Meyer-Lueckel 2009). Porém, sua utilização pode tornar-se um problema estético em longo prazo, pois, assim como qualquer material resinoso, o infiltrante pode estar sujeito à alteração de cor (Ceci et al 2017; Borges et al 2014; Araújo et al 2015b). Diversos métodos podem ser utilizados para avaliar a cor do dente; no entanto, no presente estudo o espectrofotômetro foi selecionado por permitir uma avaliação objetiva da cor e fornecer dados quantitativos mais precisos como utilizados em estudos anteriores (Ceci et al 2017; Borges et al 2014; Araújo et al. 2015b). Adicionalmente, o espectrofotômetro apresenta valores de L^* , a^* e b^* , sendo assim, como as soluções de pigmentação alteram a cor da superfície em todos os eixos, o parâmetro ΔE foi utilizado como variável de resposta por permitir avaliação da alteração antes e após pigmentação (Ceci et al 2017; Borges et al 2014; Araújo et al 2015b).

De maneira geral, de acordo com os resultados da estabilidade de cor dos infiltrantes estudados, independentemente do tipo de infiltrante aplicado sobre a superfície para mascarar a lesão de mancha branca, todos sofreram alteração quando submetidos à pigmentação com café e vinho tinto por um período de 7 dias. A exposição *in vitro* por 24h, segundo Ertas et al (2006), corresponde a cerca de 1 mês *in vivo*. O período de 7 dias que, conseqüentemente, equivale a 7 meses de estudo, é relatado como satisfatório, já que é considerado suficiente para avaliação da capacidade de pigmentação em longo prazo (Ertas et al 2006). A seleção do café e vinho tinto como corantes para a avaliação da estabilidade de cor se deu por serem frequentemente consumidos (Borges et al 2014; Park et al 2010; Silva et al 2018); além disso, por apresentarem um forte potencial de pigmentação tanto na estrutura dental quanto em materiais resinosos (Park et al 2010). Esse maior potencial de alteração de cor pode ser atribuído à presença de cadeias amarelas/vermelhas de baixa polaridade, que conseqüentemente podem penetrar mais profundamente nas matrizes poliméricas (Thumu et al 2017). Além disso, esse forte potencial pode estar relacionado ao tipo de matriz resinosa utilizada, devido a sua taxa de sorção e solubilidade da água (Borges et al 2013; Rey et al 2014; Thumu et al 2017;).

No estudo de Paris e Meyer-Lueckel (2009), os autores afirmaram que mudanças significativas de cor e o manejo para mascarar a mancha branca podem ser obtidas com infiltrantes de resina com índice de refração próximo ao do esmalte

dental (Leland et al 2016). O mesmo pode ser confirmado no presente estudo, já que, como o valor de $\Delta E < 3,3$ é considerado uma variação de cor clinicamente visível e $\Delta E < 1,0$ como clinicamente imperceptível (Paris e Meyer-Lueckel 2009), todos os grupos quando aplicados e livre de pigmentação (controle) apresentaram ΔE entre 1,41-1,68, o que poderiam ser considerados como clinicamente aceitáveis para mascarar lesões de mancha branca.

Os resultados do presente estudo estão de acordo com os relatados em estudos anteriormente realizados com o Icon® (Ceci et al 2017; Borges et al 2014; Borges et al 2017; Araújo et al 2015b; Silva et al 2018; Rey et al 2014). O grupo EH (Tabela 3), quando exposto à pigmentação com café, apresentou a maior alteração de cor comparado aos demais grupos estudados. Esse resultado pode ser justificado pela presença do HEMA, que por possuir um grupo funcional hidroxila, o torna mais hidrofílico (Collares et al 2011; Van Landuyt et al 2007), e pode ter favorecido a absorção do corante à base de água e aumentado a suscetibilidade do material à coloração. Adicionalmente, a compatibilidade do corante do café à cadeia polimérica pode ser sugerida devido a facilidade de adsorção e penetração do corante na resina (Park et al 2010; Thumu et al 2017). Mas vale ressaltar que todos os grupos experimentais apresentaram alteração significativa quando comparado ao grupo controle (Tabela 3).

Em relação à pigmentação com vinho tinto, o grupo IC (Tabela 3) apresentou a maior variação de cor quando comparado aos demais grupos de infiltrantes experimentais estudados, sendo estatisticamente diferente de todos os grupos. Semelhante a esse resultado, no estudo realizado por Rey et al (2014), onde os autores compararam o infiltrante comercial Icon® a outros quatro materiais restauradores após imersão em longo prazo (60 dias) em diferentes soluções, incluindo café e vinho tinto, o Icon® apresentou a maior alteração de cor. Porém, deve-se levar em consideração que o estudo de Rey et al (2014) comparou diferentes materiais resinosos, como selantes e vernizes. No presente estudo, no entanto, comparou materiais com características semelhantes ao do comercial, e ainda sim, o Icon® mostrou a maior alteração de cor. Diante disso, segundo Borges et al (2014), a presença do álcool bem como o pH baixo do vinho podem promover a degradação polimérica do material o que, conseqüentemente, poderia facilitar a adsorção dos pigmentos (taninos) na superfície do mesmo. Adicionalmente, apesar

da composição do infiltrante Icon® não ser detalhada pelo fabricante, a presença do monômero TEGDMA sem partícula de carga pode favorecer a adsorção de corantes e aumentar a suscetibilidade do material à coloração (Borges et al 2014), uma vez que o TEGDMA é um monômero que apresenta alta sorção de água e tem um comportamento hidrofílico comparado a outros monômeros (Paris et al 2007a).

Alguns estudos que avaliaram a alteração de cor do infiltrante Icon® quando aplicado em lesões artificiais de mancha branca, mostraram que apesar de pigmentado, um tratamento de superfície com discos e pasta para polimento foi capaz de reduzir significativamente o manchamento (Borges et al 2014; Leland et al 2016; Paris e Meyer-Lueckel 2009). Entretanto, levando em consideração o tipo de polimento, esse procedimento pode resultar na remoção tanto da estrutura de esmalte quanto do material. Já no estudo de Araújo et al (2015b), onde após pigmentação os grupos foram submetidos ao tratamento com gel clareador para remoção do manchamento, os autores concluíram que esse tratamento pode ser utilizado com sucesso. Assim, prevendo resultados clínicos satisfatórios, quando aplicados em superfícies estéticas, a pigmentação dos infiltrantes pode ser amenizada com polimento (Borges et al 2014; Paris e Meyer-Lueckel 2009; Leland et al 2016) ou até mesmo clareamento (Araújo et al 2015b). Porém, se faz necessário que, independentemente desses procedimentos, os clínicos orientarem os pacientes quanto ao possível potencial de alteração de cor do material, bem como devem enfatizar quanto a necessidade de higiene bucal adequada a fim de minimizar qualquer alteração estética.

Outros fatores de avaliação do presente estudo foram as propriedades físicas da RC e o GC de infiltrantes experimentais com adição do DFI e solventes (HEMA e etanol) de mesma base monomérica comparado ao comercial Icon®. Os resultados evidenciaram que todos os grupos com a presença dos solventes e DFI, bem como o grupo E apresentaram maior grau de conversão quando comparado ao comercial Icon® (Tabela 4). Entretanto, o grupo EEtD, apresentou o maior GC, diferindo de todos os grupos de estudo. Resultado semelhante foi observado no estudo de Mathias et al (2018), onde os infiltrantes experimentais com adição de etanol e 0,5 e 1mol% de DFI apresentaram resultados superiores aos demais infiltrantes estudados. Tal efeito pode ser justificado pela reação que ocorre com a adição do DFI como co-iniciador. A excitação entre a CQ e EDAB gera radical

amina, que ao interagir com o DFI reduz seu nível e com a transferência de elétrons, quebra a ligação carbono-iodo gerando um radical fenil reativo, que pode reagir com as aminas residuais gerando um novo radical amina que pode aumentar a taxa de reação de polimerização (Mathias et al 2018; Gonçalves et al 2013; Ogliari et al 2007).

Outros autores, no entanto, sugerem que a adição do etanol pode afetar negativamente o GC pela diminuição da densidade de terminações de ligações duplas que inibe o processo de polimerização (Ogliari et al. 2008; Meyer-Lueckel e Paris 2010). Adicionalmente, a adição de solvente pode promover a formação de microgéis, prejudicando a polimerização (Araújo et al 2013). Segundo Ogliari et al (2008) e Collares et al (2011), o baixo GC de um material pode resultar em piores propriedades mecânicas. Tal efeito pode ser percebido nos resultados obtidos de RC do infiltrante Icon® que comparado aos demais infiltrantes estudados, apresentou o menor GC e menor RC, só não diferindo estatisticamente do grupo ED. Contrário ao achado no estudo de Mathias et al (2018), nas mesmas propriedades dos infiltrantes experimentais, o grupo de infiltrante experimental EH diferiu dos demais grupos estudados (Tabela 4). Apesar da adição do DFI em outros estudos (Mathias et al 2018; Dressano et al 2016) promover aumento da propriedade de RC em grupos com solvente em sua composição, no presente estudo os resultados não diferiram significativamente para os grupos com adição do solvente + DFI (EHD e EEtD – Tabela 4), diferindo apenas dos grupos experimentais ED e EH.

Assim, a elevada RC encontrada no grupo EH pode ser justificada pela sua baixa porcentagem utilizada, já que para Collares et al (2011), quando em elevadas porcentagens de HEMA, os grupos apresentaram piores propriedades mecânicas. Adicionalmente, o grupo ED do presente estudo obteve resultado semelhante ao encontrado no estudo de Mathias et al (2018), onde seu infiltrante experimental contendo 0,5mol% DFI foi inferior ao grupo experimental sem adição do DFI.

Apesar dos bons resultados para RC e GC dos infiltrantes experimentais, em especial a associação de EEtD no GC e o EH na RC, quando comparado ao comercial Icon®, estudos complementares são necessários, bem como a avaliação de diferentes concentrações para compensar os efeitos deletérios obtidos em alguns

resultados no presente estudo. É importante ressaltar que existe apenas um infiltrante sendo comercializado e que, apesar do fabricante não disponibilizar a formulação do produto, no presente estudo as formulações propostas resultaram em propriedades semelhantes ao Icon®. Assim, outras propriedades como avaliação da alteração do material como microdureza, rugosidade superficial, possível adesão microbiana e erosão, e até mesmo avaliação dos mecanismos de redução do manchamento associado à perda ou não de material sobre a estrutura dental são sugeridos.

7 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos no presente estudo, pôde-se concluir que:

1) A profundidade de penetração superficial semelhante à encontrada no infiltrante comercial Icon® pode ser obtida com a aplicação de infiltrantes experimentais com e sem adição de solventes, bem como, com e sem adição DFI;

2) Na avaliação da estabilidade de cor dos infiltrantes estudados, a pigmentação com o vinho tinto, foi superior ao café e ao controle;

3) O grupo de infiltrante experimental contendo apenas o solvente HEMA afetou negativamente na pigmentação com café quando comparado aos demais grupos estudados;

4) O infiltrante comercial Icon® mostrou maior alteração de cor quando exposto à pigmentação com vinho tinto;

5) A resistência coesiva foi significativamente melhor para o grupo experimental contendo apenas o solvente HEMA.

6) O infiltrante comercial Icon® para o grau de conversão, apresentou menor resultado quando comparado aos demais grupos experimentais, e o grupo experimental com adição de etanol e DFI apresentou o melhor grau de conversão;

REFERÊNCIAS*

Al-Samadani KH J. Color stability of restorative materials in response to Arabic coffee, Turkish coffee and nescafe. *Contemp Dent Pract.* 2013; 14: 681-90.

Andrade KM, Paliolol AR, Lancellotti AC, Aguiar FH, Watts DC, Gonçalves LS, et al. Effect of diphenyliodonium hexafluorophosphate on resin cements containing different concentrations of ethyl 4- dimethylamino) benzoate and 2- (dimethylamino)ethylmethacrylate as co-initiators. *Dent Mater.* 2016 Jun;32(6):749-55.

Anfe TE, Agra CM, Vieira GF. Evaluation of the possibility of removing staining by repolishing composite resins submitted to artificial aging. *J Esthet Restor Dent.* 2011; 23: 260-7.

Araújo GSA, Sfalcin RA, Araújo TGF, Alonso RCB, Puppim-Rontani RG. Evaluation of polymerization characteristics and penetration into enamel caries lesion of experimental infiltrantes. *J Dent.* 2013; 21:1014-9.

Araujo TGF, Sfalcin A, Spagnolo G, Araújo A De, Bruschi C, Puppim-rontani RM. Bond strength of experimental low-viscosity resin materials to early enamel caries lesions: effect of diluent / solvent addition. *J Adhes Dent.* 2015a;17(2):117–23.

Araújo GSA, Naufel FS, Alonso RCB, Lima DANL, and Puppim-Rontani RM. Influence of staining solution and bleaching on color stability of resin used for caries infiltration. *Oper Dent.* 2015b,40(6): E250-E256.

Awliya WY, Al-Alwani DJ, Gashmer ES, Al-Mandil HB. The effect of commonly used types of coffee on surface microhardness and color stability of resin-based composite restorations. *Saud Dent J.* 2010; 22: 177-81.

Borges A, Caneppele T, Luz M, Pucci C, Torres C. Color stability of resin used for caries infiltration after exposure to different staining solutions. *Oper Dent.* 2014; 39:433-440

* De acordo com as normas da UNICAMP/FOP, baseadas na padronização do International Committee of Medical Journal Editors - Vancouver Group. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o PubMed.

Borges A, Caneppele T, Masterson D, Maia L. Is resin infiltration an effective esthetic treatment for enamel development defects and white spot lesions? A systematic review. *J Dent.* 2017; 56:11-18

Ceci M, Rattalino D, Viola M, Beltrami R, Chiesa M, Colombo M, Poggio C. Resin infiltrant for non-cavitated caries lesions: evaluation of color stability. *J Clin Exp Dent.* 2017. 1; 9(2): 231-7.

Collares FM, Ogliari FA, Zanchi CH, Petzhold CL, Piva E, Samuel SM. Influence of 2-hydroxyethyl methacrylate concentration on polymer network of adhesive resin. *J Adhes Dent.* 2011 Apr;13(2):125-9.

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.

Dinesh Francis Swamy, Elaine Savia Barretto, Shanthala B. Mallikarjun, Sapna Sada Raut Dessai. In vitro evaluation of resin infiltrant case series penetration into white spot lesions of deciduous molars. *J of Clinic and Diag Res.* 2017. 11(9): ZC71-ZC74.

Dressano D, Palialol AR, Xavier TA, Braga RR, Oxman JD, Watts DC, Marchi GM, Lima AF. Effect of diphenyliodonium hexafluorophosphate on the physical and chemical properties of ethanolic solvated resins containing camphorquinone and 1-phenyl-1,2-propanedione sensitizers as initiators. *Dent Mater.* 2016 Jun;32(6):756-64.

Ertan ERTAS, Ahmet Umut GÜLER, Ali Çagin YÜCEL, Hülya KÖPRÜLÜ, Eda GÜLER. Color stability of resin composites after immersion in different drinks. *Dent Mater J.* 2006 Jun;25(2):371-6.

Gelani R, Zandona AF, Lippert F, Kamocka MM, Eckert G. In vitro progression of artificial white spot lesions sealed with an infiltrant resin. *Operat Dent.* 2014; 39-5: 481-8.

Gölz L, Simonis RA, Reichelt J, Stark H, Frentzen M, Allam J-P, Probstmeier R, Winter J, Kraus D. In vitro biocompatibility of ICON® and TEGDMA on human dental pulp stem cells. *Dent Mater.* 2016; 32: 1052-64.

Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci.* 2009;117(4):442-6.

Gonçalves LS, Moraes RR, Ogliairi FA, Boaro L, Braga RR, Consani S. Improved polymerization efficiency of methacrylate-based cements containing an iodonium salt. *Dent Mater.* 2013 Dec;29(12):1251-5.

Gönülol N, Yilmaz F. The effects of finishing and polishing techniques on surface roughness and color stability of nanocomposites. *J Dent* 2012;40 (2):64-70.

Gugnani N, Pandit IK, Gupta M, Josan R. Caries infiltration of noncavitated white spot lesions: A novel approach for immediate esthetic improvement. *Contemp Clin Dent.* 2012 Sep;3(Suppl 2): S199-202.

Gugnani N, Pandit IK, Goyal V, Gugnani S, Sharma J, Dogra S. Esthetic improvement of white spot lesions and non-pitted fluorosis using resin infiltration technique: series of four clinical cases. *J Indian Soc Pedod Prev Dent.* 2014 Apr-Jun;32(2):176-80.

Kerby RE, Knobloch LA, Schricker S, Gregg B. Synthesis and evaluation of modified urethane dimethacrylate resins with reduced water sorption and solubility. *Dent Mater.* 2009; 25:302–13.

Kim TH, García-Godoy F, Ko CC, Park JK, Kim HI, Kwon YH. Effect of temperature on the mass and color stability of additional photoinitiator containing composite resins. *Dent Mater J* 2013;32(4):628-36.

Leland A, Akyalcin S, English JD, Tufekci E, Paravina R. Evaluation of staining and color changes of a resin infiltration system. *Angle Orthod.* 2016; 86:900-904.

Martino S, Tellez M, Santamaría RM, Gomez J, Ekstrand KR. Sealing distal proximal caries lesions in first primary molars: efficacy after 2.5 years. *Caries Res.* 2010; 44: 562-70.

Mathias C, Gomes RS, Dressano D, Braga, RR, Aguiar, FHB, Marchi, GM. Effect of diphenyliodonium hexafluorophosphate salt on experimental infiltrants containing different diluents. *Odontol.* 2018 Oct.

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.

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

Meyer-Lueckel H e Paris S. Improved resin infiltration of natural caries lesions. *J Dent Res.* 2008b; 87(12):1112–7.

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.

Meyer-Lueckel H, Bitter K, Paris S. Randomized controlled clinical trial on proximal caries infiltration: three-year follow-up. *Caries Res.* 2012;46(6):544-8.

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.

Ogliari FA, Ely C, Petzhold CL, Demarco FF, Piva E. Onium salt improves the polymerization kinetics in an experimental dental adhesive resin. *J Dent.* 2007;35(7):583–7.

Ogliari A, Ely C, Lima GS, Conde MCM, Petzhold CL. Onium salt reduces the inhibitory polymerization effect from an organic solvent in a model dental adhesive resin. *J Biomed Mater Res Part B Appl.* 2008;86: 113–8.

Paris S, Meyer-Lueckel H and Kielbassa AM. Resin infiltration of natural caries lesions. *J Dent Res.* 2007a; 86(7):662-6.

Paris S, Meyer-Lueckel H, Colfen H, Kielbassa A. Resin infiltration of artificial enamel caries lesions with experimental light curing resins. *Dent Mater J.* 2007b; 26:582-588.

Paris S e Meyer-Lueckel H. Masking of labial enamel white spot lesions by resin infiltration: a clinical report. *Quintessence Int.* 2009; 40:713–8.

Paris S, Bitter K, Renz H, Hopfenmuller W, and Meyer-Lueckel H. Validation of two dual fluorescence techniques for confocal microscopic visualization of resin penetration into enamel caries lesions. *Microsc Res Techn*. 2009. 72: 489–494

Paris S, Hopfenmuller W, Meyer-Lueckel H. Resin infiltration of caries lesions: an efficacy randomized trial. *J Dent Res*. 2010a; 89:823-826.

Paris S, Dörfer C, Meyer-Lueckel H. Surface conditioning of natural enamel caries lesions in deciduous teeth in preparation for resin infiltration. *J Dent*. 2010b; 38:65-71

Paris S e Meyer-Lueckel H. Inhibition of caries progression by resin infiltration in situ. *Caries Res*. 2010; 44:47–54.

Paris S, Schwentke F, Seddig S, Müller WD, Dörfer C, Meyer-Lueckel H. Micro-hardness and mineral loss of enamel lesions after infiltration with various resins: Influence of infiltrant composition and application frequency in vitro. *J Dent*. 2013; 41:543–48.

Paris S, Soviero VM, Seddig S, Meyer-Lueckel H. Penetration depths of an infiltrant into proximal caries lesions in primary molars after different application times in vitro. *Int J Paediatr Dent*. 2012a;22(5):349–55.

Paris S, Sevier VM, Chatzidakis AJ, Meyer-Lueckel H. Penetration of experimental infiltrants with different penetration coefficients and ethanol addition into natural caries lesions in primary molars. *Caries Res*. 2012b;46(2):113-7.

Park JK, Kim TH, Ko CC, Garcia-Godoy F, Kim HI, & Kwon YH. Effect of staining solutions on discoloration of resin nanocomposites. *American J Dent*. 2010. 23(1): 39-42.

Park J, Eslick J, Ye Q, Misra A and Spencer P. The influence of chemical structure on the properties in methacrylate-based dentin adhesives. *Dent Mater*. 2011; 27: 1086-93.

Peris A R, Mitsui F H O, Lobo M, Bedran-russo A K B, Marchi G M. Adhesive systems and secondary caries formation: Assessment of dentin bond strength, caries lesions depth and fluoride release. *Dent Mater*. 2007; 23: 308-16.

Rey N, Benbachirc, Bortolotto T and Krejci I. Evaluation of the staining potential of a caries infiltrant in comparison to other products. *Dental Mater J* 2014; 33(1): 86–91

Schwendicke F, Paris S, Stolpe M. Detection and treatment of proximal caries lesions: Milieu-specific cost-effectiveness analysis. *J Dent. Elsevier Ltd*; 2015;43(6):647–55.

Silva SN, Reich AM, DeLeon E Jr, Schafer T, Rueggeberg FA, Fortson WM Jr. Staining potential differences between an infiltrative resin and an esthetic, flowable composite. *J Esthet Restor Dent*. 2018 30(5): 457-463.

Song L, Ye Q, Ge X, Misra A, Spencer P. Tris (trimethylsilyl) silane as a co-initiator for dental adhesive : Photo-polymerization kinetics and dynamic mechanical property. *Dent Mater*. 2016; 32: 102–13.

Thumu J, Kadiyala A, Bollu IP, Ballullaya SV, Devalla S. Effect of staining solutions on the color stability of conventional and bulk fill nanohybrid resin composites: a a spectrophotometric analysis. *J Oper Dent Endodon*. 2017; 2(1):1-5.

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.

Wefel JS, Heilman JR, Jordan TH. Comparisons of in vitro root caries models. *Caries Res* 1995; 29: 2004-209.

ANEXOS

ANEXO I – COMITÊ DE ÉTICA

Certificado do Comitê de Ética e Pesquisa da Faculdade de Odontologia de Piracicaba (FOP-Unicamp) sob parecer de nº 2.158.953.



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



CERTIFICADO

O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa "Avaliação in vitro da profundidade de penetração e estabilidade de cor de infiltrantes experimentais em lesões iniciais de cárie em esmalte humano", CAAE 69342617.8.0000.5418, dos pesquisadores Janaina Emanuela Damasceno dos Santos e Giselle Maria Marchi Baron, satisfaz as exigências das resoluções específicas sobre ética em pesquisa com seres humanos do Conselho Nacional de Saúde – Ministério da Saúde e foi aprovado por este comitê em 06/07/2017.

The Research Ethics Committee of the Piracicaba Dental School of the University of Campinas (FOP-UNICAMP) certifies that research project "In vitro evaluation of depth penetration and color stability of experimental infiltrants on human enamel with early caries lesion", CAAE 69342617.8.0000.5418, of the researcher's Janaina Emanuela Damasceno dos Santos and Giselle Maria Marchi Baron, meets the requirements of the specific resolutions on ethics in research with human beings of the National Health Council - Ministry of Health, and was approved by this committee on July, 06 2017.

Profa. Fernanda Miori Pascon

Vice Coordenador
 CEP/FOP/UNICAMP

Prof. Jacks Jorge Junior

Coordenador
 CEP/FOP/UNICAMP

Nota: O título do protocolo e a lista de autores aparecem como fornecidos pelos pesquisadores, sem qualquer edição.
 Notice: The title and the list of researchers of the project appears as provided by the authors, without editing.

ANEXO II – RELATÓRIO DE ORIGINALIDADE

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E DA PROFUNDIDADE DE PENETRAÇÃO DE INFILTRANTES EXPERIMENTAIS EM LESÕES SUPERFICIAIS EM ESMALTE HUMANO

RELATÓRIO DE ORIGINALIDADE



FONTES PRIMÁRIAS

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | K.R. Ekstrand, A. Bakhshandeh, S. Martignon. "Treatment of Proximal Superficial Caries Lesions on Primary Molar Teeth with Resin Infiltration and Fluoride Varnish versus Fluoride Varnish Only: Efficacy after 1 Year", <i>Caries Research</i> , 2010 Publicação | 1% |
| 2 | www.freidok.uni-freiburg.de Fonte da Internet | 1% |
| 3 | www.sbpqo.org.br Fonte da Internet | 1% |
| 4 | repositorio.ufsm.br Fonte da Internet | 1% |
| 5 | repositorio.ufjf.br Fonte da Internet | 1% |
| 6 | www.frontiersin.org | |