

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO
Departamento de Odontologia Restauradora

DEBORAH BRITO SILVA GONÇALVES

**Desenvolvimento de infiltrantes resinosos para tratamento de lesões incipientes de
esmalte**

Orientadora: Profa. Dra. Regina Guenka Palma-Dibb

RIBEIRÃO PRETO

2024

DEBORAH BRITO SILVA GONÇALVES

**Desenvolvimento de infiltrantes resinosos para tratamento de lesões incipientes de
esmalte**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Faculdade Odontologia de Ribeirão Preto da
Universidade de São Paulo, como parte dos
requisitos para obtenção do grau de Cirurgiã-
Dentista.

Orientadora: Profa. Dra. Regina Guenka Palma-Dibb

RIBEIRÃO PRETO

2024

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por ter me proporcionado viver grandes coisas, sendo uma delas, a oportunidade de realizar esse curso, bem como ao meu marido, Ewerton D. Gonçalves, que me apoiou durante toda essa jornada, aos meus pais, minha madrasta, minhas avós e aos meus sogros também pelo apoio emocional e financeiro.

Agradeço à família que me acolheu desde o primeiro ano, minha veterana Juliane Bustamante, sua mãe e minha madrinha de casamento, Cristiane Bustamante e meu padrinho de casamento, Jacinto da Silva.

Agradeço aos docentes, em especial à Profa Dra. Regina Guenka Palma Dibb, a qual me ensinou não apenas a disciplina de Dentística, como a pesquisa e conselhos para a vida. Também agradeço à Profa Dra. Maria Bernadete Sasso Stuani, a qual também fez grande diferença na minha jornada na faculdade, me impulsionando a extrair o melhor de mim na disciplina de ortodontia preventiva. Ambas as docentes tem grande parcela no meu amor pelas disciplinas citadas.

Agradeço aos funcionários da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – USP que sempre solícitos em ajudar, principalmente agora durante a minha gestação. Aos meus colegas de classe, em especial à minha dupla Lívia Carrer Barboza Zapparoli, à minha primeira dupla, Georgia Kors Quiles e à minha dupla de estágio, Kamilla de Oliveira Ferreira, as quais fizeram parte dessa jornada na faculdade.

RESUMO

GONÇALVES, D.B.S. **Desenvolvimento de infiltrante resinoso para tratamento de lesões incipientes de esmalte.** 2024. 27 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2024.

Com a mudança para uma filosofia de odontologia minimamente invasiva focada no controle dos fatores etiológicos e emprego de procedimentos não invasivos na tentativa de paralisar ou reverter as lesões incipientes de esmalte, os infiltrantes resinosos vieram seguindo essa estratégia e introduzidos como um tratamento alternativo para lesões não cavitadas. A quitosana tem demonstrado melhores propriedades antimicrobianas e a prevenção da desmineralização do esmalte, e os biovidros, como o Biosilicato®, têm sido empregados como agentes remineralizantes, pois induzem a formação de hidroxiapatita carbonatada. Diante disso, o objetivo desse estudo *in vitro* foi verificar a influência da incorporação das nanopartículas de quitosana e o Biosilicato®, em diferentes concentrações, em infiltrante resinoso experimental na sua propriedade mecânica. Este estudo foi realizado em blocos completos casualizados. As respostas quantitativas foram: grau de conversão, sorção, solubilidade e resistência flexural. Através da análise de grau de conversão, foram determinadas as concentrações de 1% de nanoquitosana com diluente em álcool, 1% e 2,5% de nanoquitosana com diluente em HEMA e com base nesses resultados, optou-se em analisar as concentrações de 1% e 2,5% de Biosilicato® acrescido ao infiltrante resinoso experimental, para as análises de sorção e solubilidade, nas quais pôde-se observar que os infiltrantes com Biosilicato® apresentaram alta solubilidade e estatisticamente diferentes do controle e do de 1% de nanoquitosana com diluente em álcool ($p < 0,001$). Por sua vez, a nanoquitosana com diluente em HEMA apresentou resultados intermediários e semelhantes ao controle ($p > 0,05$). Para a sorção, não houve diferença estatística significativa observada entre os grupos e os tempos, tendo um comportamento semelhante entre si ($p > 0,05$). Devido o aumento da solubilidade do infiltrante resinoso com Biosilicato®, o material foi excluído dessa última etapa, e acrescentamos a concentração de 0,5% de nanoquitosana em HEMA em álcool, os quais diante das propriedades de resistência à flexão, módulo de elasticidade e deformação, todos os infiltrantes resinosos experimentais apresentaram resultados similares ao controle, ou seja, a inserção de nanopartículas não afetou as propriedades dos materiais. Conclui-se que a adição de nanoquitosana com diluentes em álcool e HEMA nas concentrações de 0,5% e 1% não alteraram o comportamento do infiltrante resinoso

experimental e apresentaram bons resultados na sua propriedade mecânica. Em contrapartida, foi observado nos infiltrantes resinosos com Biosilicato®, promoveu um aumento da solubilidade do material, concluindo que a sua adição alterou o comportamento do infiltrante resinoso experimental na sua propriedade mecânica.

Palavras-chave: Infiltrante resinoso. Propriedades físicas. Lesões de mancha branca. Cárie dentária. Grau de conversão. Resistência flexural. Sorção. Solubilidade.

ABSTRACT

GONÇALVES, D.B.S. **Development of resin infiltrant for treatment into enamel carious lesions.** 2024. 27 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2024.

With the advent of philosophy minimally invasive dentistry focused on the control of etiological factors and the application of non-invasive procedures in the attempt to paralyse or reverse enamel lesions, the resin infiltrants has following this strategy and were introduced as an alternative treatment for non-cavitated lesions. The Chitosan has demonstrated better antimicrobial properties and prevention on enamel demineralization, and the bioglasses, such as Biosilicate®, have been employed as remineralizing agentes, because they induce the formation of carbonate hydroxyapatite. Therefore, the objective of this in vitro study was research the influence of the incorporation of Chitosan nanoparticles and Biosilicate®, in different concentrations, in na experimental resin infiltrant on its mechanical property. This study was conduced in randomized complete blocks. The quantitative responses were: degree of conversion, sorption, solubility and flexural strenght. Through the analysis of the degree of conversion, were determined the concentrations of 1% of nanochitosan with diluent in alcohol, 1% and 2,5% of nanochitosan with diluent in HEMA and based on these results, it was decided to analyse the concentrations on 1% and 2,5% of Biosilicate® added to the experimental resin infiltrant, for the sorption and solubility analyses, in which it can be observed the resin infiltrant added with Biosilicate® showed high solubility statistically different from the group control and with 1% of nanochitosan with diluente in alcohol ($p < 0,001$). In turn, the nanochitosan with diluent in HEMA has intermediar results and similar to the control ($p > 0,05$). For the sorption there was not a significant statistical difference between the groups and times, takking into behavior similar to each other ($p > 0,05$). Due to the high solubility of the resin infiltrator with Biosilicate®. Due the high solubility of the resin infiltrant with Biosilicate, the material was excluded from this last step, and we added a concentration of 0,5% of nanochitosan in HEMA and alcohol, in view of the properties of flexural strength, modulus of elasticity and deformation, all the experimental resin infiltrants showed similar results to the control, that is, the insertion of nanoparticles did not affect the properties of the materials. It was concluded that the addition of nanochitosan with diluents alcohol and HEMA at concentrations of 0,5% and 1% did not modify the behavior of experimental resin infiltrant and presented good results in its mechanical property. On the

counterpart, it was observed in the resin infiltrants added to Biosilicate®, there was an increase in the solubility of the material, concluding that its addition altered the behavior of the experimental resin infiltrant in its mechanical property.

Keywords: Resin infiltrant. Physical properties. White spot lesion. Dental Caries. Degree of conversion. Flexural strength. Sorption. Solubility.

.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	09
2. OBJETIVOS	12
3. MATERIAIS E MÉTODOS	13
3.1. SÍNTESE DA QUITOSANA NANOPARTICULADA	13
3.2. FORMULAÇÃO DO INFILTRANTE RESINOSO	13
3.3. INFILTRANTE RESINOSO COM NANOQUITOSANA OU BIOSILICATO®	14
3.4. GRAU DE CONVERSÃO	14
3.5. SORÇÃO E SOLUBILIDADE	15
3.6. RESISTÊNCIA FLEXURAL	15
3.7. ANÁLISE DE DADOS	16
4. RESULTADOS	17
5. DISCUSSÃO	19
6. CONCLUSÃO	22
REFERÊNCIAS	23

1. INTRODUÇÃO

A cárie dentária é uma doença de alta prevalência que afeta os tecidos dentais mineralizados e ainda é um grande desafio na odontologia, mesmo com a implementação de programas preventivos. É uma doença multifatorial que envolve fatores microbianos, comportamentais, genético e ambiental (ZHANG et al. 2022). Seu desenvolvimento está relacionado à cariostase, que é resultado da alteração do equilíbrio entre os processos de desmineralização e remineralização do esmalte dental (BEHROUZI et al, 2020).

Com a Odontologia moderna, atualmente vem-se empregando a Filosofia de Odontologia minimamente invasiva focada no controle dos fatores etiológicos e no emprego de procedimentos não invasivos na tentativa de paralisar ou reverter as lesões incipientes ou microinvasivas como barreira a fim de não permitir que a cárie continue progredindo. Desta forma, devem ser considerados como primeira opção de tratamento para a cárie no estágio inicial, associado à melhora da higiene bucal por meio de instruções de higiene oral, controle da dieta e aplicação tópica de flúor (PERDIGÃO, 2020; VAN AMERONGEN et al., 1992; VILA VERDE et al., 2009; PUNYANIRUN et al., 2018; GIACAMAN et al., 2022).

Seguindo a abordagem microinvasiva, os infiltrantes resinosos foram introduzidos como um tratamento alternativo para lesões não cavitadas, para preenchimento do interior do esmalte desmineralizado, através da sua capacidade de infiltração nas porosidades do tecido e por ser um material resinoso de baixa viscosidade e hidrofóbico, permite a proteção do esmalte dentário (MEYER-LUECKEL et al., 2008; KIM et al., 2011; AMMARI et al., 2014; DOMÉJAN et al., 2015; FLOR-RIBEIRO et al 2019; PERDIGÃO, 2020). A sua indicação é para lesões de cárie de superfícies lisas e proximais de esmalte com profundidade de até o primeiro terço da dentina, visto em exame radiográfico interproximal, em que não ocorreu a quebra da superfície de esmalte (ARAÚJO et al., 2013; PARIS et al., 2014).

Apesar de ser um material que protege a área afetada, são materiais que não apresentam bioatividade, para reforçar as estruturas adjacentes, e com intuito de obter infiltrantes resinosos com propriedades ideais, diversas formulações vêm sendo pesquisadas, tais como alteração da composição química, adição de partículas bioativas como quitosana, vidro bioativo de zinco de policarboxilato e silicato de cálcio modificado com fosfato beta tricálcico, na tentativa de alcançar propriedades químico-físicas melhoradas e adequada profundidade de penetração (PARIS et al., 2006; PARIS et al., 2007; MEYER-LUECKEL et al., 2008; ARAÚJO et al., 2013; PARIS et al., 2013; SFALCIN et al., 2016; MATHIAS et al.,

2019; FLOR-RIBEIRO et al., 2019; NÓBREGA et al., 2020; YU et al 2020; HOSSEIN et al 2020).

Poucos estudos analisaram o efeito antimicrobiano do infiltrante resinoso (FLOR-RIBEIRO et al 2019), bem como suas propriedades nas estruturas adjacentes das lesões tratadas. No entanto, dentre os poucos estudos, os infiltrantes resinosos experimentais tem sido avaliados em análises, como a microdureza (NÓBREGA et al., 2020), resistência à desmineralização (PARIS et al., 2013), grau de conversão (SFALCIN et al., 2016; FLOR-RIBEIRO et al., 2019), força coesiva (MATHIAS et. Al, 2019), profundidade de penetração (ARAÚJO et al. 2013), solubilidade e sorção de água (SFALCIN et al., 2016; MATHIAS et al., 2019) e resistência à flexão (FLOR-RIBEIRO et al., 2019). De acordo com os resultados obtidos, pode-se observar que a incorporação de biopolímeros e partículas bioativas como a quitosana e biovidros em infiltrantes resinosos experimentais podem melhorar as propriedades químico-mecânicas e propriedades anticariogênicas (FLOR-RIBEIRO et al 2019; YU et al 2020; HOSSEIN et al 2020).

A quitosana é um polissacarídeo proveniente da desacetilação da quitina obtida de exoesqueleto de artrópodes. É considerada biocompatível, biodegradável, não tóxica e um agente natural antibacteriano (ELASKA, 2012; MAHAPOKA et al., 2012). Além da sua propriedade antibacteriana e inibição da formação de biofilme, a quitosana apresenta a capacidade de agir como barreira na penetração de ácidos, interferindo no processo de desmineralização do esmalte dentário (ELSAKA, 2012; FLOR- RIBEIRO et al., 2019), além de poder atuar como um reforço na estrutura dos infiltrantes resinosos, sendo capaz de aumentar a resistência mecânica destes (FLOR-RIBEIRO et. al, 2019). As nanopartículas da quitosana ao serem avaliadas, possuem a vantagem adicional de abranger uma maior área de superfície e densidade de carga, que sinalizam a possibilidade de ter uma melhor interação com o meio que é adicionada (SENTHIL KUMAR et al., 2017).

Os vidros bioativos têm a capacidade de remineralizar estruturas dentárias, principalmente através do contato com a saliva e os fluidos bucais, contribuindo para a formação de hidroxiapatita carbonatada (SILVEIRA et. al., 2019). Dentre dos diferentes vidros bioativos tem-se o Biosilicato® que apresenta alta reatividade com a saliva e as estruturas adjacentes, apresentando resultados de inibir o processo de desmineralização do esmalte dental (SILVEIRA et al 2019; RENNO et al 2013; CHINELATTII et al 2017).

Não há informações suficientes sobre o potencial benéfico ou a influência oferecida pela incorporação de partículas bioativas nas propriedades químico-físicas dos infiltrantes

resinosos, sendo desta maneira, importante investigar as propriedades mecânicas com diferentes tipos de partículas bioativas (SFALCIN et al., 2017).

Assim, diante da necessidade de obter um material bioativo para melhorar a interface adesiva e diminuir a susceptibilidade a cárie secundária que por consequência, proporcionaria maior longevidade do procedimento minimamente invasivo, se faz a proposta de verificar a possibilidade de agregar as nanopartículas de quitosana e o Biosilicato® em infiltrante resinoso experimental, a fim de verificar se há viabilidade do material com as suas propriedades otimizadas.

2. OBJETIVOS

Sendo assim, o objetivo do presente estudo *in vitro* foi avaliar a influência da incorporação das nanopartículas de quitosana e o Biosilicato®, em diferentes concentrações, em um infiltrante resinoso experimental na sua propriedade mecânica (grau de conversão, sorção, solubilidade e a resistência flexural).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram sintetizados dois tipos de nanoquitosanas, sendo elas a nanoquitosana com o diluente em álcool e a nanoquitosana com o diluente em HEMA, as quais foram adicionadas a um infiltrante resinoso experimental. Além do mais, foi adquirido o pó de Biosilicato® (Vetrovita, São Carlos, SP- Brasil) para ser empregado no presente estudo.

3.1. Síntese da Quitosana nanoparticulada

A solução foi preparada seguindo o protocolo empregado por SHI et al (2006). Em solução aquosa de ácido acético a 1%, foi adicionado 0,5% em peso de quitosana (Sigma-Aldrich, Saint Louis, MO 63103, USA) e permaneceu em agitação por 24h, e então o pH foi ajustado em 4,6. Foi manipulada solução aquosa com TPP (sodium tripolyphosphate - Sigma-Aldrich, Saint Louis, MO 63103, USA) na proporção de 2:1 (solução de quitosana: solução de TPP) e adicionado a solução de quitosana em agitação a 600rpm. Em seguida, foi realizada a lavagem com água deionizada sob centrifugação. O sobrenadante foi descartado e diluído o decantante com água deionizada, homogeneizado e centrifugado. Ao finalizar os 4 ciclos, o decantante foi diluído em álcool etílico absoluto e repetido o processo por mais 4 vezes. Para o diluente no HEMA ao final do processo com o álcool, o decantante foi diluído em HEMA e repetido o processo por mais 4 vezes. Ao final foi obtido o gel de nanoquitosana com diluente em álcool e o gel de nanoquitosana com diluente em HEMA, e então caracterizados em FITR-ATR.

3.2. Formulação do infiltrante resinoso

A formulação do infiltrante resinoso foi realizada em duas fases. A primeira consistiu na obtenção da solução base e a segunda é o infiltrante resinoso propriamente dito. Para a solução base foi utilizado 75% de TEGDMA (triethylene glycol dimethacrylate) e 25% de BISEMA (bisphenol A ethoxylate dimethacrylate) os quais foram agitados no agitador magnético por 5 minutos. Em seguida, para a formulação do infiltrante resinoso, utilizou-se 88,5% da solução base, 10% de HEMA (2-hydrodeyethyl methacrylate), 0,5% de canforoquinona e 1% de EDAB (4-

dimetilaminobenzoato de etila), em que precisou ser agitada por 24h em agitador magnético.

3.3. Infiltrante resinoso com Nanoquitosana ou Biosilicato®

Ao infiltrante resinoso experimental foi adicionado diferentes concentrações de nanoquitosana com diluente em álcool e nanoquitosana com diluente em HEMA para posteriormente realizar a primeira etapa de análise, o grau de conversão através da microdureza superficial, em que foram selecionadas as concentrações de 1%, 2,5%, 5%, 7,5%, 10% e 15%. Nessa etapa o Biosilicato® não foi utilizado nas devidas concentrações, pois optou-se por determinar as melhores concentrações de nanoquitosana e então, para a análise seguinte, observar os resultados do Biosilicato® frente a sorção e solubilidade nas concentrações pré-determinadas na análise de grau de conversão.

3.4. Grau de Conversão

O grau de conversão foi realizado pela análise de microdureza superficial utilizando o microdurômetro (Micro Hardness Tester HMV-2.000, Shimadzu Corporation, Kyoto-Japan) com penetrador piramidal tipo Knoop e carga estática de 10gf, aplicada por 20 segundos. Foi selecionada uma matriz metálica de 4mm de diâmetro e 1mm de espessura para confecção dos corpos de prova. Na confecção dos espécimes, foi utilizado o conta gotas para colocar o infiltrante resinoso na matriz e posteriormente uma lâmina de vidro com o intuito de padronizar a superfície dos espécimes. Em seguida, o infiltrante resinoso foi fotopolimerizado por 40 segundos por meio do fotoativador LED Valo Ultradent (1000mw/cm²), e assim cada espécime foi levado ao microdurômetro. Os espécimes que puderam ter a endentação mensuradas foram selecionados para a análise de sorção e solubilidade, sendo estes nas concentrações de 1% em álcool, 1% e 2,5% em HEMA, e selecionado 1% e 2,5% de Biosilicato®. O grupo controle foi o infiltrante resinoso experimental sem partículas adicionadas.

3.5. Sorção e Solubilidade

Foram confeccionados espécimes (6mmx1mm) de cada grupo (n=10), totalizando 60 espécimes. A fim de obter a polimerização dos espécimes, foi realizada a fotoativação por 40 segundos inicial, em seguida, ao movimentar a matriz, com o intuito de remover o corpo de prova foi realizada uma segunda fotoativação de 40 segundos e finalizado, após removido o espécime da matriz, uma nova fotoativação de 40 segundos. Para essa etapa os espécimes foram armazenados em um dessecador a 37°C e pesados após 24h até a obtenção da massa constante (m1). O volume (V) dos espécimes (mm³) foi calculado medindo a espessura e o diâmetro com paquímetro digital. Os espécimes foram imersos em 5ml de água deionizada a 37°C, pesados e calculado a massa após 24h, 48h, 7d, 14d, 21d e 28d de cada armazenamento (m2). Posteriormente, foram secos no dessecador e pesados até a obtenção de uma massa constante final (m3). Os valores de sorção (WS), em µg/mm³, para cada um dos espécimes, foram obtidos pela equação $WS = (m2 - m3)/V$; onde m2 é a massa do corpo de prova, em µg, após a imersão e m3 é a massa dessecada (2ª vez) do corpo de prova em µg e V é o volume da amostra. Para o teste de solubilidade(S), foram calculados os valores de S, em µg/mm³, usando-se a seguinte equação - $S = (m1-m3)/V$; em que m1 é a massa do corpo de prova antes da imersão e m3 é a massa ao final do corpo de prova em µg.

3.6. Resistência Flexural

As concentrações da nanoquitosana foram determinadas na sorção e solubilidade e com isso, foram selecionadas as concentrações de 0,5% e 1% para cada grupo em álcool e em HEMA. Para o estudo de análise de resistência flexural, foi utilizado uma matriz de teflon em forma de barra (24mm x 2mm x 2mm), para confecção de 50 espécimes (n=10). A fim de padronizar os infiltrantes resinosos foram inseridos na matriz com auxílio de uma pipeta de vidro. Os espécimes foram fotopolimerizados (fotoativador LED VALO Ultradent) por 40 segundos em 3 pontos, e quando removidos da matriz de teflon, por mais 40 segundos na face oposta àquela polimerizada na matriz. Os espécimes foram armazenados em água destilada em estufa a 37°C por um período de 24h, para então serem submetidos ao teste de flexão (3 pontos) através da máquina de ensaio universal (Instron 8871, Instron, MA, USA) utilizando uma célula de carga de 50N e velocidade de 0,5mm/minuto. A resistência

flexural foi obtida utilizando a expressão $RF = 3F1/2bd^2$, sendo “F” a carga utilizada para a fratura, “l” (mm) a distância entre os dois suportes (10mm), ‘b’ (mm) a largura e ‘d’ a espessura do espécime (FLOR-RIBEIRO et al., 2019). Durante a execução do ensaio, obteve-se também o módulo de elasticidade e a deformação inelástica dos espécimes.

3.7. Análise de dados

Os dados foram analisados quanto à distribuição e homogeneidade, e como se apresentou normal e homogêneo, empregando o teste ANOVA a 1 critério a nível de significância de 5% para a resistência flexural e ANOVA 1 critério -solubilidade e 2 critérios – sorção e para diferenciação das médias empregou-se teste de Fisher LSD a nível de significância de 5%.

4. RESULTADOS

Na análise dos dados observou-se que os infiltrantes resinosos acrescidos de Biosilicato® apresentaram alta solubilidade e estatisticamente diferente do controle e do de 1% de nanoquitosana com diluente em álcool ($p < 0,001$). Por sua vez, a nanoquitosana com diluente em HEMA apresentou resultados intermediários e semelhantes ao controle ($p > 0,05$). (Tabela 1).

Tabela 1. Média e desvio-padrão da Solubilidade ($\mu\text{m}/\text{mm}^3$) dos diferentes materiais em imersão em água.

Grupo	Média±DP*
Controle	36,00±27,90 a
Alcool 1%	36,19±17,05 a
HEMA 1%	37,98±20,82 ab
HEMA 2,5%	61,61±46,92 ab
Biosilicato® 1%	69,71±31,93 b
Biosilicato® 2,5%	161,72±61,19 c

*Mesma letra indica similaridade estatística ($p > 0,05$)

Fonte: Autora.

Na análise de sorção observou-se que houve diferença entre os materiais, sendo o infiltrante resinoso com Biosilicato® a 2,5% a apresentar maior sorção e diferença estatística do controle, dos infiltrantes resinosos com diluente em HEMA 1% e 2,5% e o com diluente em álcool 1% ($p < 0,05$). Quanto ao tempo, houve a diminuição gradativa e significativa do início aos 28 dias ($p < 0,05$). Os dados obtidos podem ser observados na Tabela 2 e na Figura 1.

Tabela 2. Média e desvio-padrão ($\mu\text{m}/\text{mm}^3$) da Sorção dos diferentes materiais/tempo em imersão em água.

24h	48h	7d	14d	21d	28d
93,56±36,56 a	110,16±24,32 a	103,18±18,19 a	104,38±25,72 a	101,34±19,55 a	100,95±21,31 a
124,11±14,10 b	121,12±16,65 ab	118,68±10,42 a	116,91±13,17 ab	114,44±13,28 ab	114,86±8,85 ab
120,59±24,98 b	127,51±15,16 ab	121,18±14,51 ab	120,35±14,43 ab	119,40±17,22 ab	119,70±14,10 ab
121,99±39,19 b	123,27±20,98 ab	118,25±22,19 a	117,25±23,09 ab	115,36±20,92 ab	112,61±17,60 ab
126,91±39,52 b	126,67±23,91 ab	126,86±19,02 ab	125,23±26,47 ab	121,34±23,60 ab	117,58±26,79 ab
181,84±21,73 c	169,54±57,21 b	145,11±19,54 b	140,46±18,17 b	131,83±17,89 b	134,01±18,55 b

*Mesma letra indica similaridade estatística em comparação dentro da coluna ($p > 0,05$).

Fonte: Autora.

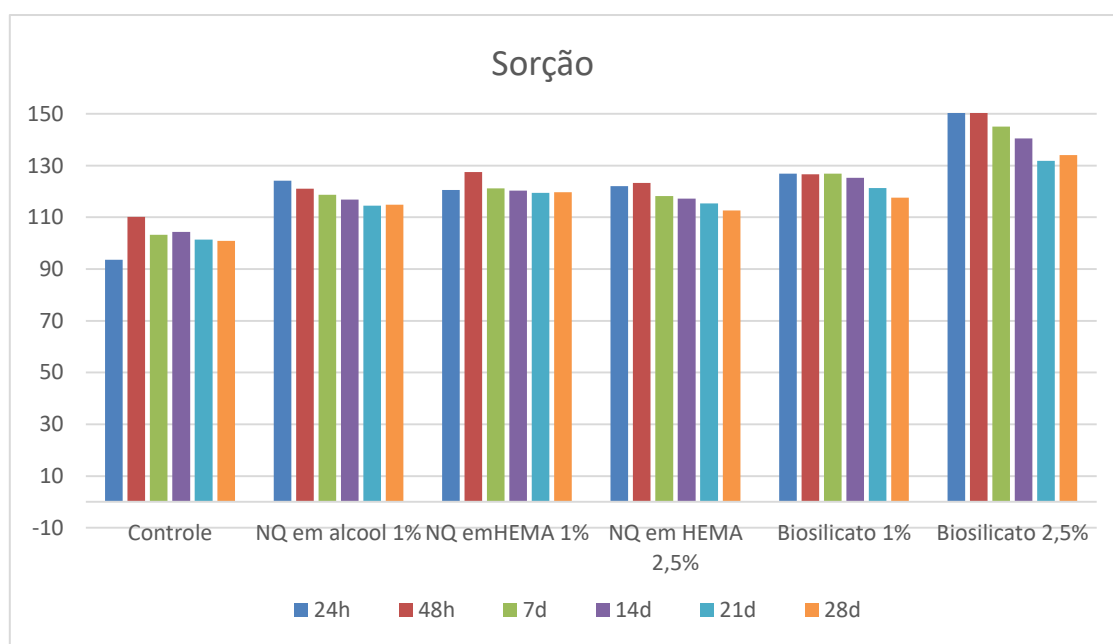


Figura 1. Sorção (µm/mm³) dos diferentes materiais em relação ao tempo.

Fonte: Autora.

Em função dos resultados de solubilidade e sorção, foram selecionadas as concentrações de nanoquitosana com diluente em álcool e em HEMA a 1%, e optou-se acrescentar a concentração de 0,5% a fim de avaliar os resultados frente a análise de resistência flexural, excluindo de acordo com os resultados nas análises anteriores, os grupos de infiltrante resinoso experimental que continham o Biosilicato®.

Na análise dos dados observou que para as três propriedades analisadas, todos os infiltrantes resinosos experimentais apresentaram resultados similares ao controle, ou seja, a inserção de nanopartículas não afetou as propriedades dos materiais (Tabela 3).

Tabela 3. Média e desvio padrão dos diferentes infiltrantes resinosos nas propriedades analisadas.

Grupo	Resistência a Flexão (Mpa)*	Modulo de Elasticidade (GPa)*	Deformação (mm)*
Controle	20,42± 5,15 a	331,53± 110,80 a	3,41± 1,03 a
0,5% em álcool	18,79± 4,09 a	320,34± 67,45 a	3,25± 0,89 a
0,5% em HEMA	20,74± 4,24 a	355,14± 96,76 a	3,15± 0,67 a
1% em álcool	18,07± 7,39 a	273,65± 115,92 a	2,90± 1,58 a
1% em HEMA	18,58± 5,80 a	348,10± 109,89 a	2,63± 0,93 a

*Comparação em coluna, mesma letra significa similaridade estatística.

Fonte: Autora.

5. DISCUSSÃO

A inclusão de agentes antimicrobianos no infiltrante resinoso experimental estão sendo propostos, considerando que os materiais restauradores que apresentam atividade antimicrobiana são úteis na eliminação de efeitos nocivos e microinvasão de bactérias na estrutura dentária (FLOR RIBEIRO, et al. 2019). Assim, é considerada importante a inovação de estudos os quais venham propor a avaliação de melhorias na composição dos agentes infiltrantes, tais como as propriedades mecânicas desses materiais com a incorporação de partículas bioativas e/ou antimicrobianas, avaliando a influência dessas incorporações nas propriedades químico-físicas dos infiltrantes (SFALCIN, et. al. 2017; FLOR-RIBEIRO, et. al. 2019).

Os infiltrantes resinosos experimentais têm sido estudados na literatura, incluindo aqueles que são à base de trietilenoglicol dimetracrilato (TEGDMA), devido aos bons resultados na redução da progressão da lesão cáries. Bem como a incorporação de monômeros, diluentes e solventes utilizados para obter um material com baixa viscosidade, estado rígido após a polimerização e alta capacidade de penetração. Desta forma, tem se empregado a adição de bisfenol-A etoxilato dimetacrilato (BisEMA), monômero este que permite reduzir a viscosidade e é menos suscetível à sorção de água (FLOR RIBEIRO, et al. 2019; SFALCIN, et. al. 2017; MATHIAS, et. al. 2019; ZAGO, et. al. 2023; SOUZA, et al. 2023).

Diante disso, é importante salientar que a discussão do presente estudo é complexa a ser realizada em virtude de poucos estudos empregando a Quitosana e o Biosilicato® em infiltrantes resinosos, e nenhum estudo empregando o uso da nanoquitosana no infiltrante resinoso experimental. A Quitosana nanoparticulada foi selecionada ao estudo devido a possibilidade de melhor interação com o meio que é adicionada e abranger uma maior área de superfície (SHENTIL KUMAR et al., 2017). Desta forma, a discussão dos resultados será comparada com a quitosana, não em seu estado nanoparticulado, e com isso, propõe-se que mais estudos sejam realizados avaliando a incorporação de nanoquitosana no infiltrante resinoso experimental e análises das propriedades químico-físicas do material.

No presente estudo observou que os infiltrantes resinosos com Biosilicato® apresentaram alta solubilidade que grupo controle e do de 1% de nanoquitosana com diluente em álcool. O estudo que avaliou efeitos da incorporação de partículas bioativas nas propriedades físicas em infiltrante resinoso experimental, e na análise dos resultados

de solubilidade, os grupos que tiveram a adição de Biosilicato® apresentaram valores maiores que os demais grupos, sendo possível identificar maiores índices de solubilidade (SOUZA, et al., 2023). Esse aumento de solubilidade pode estar relacionado à dissolução de partículas no meio aquoso, que para materiais a base de resina contendo partículas bioativas o desprendimento de partículas da matriz seria devido à não silanização, a qual proporciona uma menor qualidade da rede polimérica (SOUZA, et. al., 2023).

Em relação à sorção, o infiltrante resinoso acrescido de 2,5% de Biosilicato® apresentou maior sorção. Apesar não ter testado o infiltrante resinoso comercial (Icon), a literatura (SOUZA et. al. 2023) demonstra baixos valores de sorção em relação em comparação aos grupos que apresentavam o Biosilicato® nas concentrações de 5% ou de 10%. Os materiais resinosos sofrem uma degradação hidrolítica, a qual reduz as propriedades físico-mecânicas e por consequência a sua longevidade, e assim para os grupos que contém partículas bioativas, o aumento da sorção pode ser atribuído ao aumento da hidrofilicidade dos compósitos devido à sua adição (SOUZA, et. al., 2023). Porém a solubilidade do infiltrante resinoso com diluente em álcool 1% apresentou resultados semelhantes ao controle, similarmente FLOR RIBEIRO, et al. também apresentou baixa solubilidade com a quitosana,

Em função dos resultados positivos nas concentrações de 1% de nanoquitosana com diluente em álcool e da nanoquitosana com diluente em HEMA, acrescidos no infiltrante resinoso experimental, optou-se em estudar a possibilidade de reduzir para 0,5% a concentração e avaliar no teste de resistência flexural os seus resultados. Como apresentados, os resultados de todos os infiltrantes resinosos experimentais foram similares ao controle, indicando que a inserção das nanopartículas não afetou as propriedades dos materiais. FLOR RIBEIRO et. al., fez a análise de resistência flexural comparando seus resultados entre os grupos que receberam diferentes concentrações de quitosana e sal iodado nos infiltrantes resinosos experimentais, e concluiu que a adição de 0,12% de Quitosana e 0,5% de sal iodado aumentou a resistência a flexão comparado aos outros grupos, indicando que a força do infiltrante aumentaria com a agregação dos dois componentes nessa mesma concentração, melhorando as propriedades do material dentário. Não é possível realizar a comparação com presente estudo por ser partículas de tamanho e disposição diferentes do presente estudo (FLOR RIBEIRO, et. al., 2019).

A nanoquitosana apresenta um aumento na cristalinidade comparado à quitosana, devido ao seu tamanho na faixa de 110-235nm, o que indica que quanto

menor o tamanho, menor é o espaço interpartículas, resultando em um ambiente mais homogêneo do material, reduzindo no coeficiente de atrito e melhorando a resistência ao desgaste do material (KUMAR, et. al., 2017). No estudo de KUMAR, et. al., a nanoquitosana foi incorporada ao cimento de ionômero de vidro e apresentou, em seus resultados, a melhora da resistência à compressão, resistência à flexão, resistência ao desgaste e a liberação de íons flúor, comparado com o cimento de ionômero de vidro sem a adição de nanoquitosana, indicando que o aumento da resistência à compressão e a resistência ao desgaste poderiam melhorar a vida útil do material em áreas de alta tensão. Bem como a incorporação da nanoquitosana ao cimento de ionômero de vidro, reduziu a tensão superficial e melhorou a adesão entre os componentes, e que a diminuição ou ausência de espaços interparticulares promovem o aumento da resistência à compressão, força de flexão e resistência ao desgaste.

Esse resultado com a quitosana em nanopartícula pode ser estudada em futuros estudos, pois observa-se que a taxa de penetração de agentes antimicrobianos como a nanoquitosana pode penetrar na matriz celular de biofilmes gerando a destruição da membrana plasmática e morte celular das bactérias. Sendo esse resultado observado em estudos recentes (IKONO, et. al., 2019) em que a nanoquitosana exibiu atividade antimicrobiana em espécies duplas de *Streptococcus mutans* e *Cândida Albicans*.

Assim, a nanoquitosana tem apresentado variedade de aplicações devido às diversas propriedades vantajosas, tais como a sua biocompatibilidade e biodegradabilidade, não toxicidade, seu efeito hemostático, propriedades bacteriostáticas, fungistáticas, anticancerígenas, antibacterianas e adesivas, bem como o seu baixo custo (GUIMARÃES, et. al., 2020). Sugere-se, desta forma, novos estudos a respeito do infiltrante resinoso experimental e a incorporação de nanoquitosana nessas e outras propriedades mecânicas e químicas, a fim de avaliar se a incorporação dessas nanopartículas potencializam as qualidades do agente infiltrante e sua interação com os tecidos bucais.

6. CONCLUSÃO

Pode-se concluir que a adição de nanoquitosana com diluentes em álcool e em HEMA nas concentrações de 0,5% e 1% não alteraram o comportamento do infiltrante resinoso experimental e apresentaram bons resultados na sua propriedade mecânica, a de 1% nas análises de grau de conversão, sorção, solubilidade e somada a concentração de 0,5%, nos resultados de resistência flexural.

Em contrapartida, foi observado nos infiltrantes resinosos experimentais acrescidos de Biosilicato®, promoveu aumento da solubilidade do material, concluindo que a sua adição alterou o comportamento do infiltrante resinoso experimental na sua propriedade mecânica.

REFERÊNCIAS

AMMARI MM, SOVIERO VM, DA SILVA FIDALGO TK, et al. **Is non-cavitated proximal lesion sealing an effective method for caries control in primary and permanent teeth? A systematic review and meta-analysis.** J Dent. 2014;42(10):1217-1227. doi:10.1016/j.jdent.2014.07.015.

ARAÚJO GSA, SFALCIN RA, ARAÚJO TGF, ALONSO RCB, PUPPIN-RONTANI RM. **Evaluation of polymerization characteristics and penetration into enamel caries lesions of experimental infiltrants.** J Dent. 2013;41(11), 1014–1019. doi.org/10.1016/j.jdent.2013.08.019.

BAGHERI H, NAMDAR F, HOSSEINI RIVANDI M, ASADI S. **Color properties of artificial white spot lesions treated by experimental resin infiltrants containing bioactive glass and nano- fluorohydroxyapatite.** Int J Esthet Dent. 2020;15(3):334–43.

BEHROUZI P, HESHMAT H, HOORIZAD GANJKAR M, TABATABAEI SF, KHARAZIFARD MJ. **Effect of Two Methods of Remineralization and Resin Infiltration on Surface Hardness of Artificially Induced Enamel Lesions.** J Dent (Shiraz, Iran), 2020;21(1):12–7.

CHINELATTI MA, TIRAPELLI C, CORONA SAM, JASINEVICIUS RG, PEITL O, ZANOTTO ED, et al. **Effect of a bioactive glass ceramic on the control of enamel and dentin erosion lesions.** Braz Dent J. 2017;28(4):489–97.

DOMÉJEAN S, DUCAMP R, LÉGER S, HOLMGREN C. **Resin infiltration of non-cavitated caries lesions: a systematic review.** Med Princ Pract. 2015;24(3):216-221. doi:10.1159/000371709.

EDUNOORI R, DASARI AK, CHAGAM MR, VELPULA DR, KAKULLOOR JS, RENUKA G. **Comparison of the efficacy of Icon resin infiltration and Clinpro XT varnish on remineralization of white spot lesions: An in-vitro study.** J Orthod Sci. 2022 May 4;11:12

FLOR-RIBEIRO MD, GRAZIANO TS, AGUIAR FHB, STIPP RN, MARCHI GM, **‘Effect of Iodonium Salt and Chitosan on the Physical and Antibacterial Properties of Experimental Infiltrants**. Braz Oral Res. 2019;15;33:e075. doi.org/10.1590/1807-3107BOR-2019.VOL33.0075>.

GIACAMAN RA, FERNÁNDEZ CE, MUÑOZ-SANDOVAL C, LEÓN S, GARCÍA-MANRÍQUEZ N, ECHEVERRÍA C, VALDÉS S, CASTRO RJ, GAMBETTA-TESSINI K. **Understanding dental caries as a non-communicable and behavioral disease: Management implications**. Front Oral Health. 2022 Aug 24;3:764479. doi: 10.3389/froh.2022.764479. PMID: 36092137; PMCID: PMC9448953.

GUIMARÃES MF, PIGHINELLI L, PAZ RL, KMIEC M, ZEHETMEYER G, BECKER CM, ESCOBAR CF, DOS SANTOS LA. **Chemical and physical properties of nanocrystalline chitosan by the method: Modified nanochitosan complex and process of obtaining modified nanochitosan**. Carbohydr Res. 2020 Jul;493:108035. doi: 10.1016/j.carres.2020.108035. Epub 2020 May 21. PMID: 32497942

IKONO, R., VIBRIANI, A., WIBOWO, I. *et al.* **Nanochitosan antimicrobial activity against *Streptococcus mutans* and *Candida albicans* dual-species biofilms**. BMC Res Notes **12**, 383 (2019). <https://doi.org/10.1186/s13104-019-4422-x>

KIM S, KIM EY, JEONG TS, KIM JW. **The evaluation of resin infiltration for masking labial enamel white spot lesions**. Int J Paediatr Dent. 2011;21(4):241-248. doi:10.1111/j.1365-263X.2011.01126.x.

KIM, D. A., LEE, J. H., JUN, S. K., KIM, H. W., ELTOHAMY, M., & LEE, H. H. **Solgel-derived bioactive glass nanoparticle-incorporated glass ionomer cement with or without chitosan for enhanced mechanical and biomineralization properties**. Dental Materials. 33,n.7,p. 805–817,2017. doi.org/10.1016/j.dental.2017.04.017

MATHIAS C, GOMES RS, DRESSANO D, BRAGA RR, AGUIAR FHB, MARCHI GM. **Effect of diphenyliodonium hexafluorophosphate salt on experimental**

infiltrants containing different diluents. *Odontology.* 2019;107.2, 202-228.doi.org/10.1007/s10266-018-0391-0>.

MEYER-LUECKEL H, CHATZIDAKIS A, NAUMANN M, DÖRFER CE, PARIS S (2011) **Influence of application time on penetration of an infiltrant into natural enamel caries.** *J Dent* 39:465–469

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):223-230. [doi:10.1159/000099323](https://doi.org/10.1159/000099323).

MEYER-LUECKEL H, PARIS S. **Improved resin infiltration of natural caries lesions.** *J Dent Res.* 2008;87(12):1112-1116. [doi:10.1177/154405910808701201](https://doi.org/10.1177/154405910808701201).

NÓBREGA MTC, DANTAS ELA, ALONSO RCB, ALMEIDA LFD, PUPPIN-RONTANI RM, SOUSA FB. **Hydrolytic degradation of different infiltrant compositions within different histological zones of enamel caries like-lesions.** *Dent Mater J.* 2020;39(3):449-455. [doi:10.4012/dmj.2019-108](https://doi.org/10.4012/dmj.2019-108).

PARIS, S.; SOVIERO, V.M.; SCHUCH, M.; MEYER-LUECKEL, H. **Pretreatment of Natural Caries Lesions Affects Penetration Depth of Infiltrants in Vitro.** *Clin. Oral Investig.* 2013, 17, 2085–2089

PARIS S, SOVIERO VM, SEDDIG S, MEYER-LUECKEL H (2011) **Penetration depths of an infiltrant into proximal caries lesions in primary molars after different application times in vitro.** *Int J Paediatr Dent.* [doi:10.1111/j.1365-263X.2011.01204.x](https://doi.org/10.1111/j.1365-263X.2011.01204.x)

PARIS S, BITTER K, KROIS J, MEYER-LUECKEL H. **Seven-year-efficacy of proximal caries infiltration – Randomized clinical trial.** *J Dent.* 2020;93(January):7–10.

PARIS S, HOPFENMULLER W, MEYER-LUECKEL H. **Resin infiltration of caries lesions: an efficacy randomized trial.** J Dent Res. 2010;89(8):823-826. doi:10.1177/0022034510369289.

PARIS S, LAUSCH J, SELJE T, DORFER CE, MEYER-LUECKEL H. **Comparison of sealant and infiltrant penetration into pit and fissure caries lesions in vitro.** J Dent. 2014;42:432–438. doi:10.1016/j.jdent.2014.01.006.

PARIS S, MEYER-LUECKEL H, CÖLFEN H, KIELBASSA AM. **Resin infiltration of artificial enamel caries lesions with experimental light curing resins.** Dent Mater J. 2007;26(4):582-588. doi:10.4012/dmj.26.582.

PARIS S, MEYER-LUECKEL H, MUELLER J, HUMMEL M, KIELBASSA AM. **Progression of sealed initial bovine enamel lesions under demineralizing conditions in vitro.** Caries Res. 2006;40(2):124- 9. doi.org/10.1159/000091058.

PARIS S, MEYER-LUECKEL H. **Inhibition of caries progression by resin infiltration in situ.** Caries Res. 2010;44(1):47-54. doi.org/10.1159/000275917.

PARIS S, SCHWENDICKE 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(6):543-548. doi:10.1016/j.jdent.2013.03.006.

PERDIGÃO J. **Resin infiltration of enamel white spot lesions: An ultramorphological analysis.** J Esthet Restor Dent. 2020;32(3):317–324.

PUNYANIRUN K, YOSPIBOONWONG T, KUNAPINUN T, THANYASRISUNG P, TRAIRATVORAKUL C. **Silver diamine fluoride remineralized artificial incipient caries in permanent teeth after bacterial pH-cycling in-vitro.** J Dent. 2018;69:55-59. doi:10.1016/j.jdent.2017.09.005.

QUEIROZ, C S. **Modelos de estudos in vitro para avaliar o efeito do fluoreto na desmineralização e remineralização do esmalte e dentina.** 2004. 68p. Tese

(doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Piracicaba, SP.

RENNO ACM, BOSSINI PS, CROVACE MC, RODRIGUES ACM, ZANOTTO ED, PARIZOTTO NA. **Characterization and in vivo biological performance of biosilicate.** Biomed Res Int. 2013;2013

SFALCIN RA, CORRER AB, MORBIDELLI LR, ARAÚJO TGF, FEITOSA VP. **Influence of bioactive particles on the chemical-mechanical properties of experimental enamel resin infiltrants.** Clin Oral Investig. 2017;21(6):2143-2151.

SENTHIL KUMAR R, RAVIKUMAR N, KAVITHA S, MAHALAXMI S, JAYASREE R, SAMPATH KUMAR TS, HANEESH M. **Nanochitosan modified glass ionomer cement with enhanced mechanical properties and fluoride release.** Int J Biol Macromol. 2017 Nov;104(Pt B):1860-1865. doi: 10.1016/j.ijbiomac.2017.05.120. Epub 2017 May 20. PMID: 28536026.

SOUZA AF, SOUZA MT, DAMASCENO JE, FERREIRA PVC, ALVES DE CERQUEIRA G, BAGGIO AGUIAR FH, MARCHI GM. **Effects of the Incorporation of Bioactive Particles on Physical Properties, Bioactivity and Penetration of Resin Enamel Infiltrant.** Clin Cosmet Investig Dent. 2023 Mar 9;15:31-43. doi: 10.2147/CCIDE.S398514. PMID: 36923270; PMCID: PMC10010126.

TEN CATE JM, DUIJSTERS PP. **Alternating demineralization and remineralization of artificial enamel lesions.** Caries Res. 1982;16(3):201-210. doi:10.1159/000260599

VAN AMERONGEN JP, PENNING C, KIDD EA, TEN CATE JM. **An in vitro assessment of the extent of caries under small occlusal cavities.** Caries Res. 1992;26(2):89-93. doi:10.1159/000261435.

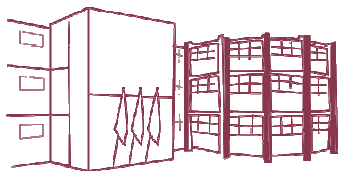
VILA VERDE A, RAMOS MM, STONEHAM AM. **Benefits in cost and reduced discomfort of new techniques of minimally invasive cavity treatment.** J Dent Res. 2009;88(4):297-299. doi:10.1177/0022034509334157.

YU J, HUANG X, ZHOU X, HAN Q, ZHOU W, LIANG J, et al. **Anti-caries effect of resin infiltrant modified by quaternary ammonium monomers.** *J Dent*, 2020; 97(April):103355.

YU Z, TAO S, XU HHK, WEIR MD, FAN M, LIU Y, et al. **Rechargeable adhesive with calcium phosphate nanoparticles inhibited long-term dentin demineralization in a biofilm-challenged environment.** *J Dent*, 2021;104(August 2020):103529.

ZAGO, J.L.G., DE CERQUEIRA, G.A., FERREIRA, R.D. *et al.* **Evaluation of experimental resin infiltrant containing nanohydroxyapatite on color stability and microhardness in demineralized enamel.** *Clin Oral Invest* **27**, 6835–6845 (2023). doi.org/10.1007/s00784-023-05298-3

ZHANG JS, CHU CH, YU OY. **Oral Microbiome and Dental Caries Development.** *Dent J (Basel)*. 2022 Sep 30;10(10):184. doi: 10.3390/dj10100184. PMID: 36285994; PMCID: PMC9601200.



Folha de Informação

Em consonância com a Resolução CoCEX-CoG nº 7.497/2018, informamos que a Comissão de Graduação da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (FORP/USP) em sua 536ª Reunião Ordinária, realizada em 04 de outubro de 2024, **aprovou**, fundamentando-se na sugestão da Subcomissão para Avaliação dos Trabalhos de Conclusão de Curso (TCCs) da Unidade, **a inclusão deste trabalho na Biblioteca Digital de Trabalhos Acadêmicos da USP (BDTA).**

Cumpre-nos destacar que a disponibilização deste trabalho na BDTA foi autorizada pelos autores (estudante e docente orientador), conforme menção constante no trabalho e documentação existente no Serviço de Graduação da FORP.

Ribeirão Preto, 04 de novembro de 2024.

Prof. Dr. Michel Reis Messoria
Presidente da Comissão de Graduação
FORP/USP