

Avaliação da rugosidade superficial, alteração de cor, conteúdo microestrutural e morfologia do esmalte submetido ao clareamento com peróxido de hidrogênio 35% associado ao tetrafluoreto de titânio

Palavras-Chave: Clareamento Dental, Peróxido de Hidrogênio, Tetrafluoreto de titânio.

Autores:

Aluno: Caique Gosser Nascimento - FOP UNICAMP

Reginna Vycória da Trindade Souza de Melo Carneiro (Co-Orientadora) - FOP UNICAMP

Prof.^a Dr.^a Vanessa Cavalli Gobbo (Orientadora) - FOP UNICAMP

INTRODUÇÃO

O clareamento de consultório utilizando o peróxido de hidrogênio a 35% possui alta eficácia para promover alterações de cor. Sabe-se ainda, que o clareamento promove alterações na superfície do esmalte, como alterações morfológicas, diminuição da microdureza de superfície e aumento da rugosidade do esmalte clareado. Essas alterações ocorrem de acordo com a composição, a concentração, o pH e o protocolo clareador do agente clareador utilizado.^{1,2}

O tetrafluoreto de titânio (TiF_4) possui comprovado potencial remineralizador no esmalte com perda mineral. Recentemente, um gel experimental contendo TiF_4 1% demonstrou que quando associado ao clareamento com peróxido de hidrogênio (PH) 35%, o conteúdo mineral do esmalte foi mantido, sem comprometer o clareamento promovido por PH. Embora o conteúdo mineral seja preservado, não se sabe se a combinação de TiF_4 1% com PH 35% interfere na rugosidade e na morfologia do esmalte clareado.^{3,4}

Desta forma, o presente estudo teve como objetivo avaliar a rugosidade superficial, alteração de cor, conteúdo microestrutural e morfologia do esmalte submetido ao tratamento do agente experimental contendo TiF_4 1% incorporado a um agente clareador comercial contendo peróxido de hidrogênio 35%.

METODOLOGIA

Preparo das amostras: Foram selecionados dentes bovinos hígidos e sem defeitos no esmalte para a obtenção de 48 blocos de esmalte/dentina (5x5x3mm) da face vestibular (**Figuras 1 e 2**). As superfícies dos blocos foram planificadas com lixa de carbetto de silício (SiC) #600, #1200 e #2000 para permitir paralelismo em relação ao esmalte e polidas com disco de feltro. Após, os blocos foram aleatorizados e divididos de acordo com os tratamentos da **Tabela 1**.



Figuras 1 e 2. Dentes bovinos utilizados para a obtenção dos blocos. Fonte: De autoria própria.

Tabela 1. Grupos experimentais testados e seus respectivos pH.

Grupo (n=12)	Tratamento experimental	pH
C	Controle, sem clareamento e sem aplicação do gel experimental contendo TiF ₄	7,0
TiF	Tratamento realizado com gel experimental contendo TiF ₄ (sem clareamento)	2,2
PH	Clareamento realizado com PH 35% comercial (Whitiness HP 35%) (sem aplicação do gel experimental contendo TiF ₄)	7,6
PHT	Clareamento realizado com PH 35% comercial (Whitiness HP 35%) (com aplicação do gel experimental contendo TiF ₄)	7,2

Pigmentação das amostras: As amostras foram pigmentadas por imersão em uma solução de 1,8g de chá preto (Dr. Oetker LTDA, São Paulo, SP, Brasil) em 100ml de água destilada, fervida por 3 minutos e infundida por 5 minutos, onde permaneceram por 24 horas. Após esse período, foram armazenadas em saliva artificial (1.5mM CaCl, 0.9mM NaH₂PO₄, 150mmol/l KCl, pH 7.0) a 37°C por 1 semana. Durante esse período, a troca de saliva foi realizada diariamente para estabilização da cor.

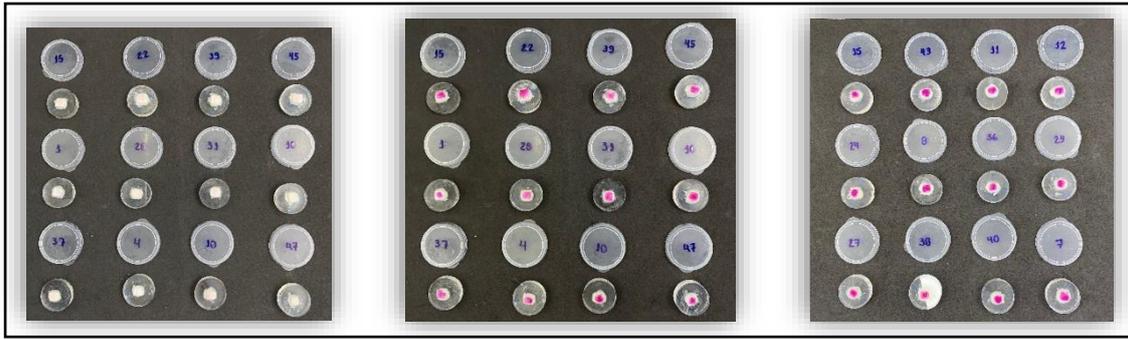
Preparo do gel: O gel experimental utilizado nesta pesquisa foi manipulado conforme descrito por em Lins et al.³. Os veículos inertes utilizados (2,575 g Natrosol, 2,575 g Chemygel® e 0,05 g TiF₄) foram pesados em balança analítica de precisão (Chyo JEX-200, YMC Co Ltda, Tokyo, Japan) em ambiente com temperatura controlada. Os veículos e o TiF₄ foram misturados em recipiente plástico com tampa e homogeneizados em misturador (Speed Mixer, DAC 150.1 FVZ, Synergy Devices) para que o TiF₄ fosse completamente homogeneizado. Após o preparo do gel, o mesmo foi acondicionado em geladeira (4°C) até o momento da utilização.

Controle do pH do gel: Após o preparo, o pH do gel contendo TiF₄ foi monitorado. Para isso, uma alíquota do gel (1 g de gel), foi misturado a 10 mL de água deionizada em agitador magnético por 10 minutos a 20°C. Foi utilizado um peagâmetro (Equilam, Diadema, SP, Brasil) acoplado a um potenciômetro (Orion Research Incorporated, Boston, MA, EUA) previamente calibrado com padrões de pH 4,0 e 7,0.

Protocolo de clareamento: Para iniciar o clareamento dos grupos TiF, PH e PHT (**Figuras 3, 4 e 5**) os tratamentos foram realizados de acordo com a **Tabela 2**. Após o clareamento, os corpos de prova foram lavados em água destilada e armazenados em saliva artificial que foi renovada a cada 24 horas. O tratamento clareador foi realizado em 3 sessões com intervalo de 7 dias. O grupo controle (C) permaneceu imerso em saliva artificial.

Tabela 2. Reagentes e agentes utilizados, fabricante, composição e protocolo de aplicação.

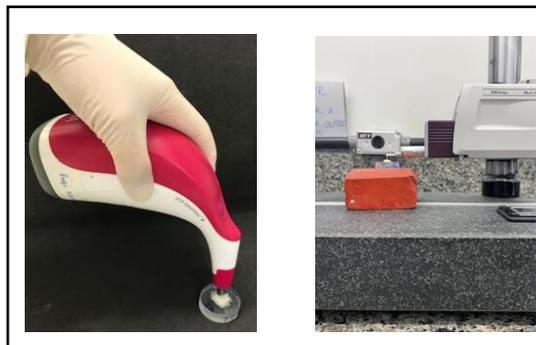
Nome comercial (Fabricante)	Composição	Protocolo de utilização
Natrosol (Ashland)	Hidroxietilcelulose	Aplicação do agente clareador experimental com 2 mm de espessura na face vestibular. O gel deve ser aplicado 3 vezes na mesma sessão e permanecer 15 minutos em posição. Repetir o procedimento em 3 sessões com intervalos de 7 dias entre as sessões. Quando associado ao gel clareador, o protocolo de clareamento será o mesmo que aplicado para o agente clareador.
Chemygel (Chemyunion)	Óleo mineral (parafina líquida), petrolato líquido e polietileno	
TiF ₄ (Sigma-Aldrich)	Tetrafluoreto de titânio	
Whitiness HP 35% (FGM)	Gel clareador: Peróxido de Hidrogênio a 35%, Espessante, corante vermelho, glicol e água.	



Figuras 3, 4 e 5. Aplicação dos géis nos Grupos TiF, PH e PHT respectivamente. - Fonte: De autoria própria.

Análise de cor: Três medidas foram feitas da superfície do esmalte usando um espectrofotômetro digital (EasyShade, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), após a pigmentação (T_0), após 24h da 1ª sessão de clareamento (T_1), após 24h da 2ª sessão de clareamento (T_2) e após 24h da 3ª sessão de clareamento (T_3). Os valores médios foram obtidos para cada corpo de prova. A alteração de cor foi avaliada pela fórmula CIELAB (ΔE_{ab}) ou CIEDE2000 (ΔE_{00}), e a mudança de clareamento foi obtida por meio do *Whiteness Index for Dentistry* (ΔWID). ΔE_{ab} e ΔWID são calculados com base nas coordenadas L^* (eixo preto-branco), a^* (eixo vermelho-verde) e b^* (eixo amarelo-azul). A fórmula ΔE_{00} usa valores h (matiz) e C (croma) (**Figura 6**).

Análise da rugosidade superficial: A rugosidade média bidimensional de superfície (R_a) foi determinada pelo rugosímetro (Surfcorder SE 1700, Kosalab) no tempo inicial (T_0) e ao final do tratamento clareador (T_1). Três leituras foram realizadas por amostra rotacionando o corpo de prova em 45° , em que obteve-se a média por corpo de prova (**Figura 7**).



Figuras 6 e 7. Análise de cor e rugosidade superficial, respectivamente. - Fonte: De autoria própria.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Análise qualitativa do conteúdo mineral em Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS): Três corpos de prova de cada grupo foram preparados para análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV- LEO 435 VP, LEO Electron Microscopy Ltd, Cambridge, UK). Imagens da superfície foram obtidas em magnificações de 1000x e 3000x. O conteúdo mineral do esmalte após o clareamento foi mapeado qualitativamente por meio de EDS, acoplado ao MEV, no aumento de 1000x, em áreas pré-definidas.

Análise estatística: Os dados obtidos foram submetidos ao teste de normalidade e homoscedasticidade (Shapiro-Wilk/Levene). A rugosidade superficial foi analisada pela ANOVA *two-way* para medidas repetidas. A alteração de cor pela ANOVA *one-way*. Todas as análises foram realizadas considerando-se o nível de significância de 5% no *software* estatístico SPSS 20.0. As imagens obtidas de MEV e EDS foram analisadas qualitativamente.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Análise de Cor

A **Tabela 3** demonstra que, comparando os tempos T_0 e T_3 , para ΔL , ΔE e ΔWID houve diferenças significativas entre os grupos C e PH, C e PHT, TiF e PH, TiF e PHT ($p=0,0001$). Para Δa , houve diferenças significativas entre os grupos C e TiF ($p=0,038$). Para Δb , não houve diferenças significativas entre os grupos ($p>0,05$). Os grupos C e TiF apresentaram menor alteração de cor.

Tabela 3. Média (desvio padrão) da Análise de Cor.

	ΔL	Δa	Δb	ΔE	ΔWID
Controle	0,26 (2,04) A	-0,78 (1,00) A	-20,49 (16,95) A	1,99 (0,99) A	0,68 (4,19) A
TiF	-0,98 (2,67) A	-4,54 (3,89) B	-13,06 (16,91) A	2,61(1,89) A	-4,31 (8,55) A
PH	11,27 (8,42) B	-4,11(3,19) A	-22,28 (9,16) A	10,99 (3,80) B	26,64 (10,81) B
PHT	14,28 (6,24) B	-3,81 (3,07) A	-17,31 (9,76) A	11,20 (4,57) B	26,46 (12,53) B

Médias seguidas de letras distintas indicam diferenças estatísticas entre os grupos experimentais ($p<0,05$). Letras maiúsculas comparam os grupos experimentais de acordo com as variáveis de resposta.

Rugosidade superficial

Houve interação entre fatores tratamento, tempo e tratamento X tempo ($p=0,001$). O **Gráfico 1** demonstra que para a rugosidade superficial inicial não houve diferenças estatísticas entre os grupos ($p=1,000$). Todos os grupos apresentam média de 0,030. Porém, na análise de rugosidade superficial final, o grupo TiF apresentou diferença estatística dos demais grupos ($p=0,0001$), que apresentou média de 0,050.

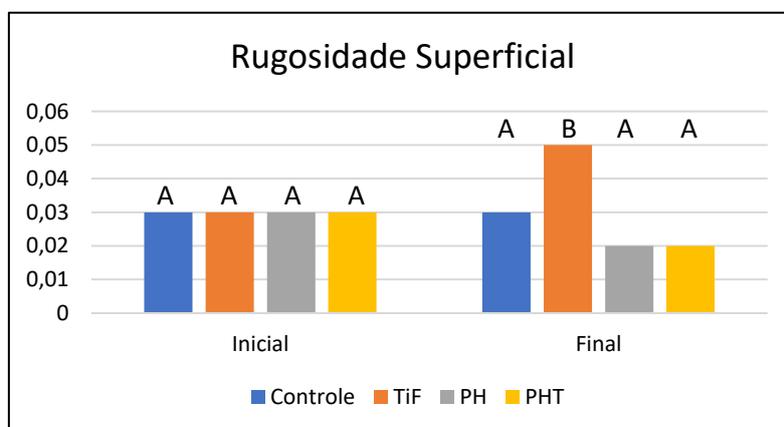


Gráfico 1. Média dos valores de Rugosidade Superficial. - Fonte: De autoria própria.

Médias seguidas de letras distintas indicam diferenças estatísticas entre os grupos experimentais ($p<0,05$).

MEV e EDS

A morfologia da superfície do esmalte foi analisada por MEV e EDS e é exibida na **Figura 6** (A,B,C e D). Os grupos Controle, TiF e PHT exibiram superfícies com áreas irregulares e alterações e o elemento Ti está presente apenas no grupo TiF. O grupo PH exibiu uma superfície mais lisa e regular.

Ca e P também foram detectados por EDS e não exibiram alterações percentuais significativas.

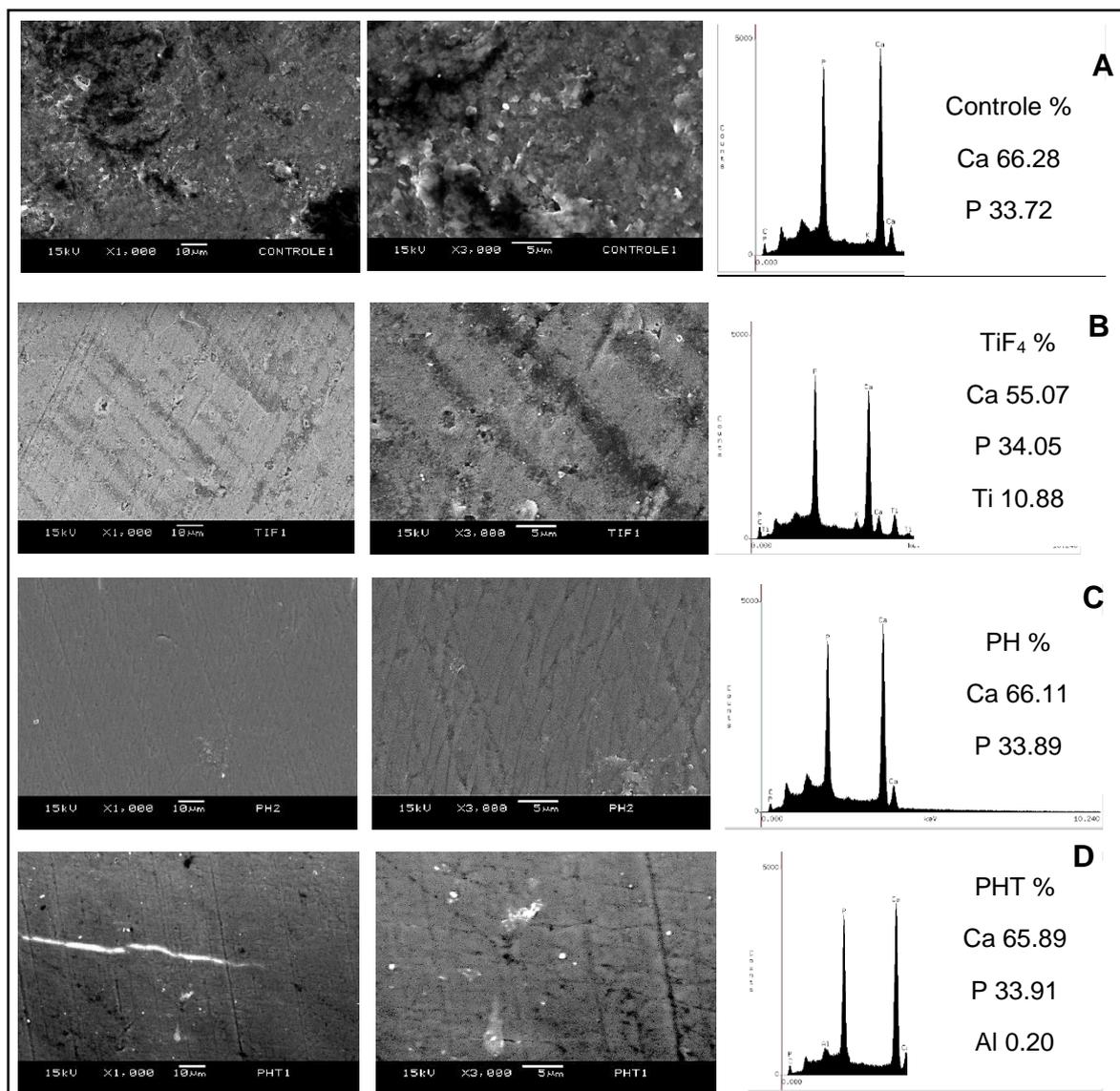


Figura 6. Morfologia da superfície do esmalte após tratamento clareador de cada grupo por MEV (1000x e 3000x) e análise de EDS. Legenda: Ca: cálcio; P: fósforo; Ti: titânio; Al: alumínio. - Fonte: De autoria própria.

CONCLUSÃO

O PH 35% combinado com um gel experimental contendo TiF₄, Natrosol e Chemygel (PHT) foi capaz de alterar a cor de forma significativa e controlar a perda mineral e alterações morfológicas do esmalte.

BIBLIOGRAFIA

1. Alqahtani MQ. Tooth-bleaching procedures and their controversial effects: A literature review. Saudi Dent J. 2014 Apr;26(2):33-46. doi:10.1016/j.sdentj.2014.02.002.
2. Pinto AVD, Bridi EC, Amaral FLB, França FMG, Turssi CP, Pérez CA, Basting RT. Enamel mineral content changes after bleaching with high and low hydrogen peroxide concentrations: colorimetric spectrophotometry and total reflection X-ray fluorescence analyses. Oper Dent 2017; 42(3): 308-318.
3. Lins RBE, Rosalen PL, Lazarini JG, Martins LRM, Cavalli V. Assessment of a novel bleaching agent formula containing 35% hydrogen peroxide and titanium tetrafluoride: an in vitro study. Braz Oral Res. 2021 May 31;35:e066. doi: 10.1590/1807-3107bor-2021.vol35.0066.
4. Lins R, Rosalen P, Silva D, Kawabata B, Martins LR, Cavalli V. A Titanium Tetrafluoride Experimental Gel Combined with Highly Concentrated Hydrogen Peroxide as an Alternative Bleaching Agent: An In Vitro Study. Gels. 2022 Mar 14;8(3):178. doi: 10.3390/gels8030178.