

# ANÁLISE DA RUGOSIDADE SUPERFICIAL DE UMA RESINA COMPOSTA TRATADA COM GEL FLUORETADO EM DIFERENTES PH

Surface roughness analysis of a composite treated  
with fluoridated gel at different pH

 Vitória Tavares de Castro<sup>a</sup>,  Marília Bizinoto Silva Duarte<sup>a</sup>,  Nailê Damé-Teixeira<sup>a</sup>

## RESUMO

**Objetivo:** O flúor acidulado é utilizado no controle da doença cárie, mas seus efeitos na superfície de resinas compostas são controversos. O objetivo do estudo é avaliar a rugosidade superficial de uma resina composta após a aplicação tópica de flúor *in vitro*. **Métodos:** Espécimes de resina Vittra (FGM) foram preparados (8mmx1mm) e polidos. Após avaliação do pH de produtos fluoretados, o de maior e menor pH foram selecionados para os experimentos. Foram testados três grupos experimentais (n = 15): grupo 1 – flúor gel acidulado a 1,23% (Nova DFL) (menor pH:4,48±0,32), grupo 2 – flúor gel neutro a 2% (Nova DFL) (maior pH:7,03±0,40), grupo 3 – sem exposição ao flúor (controle negativo). O experimento simulou o protocolo padrão clínico de aplicação de flúor (uma aplicação por semana, durante um minuto, por quatro semanas). A rugosidade superficial foi mensurada antes e após o tratamento através de microscopia confocal e a característica superficial avaliada por imagens reconstruídas. Foi realizado teste ANOVA (post-hoc de Bonferroni) para comparar médias da rugosidade superficial entre grupos. **Resultados:** O grupo exposto ao flúor gel acidu-

lado apresentou os maiores valores de rugosidade (Ra: 0,29±0,08), sendo maior que o grupo exposto ao gel neutro (Ra: 0,21±0,08) e controle (Ra: 0,23±0,05) (p < 0,05), que não apresentaram diferença estatística entre si. **Conclusão:** O grupo exposto ao flúor acidulado mostrou rugosidade superficial maior que o controle, porém essa diferença pode ser clinicamente irrelevante. Novos estudos são necessários para avaliar se tal alteração aumenta a adesão bacteriana e se a resina deve ser polida após aplicações tópicas de flúor.

**Palavras-chave:** Flúor. Fluoretos. Resinas compostas. Propriedades de superfície. Cárie dentária.

## RELEVÂNCIA CLÍNICA

A aplicação tópica de flúor é importante para controle da doença cárie. Pacientes cárie-ativos podem apresentar restaurações prévias de resina composta tornando, conseqüentemente, pertinente o esclarecimento sobre a influência do flúor acidulado na qualidade das restaurações em resina composta.

<sup>a</sup> Departamento de Odontologia, Faculdade de Ciências da Saúde, Universidade de Brasília (UnB), Brasília, DF.

**Autor de correspondência:** Nailê Damé Teixeira – E-mail: nailedame@hotmail.com

**Data de envio:** 16/01/2020 | **Data de aceite:** 11/03/2020

## ABSTRACT

**Aim:** Acidulated fluoride is widely used to control dental caries, however, its effects on composites surfaces are controversial. This study aimed to evaluate the surface roughness of a composite after a fluoride topical application *in vitro*. **Methods:** Vittra (FGM) composite specimens were made (8mmx1mm) and polished. After pH evaluation of fluoridated products, the ones with the highest and lowest pH were selected for the experiments. Three experimental groups (n = 15) were tested: group 1 - 1.23% acidulated fluoride gel (Nova DFL) (pH: 4.48±0.32), group 2 - 2% neutral fluoride gel (Nova DFL) (pH: 7.03±0.40), group 3 - no fluoride exposure (negative control). The experiment simulated the standard clinical fluoride application protocol (one application of one minute per week, in four weeks). Surface roughness was measured before and after treatment by confocal microscopy and the surface characteristic evaluated by reconstructed images. ANOVA (Bonferroni post-hoc) test was performed to compare means of surface roughness between groups. **Results:** The group exposed to acidulated fluoride gel presented the highest values of roughness (Ra: 0.29±0.08), being larger than the group exposed to neutral fluoride gel (Ra: 0.21±0.08) and control (Ra: 0.23±0.05) (p < 0.05), which showed no statistical difference between them. **Conclusion:** It was concluded that the group exposed to acidulated fluoride showed greater surface roughness than the control group, but this difference appears to be clinically irrelevant. Further studies are needed to assess whether this change increases bacterial adhesion and whether the resin should be polished after topical fluoride applications.

**Keywords:** Fluorine. Fluorides. Composite resins. Surface properties. Dental caries.

## INTRODUÇÃO

O flúor é um mineral capaz de prevenir o início e controlar a progressão de lesões cáries<sup>1</sup>, ligando-se quimicamente na estrutura de um cristal de hidroxiapatita e resultando em um cristal com menor solubilidade. Como consequência, o pH crítico para solubilidade do esmalte é reduzido, aumentando sua resistência a novos desafios cariogênicos<sup>2</sup>. Portanto, a presença de fluoretos na cavidade bucal enquanto a hidroxiapatita está sendo desmineralizada é de importância significativa no processo de remineralização, adiando a possibilidade que algum sinal clínico de perda mineral seja visível<sup>3</sup>.

O termo “aplicação tópica de flúor” descreve os sistemas que fornecem flúor em concentrações elevadas na superfície do esmalte<sup>1</sup>. O gel de flúor é uma das apresentações comerciais usadas tipicamente na aplicação tópica de flúor profissional para tais pacientes com atividade de cárie<sup>1,4</sup>. Até pouco tempo, era amplamente utilizado como uma forma de intervenção preventiva, o que não é mais indicado devido ao aumento do custo das consultas odontológicas e do risco de toxicidade aguda para pacientes sem cárie, não apresentando qualquer benefício extra. O objetivo dessa aplicação tópica de flúor profissional para tratar cárie é aumentar a disponibilidade de reservatórios de fluoreto de cálcio para serem usados no processo de desmineralização e remineralização em novos desafios cariogênicos<sup>2</sup>. O flúor acidulado apresenta maior eficiência na remineralização do que as soluções neutras, além de acrescentar significativamente maior formação de fluoreto de cálcio, presumivelmente por aumentar a solubilidade do esmalte em pH baixo, induzir um aumento nas concentrações de cálcio e auxiliar a precipitação de fluoreto de cálcio<sup>5,6</sup>.

Uma das preocupações existentes é que a aplicação de gel de flúor acidulado pode induzir efeitos adversos na superfície de resinas compostas. Estudos indicam que fluoretos modificam as características morfológicas e composição desses materiais<sup>7-9</sup>. Além disso, estudos sugerem que fluoretos agem na degradação de cargas inorgânicas e diminuição da dureza superficial<sup>8,9</sup>. Tais alterações podem causar um aumento da rugosidade superficial, que pode resultar em danos como alteração de cor, aumento da aderência bacteriana e danos à saúde periodontal<sup>10-12</sup>. Em estudos anteriores, testes com espécimes de resinas compostas foram realizados com objetivo de avaliar sua rugosidade superficial após a aplicação tópica

de flúor fosfato acidulado<sup>12,13</sup>. No entanto, em um dos estudos as resinas testadas possuem formulações diferentes daquelas disponíveis atualmente no mercado odontológico brasileiro e por isso tornam-se pouco utilizadas<sup>12</sup>. Além disso, tal estudo<sup>12</sup> não simulou o protocolo clínico de aplicação tópica de flúor atualmente recomendado em seu experimento. Outro estudo não encontrou influência imediata do flúor fosfato acidulado na rugosidade de superfície das resinas compostas testadas (nanoparticulada, microhíbrida e microparticulada), porém, uma quantidade pequena de espécimes foi testada por grupo<sup>13</sup>.

Tendo em vista a escassez de evidência de que o uso de flúor acidulado para o tratamento de cárie possa influenciar na qualidade de restaurações com resinas compostas atuais em pacientes cárie-ativos, o objetivo deste estudo foi avaliar a rugosidade superficial de uma resina composta nanoparticulada após a aplicação tópica de flúor gel com diferentes valores de pH, seguindo o protocolo clínico de aplicação. Um objetivo secundário foi avaliar o pH de produtos disponíveis no mercado brasileiro para aplicações tópicas de flúor. A hipótese nula deste estudo é que a aplicação tópica de flúor acidulado não causa aumento da rugosidade superficial em resina composta atualmente comercializada no Brasil.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Preparo dos espécimes

Um cálculo amostral foi realizado no site “openepi.com” para comparação de médias. Para tal, foram utilizados os seguintes parâmetros: intervalo de confiança bilateral de 95%, poder do estudo de 80%, e diferença média de 4,2 Ra ( $\mu\text{m}$ ) entre grupos, valor baseado em um estudo anterior<sup>14</sup>. O resultado foi um tamanho amostral de  $n = 15$  espécimes por grupo necessárias para encontrar diferença estatística na média de rugosidade superficial. Espécimes adicionais foram preparadas devido a dificuldade de padronização na confecção dos espécimes durante o polimento com discos de sofex (descrito a seguir). Sendo assim, foram feitos 20 espécimes por grupo, considerando que cinco espécimes *outliers* seriam excluídos de cada grupo para garantir a similaridade inicial entre os espécimes.

No total, foram produzidos 60 espécimes de resina composta nanoparticulada Vittra APS (FGM, Joinville, Brasil. Lotes: 260618 e 091117) com diâmetro de 8mm e 1mm de espessura utilizando um molde de silicone previamente preparado (Figura 1A). Para o preparo de cada espécime, a resina composta era ajustada ao molde (Figura 1B), pressionada com placa de vidro (Figura 1C), fotopolimerizada por 20 segundos com fotopolimerizador Bluephase (Ivoclar Vivadent, Barueri, Brasil) à distância de 1cm (espessura da placa de vidro) (Figura 1D), removida do molde (Figura 1E) e fotopolimerizada por mais 20 segundos à distância de 0,5 cm (Figura 1F). As amostras de resinas foram então fixadas com cola de cianoacrilato (Super Bonder, Itapevi, Brasil) em seis régua de 15cm para facilitar o manuseio e os tratamentos dos espécimes. Sendo assim, cada régua continha dez amostras (Figura 1G).



Figura 1: Sequência do preparo dos espécimes de resina. A: molde de silicone previamente preparado com dimensões 8mmx5mm e 1mm de espessura; B: resina Vittra APS (FGM, Joinville, Brasil) sendo ajustada ao molde; C: pressão com placa de vidro; D: fotopolimerização por 20s; E: remoção do espécime do molde; F: fotopolimerização fora do molde por mais 20s; G: fixação dos espécimes em réguas.

A superfície de todos os espécimes foi polida com discos de lixa Sof-lex\* Pop-On Série Laranja (3M ESPE, Sumaré, Brasil), por 10 segundos cada granulação, utilizando três granulações: médio, fino e superfino. Cada disco era utilizado em quatro espécimes e descartado. O procedimento de polimento foi finalizado com uso de pasta Diamantada Diamond Excel (FGM, Joinville, Brasil). Tal protocolo foi escolhido por ser um dos protocolos clínico existentes.

Os espécimes ficaram imersos por 24h em saliva artificial para hidratação. A saliva artificial de escolha foi composta por 0,1029g  $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 0,04066g  $\text{MgCl}_2$ , 0,544g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , 4,766g forma de ácido tampão Hepes, 2,2365g  $\text{KCl}$  em 1000 mL de água destilada/pH 7, baseado em estudo anterior<sup>15</sup>.

## Produtos fluoretados

Cinco produtos fluoretados utilizados no mercado brasileiro a um bom custo para aplicação tópica de flúor foram testados em relação ao seu pH, através de dois pHmetros (Hanna pH 21, Barueri, Brasil e Mettler Toledo, Barueri, Brasil), e de fitas de pH (Macherey-Nagel, Düren, Alemanha), em três dias distintos (triplicata).

Os produtos analisados foram (quadro 1):

- Flúor neutro a 2% na apresentação de gel (Nova DFL, Taquara, Brasil);
- Flúor fosfato acidulado a 1,23% na apresentação de gel (Nova DFL, Taquara, Brasil);
- Flúor fosfato acidulado a 1,23% na apresentação de gel (Flúorsul – Iodontosul, Porto Alegre, Brasil) o qual havia sido aberto (teste de estabilidade de pH);
- Flúor neutro a 1,23% na apresentação de espuma (FGM, Joinville, Brasil);
- Flúor fosfato acidulado a 1,23% na apresentação de espuma (FGM, Joinville, Brasil).

Quadro 1: Características dos produtos testados para o pH.

Produto	Forma de apresentação	Concentração	Marca Comercial	Lote	Protocolo de aplicação clínica do fabricante
Fluoreto de Sódio Neutro	Gel	2%	Nova DFL	19030248	Secar bem os dentes e aplicar o gel sobre todas as faces dos dentes ou inserir a moldeira carregada com produto; neste caso o paciente deverá morder algumas vezes para que o material atinja as áreas interproximais. Aguardar 4 minutos.
Fluoreto de Sódio Neutro	Espuma	1,23%	FGM	100918	Realizar profilaxia antes da aplicação. Inserir a moldeira carregada com o produto na boca. O paciente deverá morder por 1 minuto.
Flúor fosfato acidulado	Gel	1,23%	Nova DFL	18080525	Secar bem os dentes e inserir a moldeira carregada com o produto na boca. O paciente deverá morder por 60 segundos.
Flúor fosfato acidulado (aberto)	Gel	1,23%	Flúorsul	6008	Secar bem os dentes. Inserir uma moldeira contendo o FLUORSUL gel acidulado na boca do paciente. Permanecer com a moldeira por um minuto.
Flúor fosfato acidulado	Espuma	1,23%	FGM	150818	Realizar profilaxia antes da aplicação. Inserir a moldeira carregada com o produto na boca. O paciente deverá morder por 1 minuto. Remover a moldeira.

A partir dos valores encontrados, foram escolhidos os dois produtos que apresentavam o menor pH e maior pH: flúor fosfato acidulado a 1,23% na apresentação de gel (Nova DFL, Taquara, Brasil) e flúor neutro a 2% na apresentação de gel (Nova DFL, Taquara, Brasil), respectivamente (Tabela 1).

Após a escolha dos produtos para tratamento, os espécimes foram alocados em três grupos experimentais. Selecionou-se 45 espécimes, que foram distribuídos em três grupos amostrais (n = 15). Visto que estavam fixados em régua, as mesmas foram aleatoriamente alocadas nos grupos por meio de tabela de números aleatórios geradas no site “openepi.com”:

- Grupo 1 – expostos a flúor fosfato acidulado a 1,23% na apresentação de gel (Nova DFL);
- Grupo 2 – expostos a flúor neutro a 2% na apresentação de gel (Nova DFL);
- Grupo 3 – não foram expostos à aplicação tópica de flúor (controle negativo).

## Protocolo de tratamento dos espécimes

Os produtos foram aplicados por meio de uma seringa de 10mL, na superfície previamente seca com papel absorvente. Os espécimes ficaram expostos ao flúor por um minuto. Após a aplicação, os espécimes eram limpos com água corrente ecolocados em cuba ultrasônica (Gnatus, Ribeirão Preto, Brasil), por cinco minutos, para lavagem do produto. Essa etapa foi realizada uma vez por semana, durante quatro semanas.

Os grupos 1 e 2 tiveram seus espécimes expostos ao produto designado por um minuto, uma vez por semana, durante quatro semanas, simulando o protocolo padrão clínico de aplicação de flúor. Já o grupo 3 (controle negativo) não recebeu nenhum tipo de tratamento nas amostras e foi mantido imerso em saliva artificial.

Durante o intervalo de tempo entre as aplicações de flúor, todos os grupos ficaram armazenadas por imersão em saliva artificial<sup>15</sup>, pH 7, para melhor simulação do ambiente bucal, e em 4° C, para estabilizar o pH da saliva.

## Medida de rugosidade superficial

Para análise da rugosidade inicial das resinas, foi utilizado microscópio confocal a laser Olympus LEXT OLS 4000 (Nova York, EUA). Para garantir que a área de superfície fosse a mesma, tanto na análise inicial quanto final, a área central da amostra era selecionada para varredura através de fotografias em menor aumento, facilitando o posicionamento do espécime para que a mesma área fosse encontrada posteriormente. A varredura a laser foi feita em um aumento de 20 vezes, permitindo análise da superfície e dos parâmetros de rugosidade (Ra,  $\mu\text{m}$ ) como desfecho. Para cada espécime, foram utilizadas quatro mensurações, diferentes e paralelas entre si, cuja média determinou o Ra da superfície. Os espécimes que apresentaram rugosidade com maior diferença média no *baseline* ( $\pm 1$  desvio padrão da média geral) foram excluídas antes mesmo da alocação nos grupos.

Para análise da rugosidade final das resinas, a varredura a laser foi feita seguindo o mesmo protocolo descrito para o *baseline*, para que fosse possível a comparação entre rugosidade inicial e final das amostras.

## Análise qualitativa da característica superficial das resinas por meio de microscopia confocal

Antes e após os tratamentos dos espécimes, foram analisadas as características superficiais das resinas por meio da reconstrução de imagens através do microscópio confocal a laser Olympus LEXT OLS 4000. Foram reconstruídas imagens em duas dimensões, utilizando um aumento de 20 vezes.

## Análise estatística

A distribuição de dados foi previamente checada e a normalidade confirmada por meio de histograma e teste Kolmogorov-Smirnov. Para análise da diferença de pH entre os produtos acidulados, todas as observações dos dois pHmetros e fitas foram testadas por ANOVA de uma via, seguidos do teste de post hoc de Bonferroni; já entre os produtos neutros, um teste t para amostras independentes foi realizado para comparar as observações. Para análise das rugosidades foram calculadas as diferenças de rugosidade entre os grupos através de teste ANOVA, seguidos do teste de post hoc de Bonferroni ( $p < 0,05$ ). Já o fator tempo foi avaliado através de teste ANOVA para medidas repetidas, considerando a dependência dos dados (SPSS versão 25, para Macbook).

## RESULTADOS

Na tabela 1 podem ser vistos os valores médios e desvios-padrão do pH das apresentações comerciais de flúor analisados no estudo, em dois pHmetros (média da triplicata dos valores para cada pHmetro) e nas fitas de pH. Para este desfecho secundário, pode-se observar que valores de pH de flúor acidulado com embalagem aberta (Flúorsul) parece ter perdido a estabilidade (ANOVA;  $p < 0,05$ ). Portanto, produtos abertos há algum tempo, mesmo dentro do período de validade, devem ser menos estáveis e menos reativos. Nota-se que o flúor neutro em espuma apresentou um pH mais próximo ao flúor acidulado em espuma do que a apresentação em gel (teste t;  $p = 0,000$ ). É possível observar diferenças nos valores mais ácidos com relação ao tipo de medida.

Tabela 1: Valores médios (desvio-padrão) do pH de produtos fluoretados ( $n = 5$ ) em triplicata, analisados em 2 pHmetros diferentes e fitas de pH.

	pHmetros	Fitas de pH
Flúor gel neutro (Nova DFL)*	7,03 (0,40)	8,50 (0,50)
Flúor espuma neutro (FGM)*	4,96 (0,47)	4,00 (0,00)
Flúor gel acidulado (Nova DFL) <sup>A</sup>	4,48 (0,32)	2,00 (0,00)
Flúor gel acidulado (Flúorsul) <sup>B</sup>	5,68 (0,22)	5,00 (0,00)
Flúor espuma acidulado (FGM) <sup>A</sup>	4,42 (0,49)	2,50 (0,00)

\*Comparação entre produtos neutros: Teste t;  $p = 0,000$ .

Comparação entre produtos acidulados: ANOVA + bonferroni. Letras diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) entre os produtos.

A tabela 2 mostra os valores da rugosidade superficial médios ( $R_a$ , em  $\mu\text{m}$ ) dos espécimes. Não houve diferença significativa para os valores médios entre grupos na análise inicial ( $p > 0,05$ ). Na análise final, o grupo que recebeu aplicação tópica de flúor acidulado apresentou os maiores valores de rugosidade superficial ( $p < 0,05$ ) do que o flúor gel neutro e o grupo controle. Não houve diferença significativa entre o grupo controle negativo e o grupo que recebeu aplicação tópica de flúor neutro ( $p > 0,05$ ).

Tabela 2: Valores médios da Rugosidade [ $R_a$  ( $\mu\text{m}$ )] de cada grupo e Desvio Padrão [DP]

	$R_a$ ( $\mu\text{m}$ ) inicial	$R_a$ ( $\mu\text{m}$ ) final
Flúor gel acidulado	0,32 (0,05) <sup>aA</sup>	0,29 (0,08) <sup>aB</sup>
Flúor gel neutro	0,31 (0,04) <sup>aA</sup>	0,21 (0,08) <sup>bB</sup>
Controle	0,31 (0,04) <sup>aA</sup>	0,23 (0,05) <sup>bB</sup>

Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam que houve diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) entre os grupos. Letras maiúsculas diferentes na mesma linha indicam que houve diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) entre os valores iniciais e finais. ANOVA e Bonferroni para o fator grupo, ANOVA para medidas repetidas para o fator tempo.

As figuras 2 e 3 são as reconstruções obtidas por meio do microscópio confocal e ilustram os resultados qualitativos obtidos. Na figura 2 é possível observar a característica superficial dos espécimes, antes e após as aplicações tópicas de flúor. O grupo 1, tratado com flúor gel acidulado, aparenta ter perdido alguma porção inorgânica da resina em sua superfície, visto que algumas concavidades se formaram após o tratamento. Já o grupo 2, após o tratamento com flúor gel neutro, apresentou a menor aparência de rugosidade entre os 3 grupos e aspecto de superfície menos rugoso. O grupo 3 foi utilizado como controle negativo e seu aspecto de superfície não aparenta alterações. A figura 3 permite uma comparação detalhada entre grupos após o tratamento, mostrando que a superfície dos espécimes tratados do flúor gel acidulado apresentou a superfície mais rugosa quando comparado ao grupo do flúor neutro e controle.

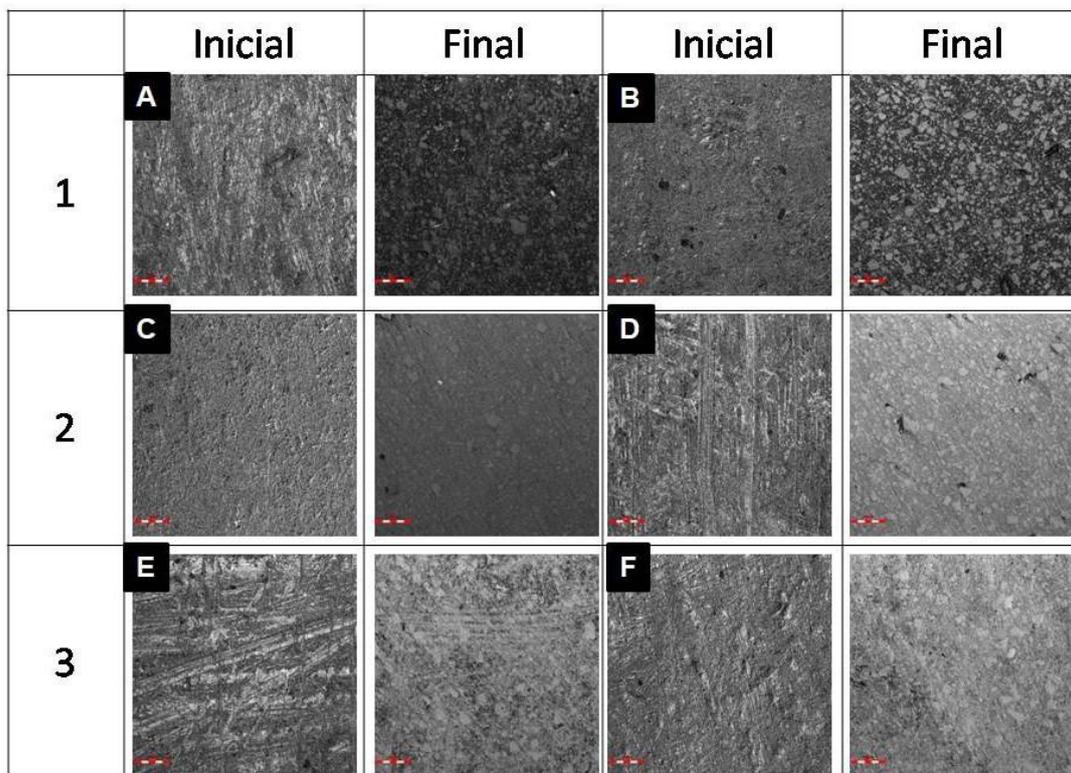


Figura 2: Reconstruções bidimensionais das superfícies de resina composta (aumento de 20x), antes e após o experimento. Os números de 1 a 3 indicam o grupo do qual as amostras faziam parte: grupo tratado com flúor gel acidulado (1), grupo tratado com flúor gel neutro (2), grupo controle (3).

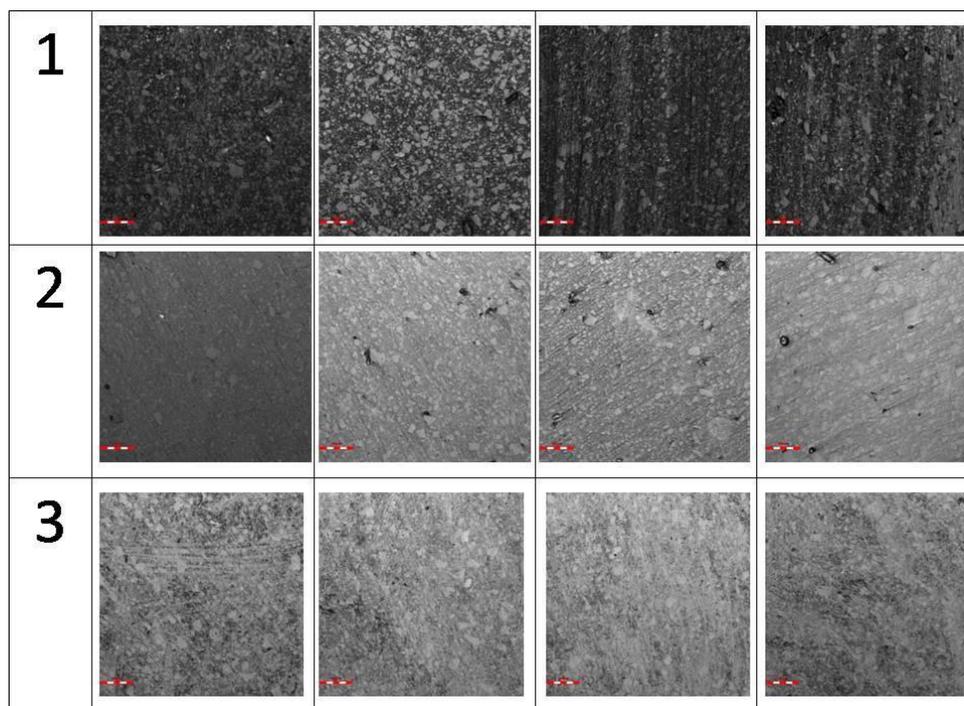


Figura 3: Reconstruções bidimensionais das superfícies de resina composta (aumento de 20x) ao final do experimento, mostrando a comparação entre grupos. Os números de 1 a 3 indicam o grupo do qual as amostras faziam parte: grupo tratado com flúor gel acidulado (1), grupo tratado com flúor gel neutro (2), grupo controle (3).

## DISCUSSÃO

A doença cárie é resultado de um desequilíbrio no processo de desmineralização e remineralização dentária, especificamente na área de interação entre biofilme e estrutura dental. Ao ingerir carboidratos fermentáveis, as bactérias presentes no biofilme dentário geram ácidos como produtos finais de seu metabolismo, que podem formar lesões no tecido dental com o aumento da desmineralização<sup>2</sup>. O uso de fluoretos tem sido essencial para o controle desse processo<sup>16</sup>. Seu mecanismo de ação cariostática independe da forma de apresentação comercial, fornecendo íons de flúor para a cavidade oral. Isso torna possível a formação da fluorapatita/apatita fluoretada, um mineral menos solúvel que a hidroxiapatita presente originalmente. A hidroxiapatita tem maior tendência de precipitação em meio contendo cálcio e fosfato inorgânico, minerais esses presentes na saliva e biofilme dental, sendo assim, a perda mineral tende a ser parcialmente revertida quando o flúor está disponível em cavidade oral<sup>3</sup>. No presente estudo, foi realizado um ensaio *in vitro*, onde o grupo exposto ao flúor gel acidulado apresentou significativamente os maiores valores de rugosidade final quando comparado ao controle negativo e ao flúor gel neutro. Não houve diferença estatisticamente significativa de rugosidade superficial final entre o grupo controle e o grupo exposto ao flúor gel neutro. Sendo assim, a hipótese nula deste estudo foi parcialmente rejeitada, a qual afirmava que a aplicação tópica de flúor não causa perda de polimento superficial nas resinas atuais.

Nesse estudo, optou-se por utilizar um protocolo de aplicação de flúor similar ao clínico: um minuto, uma vez por semana, durante quatro semanas consecutivas. Tal escolha vai de acordo com os estudos Calvo et al.<sup>17</sup>, onde é demonstrado que não há diferença de remineralização do esmalte entre os tempos de um e quatro minutos, tanto para dentes decíduos quanto para dentes permanentes. Já o tempo de quatro semanas consecutivas segue as recomendações da Resolução da Secretaria de Saúde nº 164 de 21/12/2000<sup>18</sup>.

Para análise da rugosidade de superfície (Ra) foi utilizado um valor médio em micrômetros ( $\mu\text{m}$ ). A rugosidade superficial refere-se a irregularidades finas da textura superficial, sendo dependentes da forma como foi produzido o material e suas condições<sup>19,20</sup>. Na literatura o limite crítico da rugosidade de superfície estabelecido para adesão bacteriana é de 0,2  $\mu\text{m}$ , um aumento de rugosidade acima deste valor aumentaria também o acúmulo de placa bacteriana na superfície dos materiais restauradores<sup>21</sup>. Fazendo a comparação dos valores finais de rugosidade dos espécimes expostos ao flúor gel acidulado (0,29  $\mu\text{m}$ ) com o controle (0,23  $\mu\text{m}$ ), encontrou-se a diferença de 0,06  $\mu\text{m}$ , um valor abaixo do limite crítico descrito na literatura. Portanto, segundo estes estudos, a alteração na rugosidade causada após o tratamento não aumentaria a adesão bacteriana, e seria uma alteração clinicamente não significativa.

É bem aceito que tecidos duros com superfícies mais ásperas na cavidade oral contribuem para retenção de biofilme, além das irregularidades produzirem nichos nos quais os microrganismos são protegidos de forças de cisalhamento e fluxo salivar. No entanto, uma revisão de literatura recente afirma que o limiar de rugosidade Ra = 0,2  $\mu\text{m}$ , previamente estabelecido na literatura, não prevê adequadamente a formação de biofilme em estudos não clínicos e que o impacto da adesão bacteriana pode estar relacionado não a um limiar, mas sim a uma faixa de rugosidade superficial<sup>22</sup>. Além disso, esse limiar previamente estabelecido não foi testado em resinas atuais. No estudo de Cazzaniga *et al.*<sup>23</sup>, é concluído que o parâmetro de rugosidade de superfície desempenhou um papel menor que as características e composição do material na retenção de biofilme. Sendo assim, mais estudos devem ser feitos para definir qual o limiar ou faixa de rugosidade necessário para que haja um aumento na adesão bacteriana clinicamente, principalmente no que se diz respeito a resinas nanoparticuladas.

O estudo de Jones et al.<sup>24</sup> objetivou determinar qual o limiar de rugosidade da superfície de resinas compostas que pacientes conseguem distinguir com sua língua. Em seu estudo, é concluído que ao final da restauração o valor de Ra deve ser menor que 0,50  $\mu\text{m}$  para que sua rugosidade não seja perceptível ao paciente. Em nosso estudo, as rugosidades finais após as aplicações de flúor não alcançaram o valor 0,50  $\mu\text{m}$ . Portanto, o aumento de rugosidade não seria percebido pelo paciente e se mantém no limite clinicamente aceito, de acordo com esse protocolo *in vitro*.

A padronização da rugosidade inicial das resinas foi dificultada devido ao fato de alguns discos de soflex perderem a granulação mais rápido que outros. No entanto, acredita-se que tal problema tenha sido minimizado pela exclusão dos espécimes *outliers*, com um desvio-padrão  $\pm 1$  da média geral da Ra dos espécimes. Além disso, a randomização das réguas, nas quais os espécimes estavam fixados entre os grupos, garantiu grupos amostrais com valores de rugosidade superficial iniciais sem diferença estatisticamente significativa.

Todos os grupos apresentaram um valor de rugosidade ligeiramente menor após o tratamento, incluindo o grupo controle, que não foi exposto a nenhum tipo de flúor. Acredita-se que esse valor possa ter sido influenciado pelo tempo (quatro semanas) em que as resinas estavam imersas em saliva artificial. Estudos comprovam que resinas podem apresentar a característica de absorção de água, sendo essa sorção tempo-dependente<sup>25,26</sup>. Örtengren et al.<sup>27</sup> relatou que reações químicas entre partículas de carga e água podem resultar em um aumento na massa do material restaurador. No estudo de Mayworm et al.<sup>28</sup> foi possível observar que o armazenamento em saliva artificial aumenta a resistência ao desgaste da resina, o

que pode ter influenciado na diminuição da rugosidade superficial final no presente estudo. Além disso, no estudo de Firoozmand e Araujo<sup>29</sup> as resinas nanoparticuladas apresentaram maior absorção de água que as resinas micro-híbridas, devido a carga inorgânica menor na composição de resinas nanoparticuladas. Entretanto, apenas os valores de rugosidade final entre os grupos estavam em teste, sendo que o evento repetiu-se no grupo controle negativo, assegurando que todos os espécimes estavam nas mesmas condições.

Os resultados mostraram que o flúor gel neutro não aumentou a rugosidade superficial da resina composta. No entanto, estudos apontam que esta apresentação neutra forma menos flúor no esmalte e é menos eficiente na redução da desmineralização quando comparado com a forma acidulada<sup>30</sup>. Isso sugere que quando for optado pela utilização do neutro, podem ser necessárias mais sessões clínicas, ou maior tempo de aplicação, para atingir os mesmos resultados que o flúor acidulado.

No presente estudo, foi utilizada uma resina nanoparticulada composta por uma matriz monomérica contendo monômerostipo UDMA (Uretano Dimetacrilato) e TEGDMA (Trietilenoglicol Dimetacrilato), composição fotoiniciadora (APS), co-iniciadores, estabilizante, silano, carga de zircônia, sílica e pigmento. Um pequeno aumento de rugosidade foi observado após a aplicação tópica de flúor acidulado quando comparada ao grupo controle ( $\Delta Ra$ : 0,06 $\mu m$ ), o que desacorda dos estudos de Botta et al.<sup>14</sup> e de Dionysopoulos e Koliniotou-Koumpia<sup>31</sup>, os quais não encontraram diferença significativa na rugosidade das marcas comerciais de outras resinas nanoparticuladas testadas em seus trabalhos. A discrepância encontrada entre os resultados talvez se dê pela diferença no tamanho das partículas entre os dois materiais restauradores utilizados. Tais resultados sugerem que resinas compostas com partículas menores podem ter a superfície menos afetada pelo flúor gel acidulado e podem ser mais capazes de manter uma lisura superficial<sup>14,32,33</sup>.

Quanto a escolha das apresentações comerciais do flúor no experimento, levou-se em consideração o pH dos produtos. Foram escolhidos dois produtos, o de maior e menor pH: flúor gel acidulado (Nova DFL) e flúor gel neutro (Nova DFL), respectivamente. No nosso estudo, o produto acidulado parece ter aumentando a rugosidade superficial da resina testada quando comparado ao controle negativo e ao flúor neutro. Embora algumas pesquisas atuais venham demonstrando que a acidez do produto não é o único fator determinante para alteração da superfície de resinas compostas e que outros fatores também possam influenciar, como composição elementar do flúor<sup>9</sup> e tipo de partícula da resina. As resinas nanoparticuladas vêm mostrando as menores variações de superfície independente do valor do pH<sup>34</sup>.

Este estudo *in vitro* apresenta as seguintes limitações: não foi feito controle de temperatura das resinas durante o experimento, porém as amostras ficaram armazenadas em 4° C com objetivo de estabilizar o pH da saliva artificial. Além disso, por ser um estudo *in vitro*, não foram levadas em consideração fatores como força de cisalhamento e atrito de mastigação. O tempo que os espécimes ficaram imersos em saliva artificial alterou os parâmetros de rugosidade final e inicial, entretanto, os valores de rugosidade final para comparações entre grupos e a presença de um controle negativo demonstram que o viés foi controlado. Novos estudos também são necessários para avaliar a condição de adesão microbiana, considerando o pH bucal.

## CONCLUSÃO

O flúor gel neutro não parece interferir na rugosidade e características superficiais da resina Vittra APS – FGM. Os espécimes tratados com flúor gel acidulado mostraram um valor de rugosidade superficial maior que os espécimes do grupo controle negativo, porém tal diferença aparenta ser clinicamente irrelevante. Novos estudos devem ser realizados para

verificar se há maior adesão de biofilme nessas condições de rugosidade após aplicações tópicas de flúor gel acidulado e se a resina Vittra APS necessita passar por um polimento após o tratamento.

## AGRADECIMENTOS

As autoras agradecem à colaboração das equipes dos laboratórios de Pesquisa em Dentística e Materiais Dentários/FS, Engenharia Mecânica/SG9, Biocompatibilidade de Materiais Odontológicos/FS, Histopatologia Bucal/FS, Farmacologia Molecular/FS e Imunologia Celular e Molecular/FM. À Amanda Wobido e Priscilla Fernandes, que contribuíram para execução dessa pesquisa. À FGM, por disponibilizar as resinas e espumas de flúor necessários para realização deste trabalho. As autoras declaram não haver conflito de interesses com relação aos resultados do estudo.

## REFERÊNCIAS

1. Marinho VC, Higgins JP, Logan S, Sheiham A. Topical fluoride (toothpastes, mouthrinses, gels or varnishes) for preventing dental caries in children and adolescents. *Cochrane Database Syst Rev.* 2003;(4):CD002782.
2. Ten Cate JM, Buzalaf MAR. Fluoride mode of action: once there was an observant dentist... *J Dent Res.* 2019;98(7):725–30.
3. Cury JA, Tenuta LMA. Evidências para o uso de fluoretos em odontologia. *Odontol baseada em evidências.* 2010;2(4):1–18.
4. Marinho VC, Worthington HV, Walsh T, Chong LY. Fluoride gel effective at reducing caries in children. *Nat Publ Gr.* 2015;16(4):108-9.
5. Oliveira MRC, Oliveira PHC, Oliveira LHC, Horliana ACRT, César PF, Moura SK, et al. Microhardness of bovine enamel after different fluoride application protocols. *Dent Mater J.* 2019;38(1):61–7.
6. Larsen MJ, Richards A. The influence of saliva on the formation of calcium fluoride-like material on human dental enamel. *Caries Res.* 2001;35(1):57–60.
7. Lin D, Huang B. Staining potential of acidulated phosphate fluoride (APF) foam on dental restorations in vitro. *J Conserv Dent.* 2015 Jan/Feb;18(1):30-3.
8. Hosoya Y, Shiraishi T, Puppini-Rontani RM, Powers JM. Effects of acidulated phosphate fluoride gel application on surface roughness, gloss and colour of different type resin composites. *J Dent.* 2011;39(10):700–6.
9. Yeh ST, Wang HT, Liao HY, Su SL, Chang CC, Kao HC, et al. The roughness, microhardness, and surface analysis of nanocomposites after application of topical fluoride gels. *Dent Mater.* 2011;27(2):187–96.
10. Venturini D, Cenci MS, Demarco FF, Camacho GB, Powers JM. Effect of polishing techniques and time on surface roughness, hardness and microleakage of resin composite restorations. *Oper Dent.* 2006;31(1):11–7.
11. Watanabe T, Miyazaki M, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S. Influence of polishing duration on surface roughness of resin composites. *J Oral Sci.* 2005;47(1):21–5.
12. Camacho GB, Nedel F, Martins GB, Torino GG. Avaliação da rugosidade superficial de resinas compostas expostas a diferentes agentes. *Rev Odontol UNESP.* 2008;37(3):211–6.
13. De Oliveira ALBM, Giro EMA, Garcia PPNS, Campos JÁDB, Phark JH, Duarte S. Roughness and morphology of composites: influence of type of material, fluoride solution, and time. *Microsc Microanal.* 2014;20(5):1365–72.
14. Botta AC, Mollica FB, Ribeiro CF, Balducci I, Di Nicoló R, de Araujo MAM. Influence of topical acidulated phosphate fluoride on surface roughness of human enamel and different restorative materials. *Rev odonto ciênc.* 2010;25(1):83–7.
15. Ionta FQ, Mendonça FL, De Oliveira GC, De Alencar CRB, Honório HM, Magalhães AC, et al. In vitro assessment of artificial saliva formulations on initial enamel erosion remineralization. *J Dent.* 2014;42(2):175–9.
16. Dionysopoulos D. The effect of fluoride-releasing restorative materials on inhibition of secondary caries formation. *Fluoride.* 2014;47(3):258–65.
17. Calvo AFB, Tabchoury CPM, Del Bel Cury AA, Tenuta LMA, Da Silva WJ, Cury JA. Effect of acidulated phosphate fluoride gel application time on enamel demineralization of deciduous and permanent teeth. *Caries Res.* 2012;46(1):31–7.

18. São Paulo (Estado). Secretaria do Estado da Saúde. Recomendações sobre uso de produtos Fluorados no âmbito do SUS/SP em função do risco de cárie dentária. In: São Paulo (Estado). Secretaria do Meio Ambiente. RSS-164, de 21.12.2000 [internet]. São Paulo; 2000 [acesso 2020 mar 21]. Disponível em: <http://www.fo.usp.br/wp-content/uploads/CRRecomenda.pdf>.
19. Wobido AR. Avaliação da remoção de pigmentos extrínsecos e do polimento superficial promovido por materiais para profilaxia [trabalho de conclusão de curso]. Brasília (DF): Universidade de Brasília, Faculdade de Ciências da Saúde; 2017.
20. Güler AU, Duran I, Yücel AÇ, Özkan P. Effects of air polishing powders on the surface roughness of composite resins. *J Dent Sci*. 2010;5(3):136–43.
21. Bollen CML, Lambrechts P, Quirynen M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial retention: a review of the literature. *Dent Mater* 1997;13:258–69.
22. Dutra DAM, Pereira GKR, Kantorski KZ, Valandro LF, Zanatta FB. Does finishing and polishing of Restorative materials affect bacterial adhesion and biofilm formation? a systematic review. *Oper Dent*. 2018;43(1):37–52.
23. Cazzaniga G, Ottobelli M, Ionescu AC, Paolone G, Gherlone E, Ferracane JL, et al. In vitro biofilm formation on resin-based composites after different finishing and polishing procedures. *J Dent*. 2017;67:43–52.
24. Jones CS, Billington RW, Pearson CJ. The in vivo perception of roughness of restorations. *Br Dent J*. 2004;196(1):42–5.
25. Porto ICC de M, Almeida AGA. Avaliação em curto e médio prazo da sorção e da solubilidade de resinas compostas à base de metacrilato e de silorano em saliva artificial. *Rev Odontol da UNESP* 2013;42(3):176–81.
26. Gümüştaş B, Güray Efes B. Effect of different clinical applications on physico-mechanical properties of composite resins. *Biosci J*. 2018;34(5):1463–71.
27. Örtengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IEE, Örtengren U, Wellendorf H, et al. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil*. 2001;28:1106–15.
28. Mayworm CD, Camargo SS, Bastian FL. Influence of artificial saliva on abrasive wear and microhardness of dental composites filled with nanoparticles. *J Dent*. 2008;36(9):703–10.
29. Firoozmand LM, de Araujo MAM. Watersorption, hardness and scanning electron microscopy evaluation of dental composite resins submitted to high-risk decay model and intensive treatment with fluoride. *Acta Odontol Latinoam*. 2011;24(2):141–9.
30. Delbem ACB, Cury JA. Effect of application time of APF and NaF gels on microhardness and fluoride uptake of in vitro enamel caries. *Am J Dent*. 2002;15(3):169–72.
31. Dionysopoulos D, Koliniotou-Koumpia E. Effect of acidulated phosphate fluoride gel on the surface of dental nanocomposite restorative materials. *J Nano Res*. 2018;51:1–12.
32. Moda MD, Godas AG de L, Fernandes JC, Suzuki TYU, Guedes APA, Briso ALF, et al. Comparison of different polishing methods on the surface roughness of microhybrid, microfill, and nanofill composite resins. *J Investig Clin Dent*. 2018;9(1).
33. Ruivo MA, Pacheco RR, Sebold M, Giannini M. Surface roughness and filler particles characterization of resin-based composites. *Microsc Res Tech*. 2019;82(10):1756–67.
34. de Paula AB, de Fúcio SB, Alonso RC, Ambrosano GM, Puppini Rontani RM. Influence of chemical degradation on the surface properties of nano restorative materials. *Oper Dent*. 2014 May/ Jun;39(3):E109-17.