

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
Faculdade de Ciências da Saúde
Departamento de Odontologia



Trabalho de Conclusão de Curso

**Avaliação do pH, propriedades reológicas e capacidade de condicionamento
do esmalte de geis de ácido fosfórico**

Ariane Costa Santos

Brasília, 27 de junho de 2025

Ariane Costa Santos

**Avaliação do pH, propriedades reológicas e capacidade de condicionamento
do esmalte de geis de ácido fosfórico**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Departamento de
Odontologia da Faculdade de Ciências da
Saúde da Universidade de Brasília, como
requisito parcial para a conclusão do curso
de Graduação em Odontologia.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Rayssa Ferreira
Zanatta

Brasília, 2025

Aos meus pais, que com amor, sacrifício e coragem, me deram asas para conquistar esse sonho. Vocês foram fundamentais para que eu concluísse este ciclo em uma universidade pública. Ao meu irmão, pela força e o exemplo para vencer.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos laboratórios: Laboratório de Tecnologia de Medicamentos e Cosméticos, Laboratório de Dentística e Materiais Dentários, Laboratório de Biomateriais e Microbiologia Oral e o Laboratório de Engenharia Mecânica, da Universidade de Brasília, onde pude realizar os experimentos necessários nesse estudo.

Agradeço ao professor Dr. Marcílio Cunha Filho e a discente de doutorado Ana Luiza Lima, a discente de mestrado Amanda Tauchen Filgueiras, e a técnica de laboratório Marcilene Fernandes Almeida dos Santos pela contribuição neste trabalho.

Agradeço à minha orientadora, Rayssa Zanatta, por me dar a oportunidade de conhecer a iniciação científica laboratorial e clínica, por me apresentar à Dentística com tanto amor, por me orientar nesse trabalho de conclusão de curso, e por tanto que eu não consigo nem mencionar nesse curto parágrafo. Agradeço pelo apoio, companheirismo e inspiração ao longo desse percurso.

Agradeço a minha família, por cada incentivo nos dias difíceis, pelo amor, pela persistência, e pela compreensão e carinho nos meus dias de estresse. Essa conquista é tão minha quanto de vocês.

Aos amigos que a vida me deu nessa jornada, minha gratidão por encherem meus dias de leveza, risos e acolhimento, tornando as lutas menos solitárias e as vitórias muito mais significativas. Que a memória do que construímos juntos permaneça viva em cada conquista que ainda virá.

Às minhas duplas, Bárbara, Pâmalla, Thalita e Hugo, minha gratidão por compartilharem comigo a trajetória clínica, os desafios, os aprendizados e tantas coisas positivas que tornaram o meu caminho mais rico. Cada um de vocês me acrescentou aprendizados, tanto em Odontologia, quanto na vida, que marcaram a minha jornada.

Vencemos juntos.

Sumário

RESUMO	6
ABSTRACT	8
1. INTRODUÇÃO	10
2. MATERIAIS E MÉTODOS	12
2.1 Delineamento experimental	12
2.2 Avaliação do pH	13
2.3 Avaliação da Viscosidade	14
2.4 Avaliação da superfície do esmalte	15
2.5 Análise de cor (colorimetria)	16
2.6 Análise estatística	16
3. RESULTADOS	17
4. DISCUSSÃO	21
5. CONCLUSÃO	26
REFERÊNCIAS	27

RESUMO

Com o advento da era adesiva na Odontologia, o uso de sistemas adesivos do tipo autocondicionante e convencional preconizam o condicionamento ácido da estrutura dental, seja de forma seletiva no esmalte (*self-etch*) ou total, em ambos tecidos (*total-etch*). O ácido fosfórico de 30-40% é utilizado para garantir uma estrutura limpa, rugosa e com maior energia de superfície para receber o adesivo, passo fundamental para a criação de tags de resina e reduzir a micro infiltração na interface dente-material restaurador. O objetivo deste estudo foi avaliar as propriedades reológicas, químicas e o padrão de condicionamento ácido no esmalte dental, de 10 marcas de ácido fosfórico vendidas no Brasil. Foram testados os seguintes géis: Condicionador Ácido Fosfórico 37% - AllPrime, Condicionador Ácido Blue 37% Condac – FGM, Condicionador Ácido Fosfórico Super Etch 37% - SDI, Condicionador Ácido Fosfórico Ultra Etch IndiSpense 35% - Ultradent, Condicionador Ácido Fosfórico Ataque Gel 37% - Biodinâmica, Condicionador Ácido Fosfórico Fusion Duralink 37% Angelus, Condicionador Ácido Fosfórico Potenza Attacco 35% Bulk – PHS, Condicionador Ácido Fosfórico Gel 37% - Maquira, Condicionador Ácido Fosfórico 37% - Microdont, Condicionador Ácido Fosfórico Lysac Gel 37% - Lysanda. Para obtenção do pH, 0,5 g do gel foi misturado a 0,5 g de água destilada em um vórtex magnético, e os valores obtidos nos tempos: 30, 60, 90 e 120 segundos. A variação do pH foi calculada pela fórmula: $\%V = ((pH_{30} - pH_{120}) / pH_{30}) \times 100$. As análises de pH foram feitas em duplicata. A viscosidade (Pa.s) foi obtida em reômetro a partir da mensuração da taxa de cisalhamento (13 medidas, faixa de 3,14 a 628 rad/s, 32°C). As análises de viscosidade foram feitas em duplicata. Para o padrão de condicionamento foi mensurada a rugosidade (Ra) em amostras de esmalte bovino (4 mm de lado) planificadas e polidas. Estas tiveram metade da sua área exposta ao ácido por 30 segundos, e os valores de Ra foram obtidos em dois pontos tanto na área protegida como na área condicionada. A estatística inferencial foi feita por meio do teste T-Student, considerando $p < 0.05$, para viscosidade e pH, e pelo teste de Kruskal-Wallis para Ra ($p < 0.05$). Observou-se que não houve diferença significativa do pH entre os géis, e nem da viscosidade, sendo todos similares. Quanto a rugosidade observou-se aumento dos valores de Ra após o condicionamento para todos os géis, e a cor também variou bastante entre as marcas. Conclui-se que todos os géis testados

apresentam estabilidade de pH e valores similares, suficientes para promover o condicionamento do esmalte. Com relação a alteração de rugosidade, não houve diferença entre os géis testados, indicando que todos promovem adequado condicionamento

Palavras-chave: Acidez; Ácidos fosfóricos; Condicionamento Ácido Dentário; Esmalte

ABSTRACT

With the advent of the adhesive era in Dentistry, the use of self-etching and conventional adhesive systems indicates the acid etching of the tooth structure, either selectively (for self-etching adhesives) or total-etch. Phosphoric acid at 30-40% ensures that the enamel has a clean, rough structure with greater surface energy, allowing it to receive the dental adhesive, a fundamental step in creating resin tags and reducing microleakage between the tooth and the restorative material. The aim in this study was to evaluate the rheological and chemical properties and the acid etching pattern of dental enamel of 10 brands of phosphoric acid gels available in Brazil. The products tested were: Phosphoric Acid Conditioner 37% - AllPrime, Blue Acid Conditioner 37% Condac – FGM, Super Etch Phosphoric Acid Conditioner 37% - SDI, Ultra Etch IndiSpense Phosphoric Acid Conditioner 35% - Ultradent, Attaque Gel Phosphoric Acid Conditioner 37% - Biodinâmica, Fusion Duralink Phosphoric Acid Conditioner 37% Angelus, Potenza Attacco Phosphoric Acid Conditioner 35% Bulk – PHS, Gel Phosphoric Acid Conditioner 37% - Maquira, Phosphoric Acid Conditioner 37% - Microdont, Lysac Gel Phosphoric Acid Conditioner 37% - Lysanda. To obtain the pH, 0.5 g of the gel was mixed with 0.5 g of distilled water in a magnetic vortex, and the values obtained at the following times: 30, 60, 90 and 120 seconds. The pH variation was calculated by the formula: $\%V = ((pH_{30} - pH_{120}) / pH_{30}) \times 100$. The pH analyses were performed in duplicate. The viscosity (Pa.s) was obtained in a rheometer for the measurement of the shear rate (13 measurements, range from 3.14 to 628 rad/s, 32°C). The viscosity analyses were performed in duplicate. Inferential statistics were performed using the Student's t-test, considering $p < 0.05$, for viscosity and pH. For roughness (Ra), bovine enamel samples (4 mm side) were flattened and polished and had half of their area exposed to acid for 30 seconds. Ra values were obtained at two points in both the protected and conditioned areas. The Kruskal-Wallis test was performed ($p < 0.05$). Therefore, it is concluded that there was no significant difference in pH between the gels, no significant difference in viscosity, all being similar. About roughness, an increase in Ra values was observed after conditioning for all gels, and the color varied considerably between brands. It is concluded that all gels tested present similar pH stability values, enough to promote enamel conditioning.

About roughness, there was no difference between the gels tested, indicating that all can promote proper conditioning.

Keywords: Acidity; Phosphoric acids; Dental acid etching; Enamel

1. INTRODUÇÃO

Anterior a Odontologia Adesiva, as restaurações eram feitas de materiais metálicos, como o amálgama de prata. Sua retenção na cavidade se dava por meio de um preparo específico, a fim de garantir sua estabilidade mecânica na cavidade (1). Com a Odontologia Adesiva e a evolução dos materiais restauradores diretos, o uso de amálgama reduziu consideravelmente na atualidade, não somente pela estética desfavorável, mas também pelos riscos de contaminação ambiental por mercúrio, contaminação do profissional e do paciente, (2) além do custo biológico alto, ao remover estrutura sadia para criar um preparo retentivo para este material (3).

Na indústria, o ácido fosfórico costuma ser usado para tratar superfícies metálicas para melhorar a adesão de tintas em sua superfície. Na Odontologia, seu uso data de mais de 50 anos (4), tendo iniciado com os estudos de Buonocore, ao propor que o preparo da superfície do esmalte com este ácido removia uma camada superficial de contaminantes, além de criar áreas de porosidades que aumentam a área de contato, melhorando a adesão (5). Seu estudo é um clássico na Odontologia e mostra que o ácido fosfórico tem a capacidade de alterar a superfície do esmalte aumentando a energia de superfície, deixando-o rugoso, limpo, e melhor capaz de criar uma interface retentiva micromecânica, iniciando o marco da Odontologia Adesiva (6).

Ainda que não se faça mais necessário o uso de cavidades retentivas para as restaurações adesivas, os desgastes gerados por instrumentos rotatórios criam uma camada de smear layer, que dificultam a adesão. O condicionamento com ácido em concentrações de 30% a 40% no esmalte e na dentina, ou o condicionamento por um primer ácido em dentina, (7) removem esses detritos gerados pelo preparo, criam uma superfície com melhor molhabilidade, melhorando a adesão dos materiais resinosos. (4)

Os estudos para condicionamento de estruturas dentais começaram em 1949. Oskar Hagger desenvolveu o primeiro adesivo dental para dentina, o Sevrित्रon Cavity Seal (8). Atualmente, os sistemas adesivos são separados em autocondicionantes, convencionais ou universais, e divididos de acordo com o tratamento a smear layer, pelo uso ou não de ácido fosfórico para condicionar a superfície (9). Os adesivos

autocondicionantes (*self-etch*), seja de um passo, que contém apenas um frasco de primer misturado ao adesivo, ou de dois passos, que contém um frasco para o primer e outro frasco para o adesivo não precisam de condicionamento ácido fosfórico nos substratos dentais, especialmente em dentina; já os convencionais (*total-etch*) de 2 ou 3 passos, sendo o de três passos, um passo para o condicionamento ácido fosfórico da superfície, um para o primer e outro para o adesivo e o de dois passos sendo um para o ácido fosfórico e outro para o primer misturado ao adesivo, necessitam do condicionamento ácido fosfórico, tanto em esmalte como em dentina. (10). Os universais possuem apenas um frasco e podem ser utilizados em ambos os modos, sendo preferível o condicionamento seletivo do esmalte.

Quanto ao condicionamento ácido da superfície, se prevê o condicionamento seletivo de esmalte na estratégia *self-etch* e com os adesivos universais, por 30 segundos. Na estratégia *total-etch*, se condiciona esmalte e dentina, sendo 30 segundos para esmalte e 15 para dentina (7). Estudos mais recentes mostram formas de otimizar o tempo clínico em 15 segundos para esmalte e dentina, em um único passo (7). Por mais que exista o condicionamento do esmalte apenas usando o adesivo autocondicionante, o que prevê a técnica *self-etch*, ainda se observa vantagem em condicionar o esmalte com ácido fosfórico (4).

O ácido fosfórico (H_3PO_4), é um ácido forte, de pH 1, incolor, capaz de desmineralizar a hidroxiapatita. Para segurança no processo de aplicação em esmalte e dentina, esse produto é comercializado na forma de gel e em cor contrastante com os tecidos dentais, como azul ou verde, para facilitar a sua aplicação. Na geleificação do produto é utilizado um espessante, normalmente a sílica, cuja característica é um polímero amorfo (11). Para que o gel funcione, é importante que ele seja tixotrópico, propriedade que determina a viscosidade de um fluido quando aumenta a velocidade de cisalhamento constante, e retorna à condição inicial de gel, mais viscoso, quando em repouso (12).

Porém, o gel ácido não pode ser tão sólido, pois isto interfere no molhamento da superfície, e também não tão fluido, para evitar o seu escoamento para os tecidos moles da cavidade oral (13). Em Odontologia, já foi testado a capacidade reológica de géis de flúor, (14) géis de clareamento dental (15) e resinas (16), porém, pouco se fala sobre a viscosidade de ácidos fosfóricos.

Tendo em vista a importância de condicionamento da estrutura dental na era Odontologia Adesiva, atualmente há opções no mercado que pouco variam quanto a composição, no entanto, muito variam em preço, podendo ser de até 10 vezes mais entre marcas, e que pode influenciar na escolha de produtos com potencial de não promover uma performance satisfatória. Com isso, o objetivo deste estudo foi avaliar as propriedades reológicas, a estabilidade do pH de géis de ácido fosfórico bem como a alteração morfológica promovida sobre esmalte, em ácidos fosfóricos de 35%-37% de diferentes marcas, a fim de identificar se há diferenças entre os produtos disponíveis no mercado brasileiro. Tal definição tem o potencial de melhorar a descrição de produtos, inclusive nos processos licitatórios pela Clínica Odontológica na Unidade de Saúde Bucal do HUB, bem como poder funcionar como um guia para melhoria da descrição dos produtos por agências reguladoras e fabricantes.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Delineamento experimental

Este é um estudo experimental *in vitro*, cujo fator em estudo foi tipos de géis de ácido fosfórico, descritos na Tabela 1.

Tabela 1 – Geis testados e composição*

Gel	Composição
CAP (Condicionador Ácido Fosfórico 37% - AllPrime);	Ácido fosfórico, água, espessantes, estruturante e pigmento.
CC (Condicionador Ácido Blue 37% Condac – FGM)	Gel de ácido fosfórico 37%, corante, água deionizada, espessante
CAG (Condicionador Ácido Fosfórico Ataque Gel 37% - Biodinâmica)	Ácido Ortofosfórico 37%; Metilparabeno; Corante azul (CI52015); Espessante e Água Deionizada.
CUE (Condicionador Ácido Fosfórico Ultra Etch IndiSpense 35% - Ultradent)	Ácido fosfórico em solução <40% Polietilenoglicol >2,5-≤10%, Dimeticona

	(ANVISA) Ácido fosfórico, espinélio azul de aluminato de cobalto, siloxano (MSDS)
CFD (Condicionador Ácido Fosfórico Fusion Duralink 37% - Angelus)	Ácido ortofosfórico; água; espessante e pigmentos.
CPA (Condicionador Ácido Fosfórico Potenza Attacco 35% Bulk – PHS)	Ácido fosfórico a 35%, corante, espessantes e água deionizada.
CAG (Condicionador Ácido Fosfórico Gel 37% - Maquira)	Ácido fosfórico 37%, digluconato de clorexidina, espessante, corante e água
CAF (Condicionador Ácido Fosfórico 37% - Microdont)	Ácido fosfórico a 37%, espessante, corante, estruturante e água.
CAL (Condicionador Ácido Fosfórico Lysac Gel 37% - Lysanda)	Ácido fosfórico, sílica, glicerina, água deionizada e corante.
CASE (Condicionador Ácido Fosfórico Gel Super Etch 37% - SDI)	Água Purificada, Ácido fosfórico, sílica (Aerosil 200), Pigmento (Maxillon Azul)

*A composição de cada ácido fosfórico foi encontrada na bula de cada fabricante.

2.2 Avaliação do pH

Para avaliação do pH foi utilizado um peagâmetro de bancada de alta precisão (BEL Engineering, PHS3BW) previamente calibrado com soluções padrão de acordo com instruções do fabricante. As leituras foram feitas em duplicata, em alíquotas coletadas de 2 seringas diferentes de cada material, retirando a amostra da seringa para um eppendorf para ensaio. Os ácidos foram diluídos em água destilada para mensuração, sendo a mistura composta por 0,5g de ácido e 0,5g de água destilada, pesados em balança analítica e misturadas em um vórtex magnético (Figura 1). O pH foi obtido nos tempos de 30, 60, 90 e 120 segundos



Figura 1 - Phmetro de bancada à esquerda e becker com 0,5g de ácido à direita.

2.3 Avaliação da Viscosidade

A avaliação da viscosidade foi feita medindo sua taxa de cisalhamento usando um reômetro oscilatório (TA Instruments, Modelo DHR-2 – figura 2). O reômetro foi equipado com um sistema de aquecimento/refrigeração Peltier integrado com tampa Peltier, para garantir uma temperatura uniforme de 32°C e minimizar a evaporação. Um espaço padrão de 140 micrômetros foi adotado entre as placas Peltier. Dois conjuntos de medições foram realizados para cada gel para avaliar a reprodutibilidade. As viscosidades foram registradas em 13 taxas de cisalhamento espaçadas logaritmicamente na faixa de 3,14 a 628 rad/s. Os resultados da média das duas mensurações independentes foram usados para cálculo da taxa de cisalhamento da viscosidade (Pa.s).

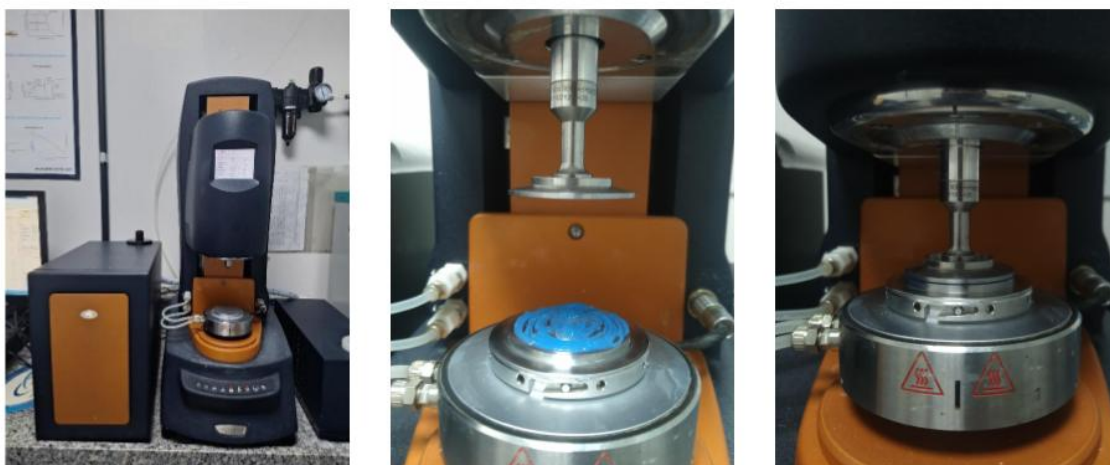


Figura 2 – À esquerda, reômetro utilizado nas mensurações da viscosidade, no meio, ácido colocado sob a placa de peltier plana e à direita, posição do reômetro durante uma análise de viscosidade.

2.4 Avaliação da superfície do esmalte

A análise da morfologia do esmalte após a aplicação dos ácidos foi feita por meio de microscopia confocal. Para tal, amostras de esmalte de incisivos bovino foram obtidas da coroa, na face vestibular. Trinta amostras quadradas, com 4 mm x 4 mm de lado, foram obtidas com disco diamantado, sendo três para cada gel testado (triplicata). As amostras foram embutidas em resina acrílica utilizando uma matriz de silicone de 8 mm de diâmetro e polidas em politriz circular com velocidade e irrigação constantes, usando lixas de carbetto de silício em granulação crescente (#600, #800, #1200, por 2 minutos cada e disco de feltro com pasta de polimento Diamond Excel, FGM, com diamante micronizado de granulação 2-4 micras, por 2 minutos) até paralelismo das faces e lisura superficial.

Para cada substrato, após lavagem em ultrassom por 180 segundos, metade da amostra de esmalte foi coberta com uma fita de PVC para proteção, foi feito um risco com lâmina de bisturi nessa interface, e então o ácido respectivo de cada grupo foi aplicado sobre o lado descoberto, por 30 segundos, seguido de lavagem abundante com água por 30 segundos e secagem com jato de ar (Figura 3). A fita foi removida, e uma limpeza com acetona foi realizada para remoção de detritos adesivos da fita de PVC. As amostras foram então levadas para avaliação do padrão de condicionamento em microscópio confocal, com 50X de aproximação e os valores de rugosidade

(parâmetros usados: Ra, Rz, Rt e Rp) foram coletados, além das imagens do padrão de condicionamento. Essas leituras foram feitas em triplicata para cada gel.



Figura 3 - Imagem ilustrativa do condicionamento ácido da amostra

2.5 Análise de cor (colorimetria)

A análise da cor (colorimetria) foi realizada por meio visual (colorimetria visual) comparando-se visualmente a cor da amostra com a cor de um padrão. Pode-se efetuar essa análise sob condições de luz “branca” natural ou artificial ou ainda em câmaras especiais, com várias fontes de luz (ou seja, vários comprimentos de onda). Para avaliação da cor de todos os ácidos, fotografias padronizadas foram realizadas utilizando um dente artificial número 36 da marca MOM. As fotos dos ácidos foram feitas com câmera DSLR (Nikon D3200) com flash Twin (Godox), usando lente macro 105mm (Sigma). Foi utilizado a mesma distância focal e parâmetros de flash para todas as fotos.

2.6 Análise estatística

A análise dos dados foi feita de acordo com a variável resposta. Para o pH, foi calculado a média e o desvio padrão entre as medidas, bem como a variação entre o tempo final (120 segundos) e o inicial (30 segundos), calculado pela fórmula $[\%V = ((\text{pH}_{30} - \text{pH}_{120}) / \text{pH}_{30}) \times 100]$. Para comparação entre os grupos e entre os tempos foi realizado o teste T-Student. Para a viscosidade, foi calculado a média e desvio padrão e os dados também comparados por meio do teste T-Student. Para a rugosidade foi realizado Teste de Kruskal-Wallis, a análise colorimétrica foi feita de forma qualitativa observacional. Em todas as análises foi utilizado o software Jamovi (The Jamovi Project, 2021, versão 1.8). Para a cor, a análise foi apenas qualitativa.

3. RESULTADOS

A tabela 2 apresenta a média, desvio padrão e variação do pH para todos os géis testados e nos tempos avaliados. O teste T-Student não revelou diferença estatística para nenhum tempo em nenhum gel ($p>0.05$ para todas as comparações). Entre os géis, Potenza Attaco (PHS) apresentou valores de pH maiores que o Ultra Etch (Ultradent), o Lysacgel (Lysanda), o Ácido Fosfórico (AllPrime), o Ácido Fosfórico (Microdont) e o SuperEtch (SDI) em todos os tempos, no entanto essa diferença pode ser considerada clinicamente insignificante, como pode ser observado pelo gráfico da figura 4. Em termos de variação, observou-se que os géis Lysacgel (Lysanda), Ácido Fosfórico (AllPrime) e Ácido Fosfórico (Microdont) apresentaram valores superiores, no entanto, essa variação também pode ser considerada clinicamente irrelevante, já que todos os valores ficaram entre 1 e 3, suficiente para promoção da desmineralização em esmalte.

Tabela 2 – Média, desvio padrão e variação do pH para os géis testados

Tempo:		30s		60s		90s		120s		%V
		M	DP	M	DP	M	DP	M	DP	
Potenza Attaco/PHS		2.95 ^b	0.45	2.90 ^b	0.38	2.85 ^b	0.33	2.83 ^b	0.33	3.8
UltraEtch/ Ultradent		1.67 ^{ab}	0.04	1.69 ^a	0.02	1.65 ^a	0.03	1.62 ^a	0.01	3.3
Lysac Lysanda	Gel/	1.53 ^{ab}	0.25	1.49 ^a	0.25	1.42 ^a	0.23	1.35 ^a	0.21	11.4
Ácido Fosfórico/ AllPrime		1.41 ^{ab}	0.23	1.35 ^a	0.25	1.30 ^a	0.27	1.28 ^a	0.29	9.7
Ataque Biodinâmica	Gel/	1.68 ^{ab}	0.21	1.65 ^{ab}	0.31	1.61 ^{ab}	0.33	1.58 ^{ab}	0.33	6.8
Ácido Fosfórico/ Angelus		1.75 ^{ab}	0.28	1.77 ^{ab}	0.29	1.71 ^{ab}	0.30	1.62 ^{ab}	0.33	7.5

AcidoFosforico/ Microdont	1.60 ^{ab}	0.38	1.49 ^a	0.22	1.43 ^a	0.15	1.39 ^a	0.10	11.3
Super Etch/SDI	1.20 ^a	0.19	1.19 ^a	0.18	1.18 ^a	0.16	1.17 ^a	0.16	2.4
Ácido Fosfórico/ Maquira	1.54 ^{ab}	0.33	1.57 ^{ab}	0.34	1.56 ^{ab}	0.34	1.54 ^{ab}	0.32	0.3
Condac/FGM	1.55 ^{ab}	0.19	1.59 ^{ab}	0.26	1.54 ^{ab}	0.25	1.50 ^a	0.23	3.4

Letras mostram diferenças entre os ácidos, para cada tempo separadamente (Teste T-Student). M: Média, MD: Desvio Padrão, %V: variação entre os tempos 30 e 120 segundos, em porcentagem, obtida pela fórmula $\%V = ((pH_{30} - pH_{120}) / pH_{30}) \times 100$

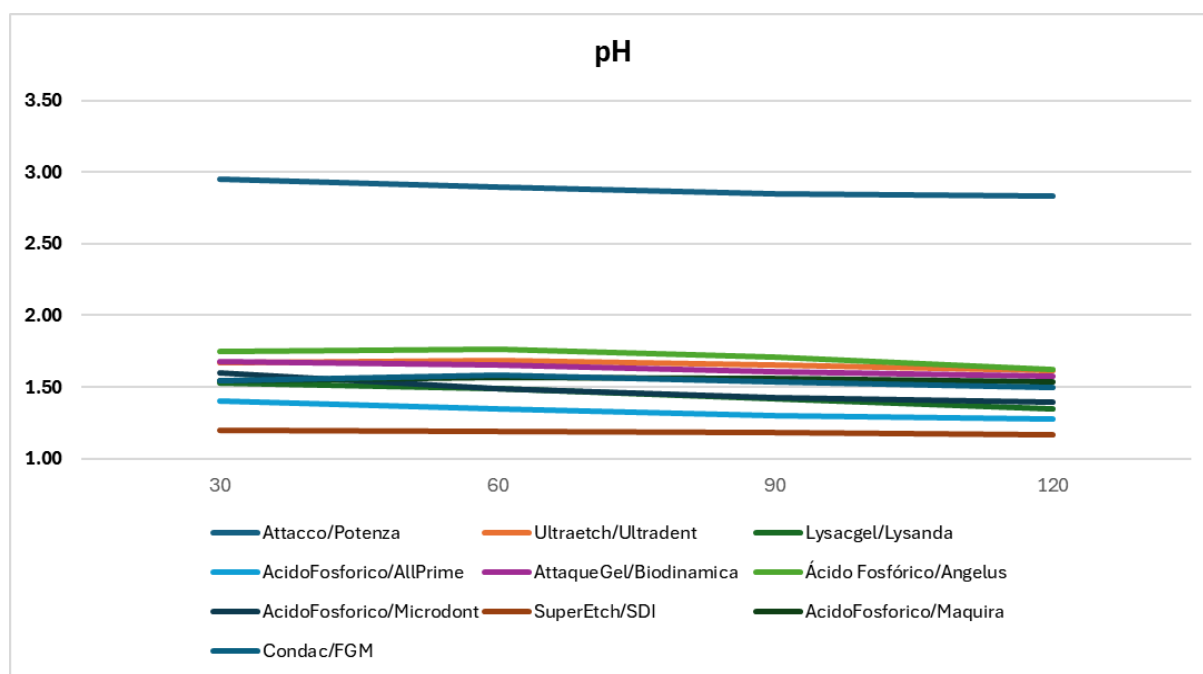


Figura 4 – Variação do pH ao longo do tempo dos géis avaliados neste estudo.

Com relação a viscosidade, os valores médios estão dispostos em escala logarítmica na Figura 5. A variação entre os géis foi pequena e clinicamente irrelevante. O Test-T Student apontou que o gel Lysac Gel (Lysanda) foi o que apresentou valores discrepantes do maior número de géis, sendo diferente de Ultra Etch (Ultradent), Ácido Fosfórico (AllPrime), Fusion Duralink (Angelus), Ácido Fosfórico (Microdont), SuperEtch (SDI) e Condac (FGM). O gel Potenza Attaco (PHS) foi o segundo com maior variação, sendo diferente de Ultra Etch (Ultradent), Fusion Duralink (Angelus), SuperEtch (SDI) e Condac (FGM). Todos os demais foram

similares entre si. No entanto vale ressaltar que a diferença é muito pequena e é possivelmente clinicamente irrelevante.

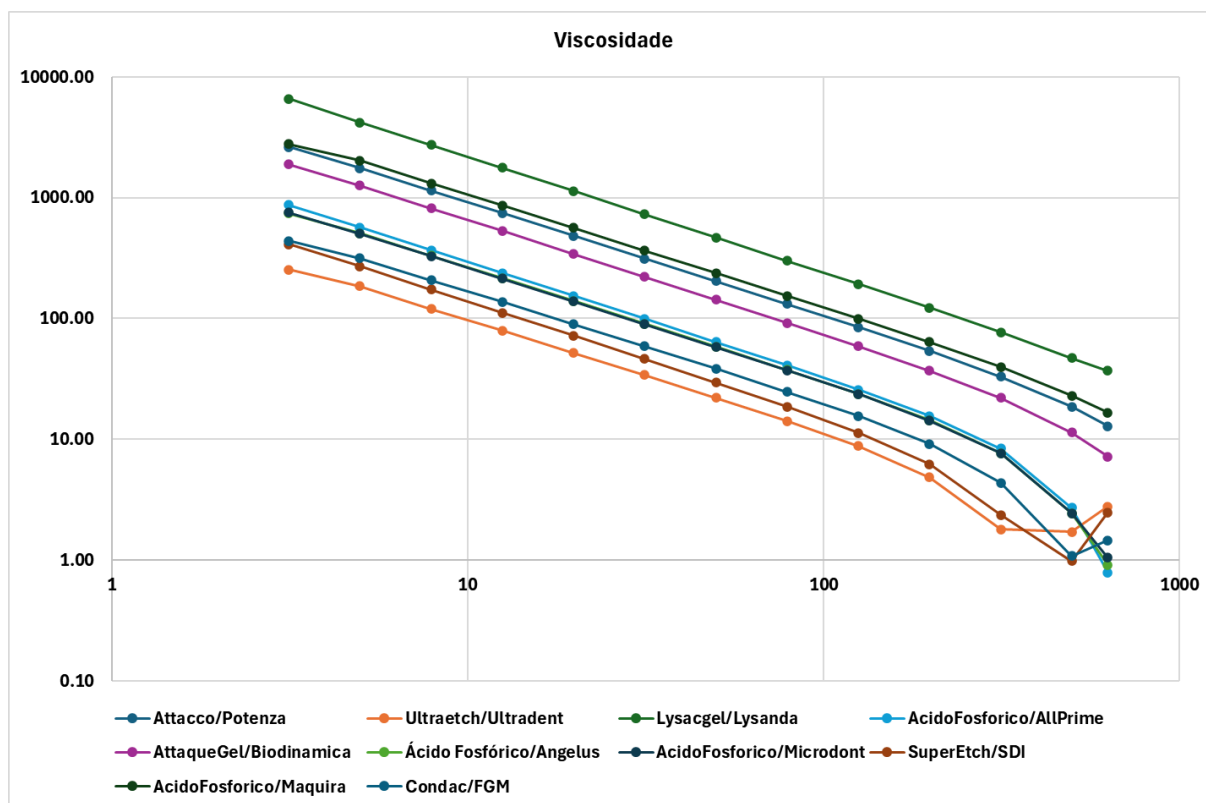


Figura 5 – Valores médios da viscosidade dos geis testados apresentados em escala logarítmica.

Para a rugosidade o teste-T para comparação entre a condição (protegido x condicionado) revelou diferença estatística para todos os grupos ($p < 0.05$), com exceção para o Ácido Fosfórico (AllPrime) ($p = 0.135$) e o Fusion Duralink (Angelus) ($p = 0.173$). Já entre os geis, após o condicionamento do esmalte, o teste de Kruskal Wallis revelou que não houve diferença significativa ($p = 0.201$), indicando o mesmo efeito entre todos os produtos testados. Na figura 7 está apresentada imagens ilustrativas das amostras avaliadas, indicando padrão de condicionamento similar entre os produtos.

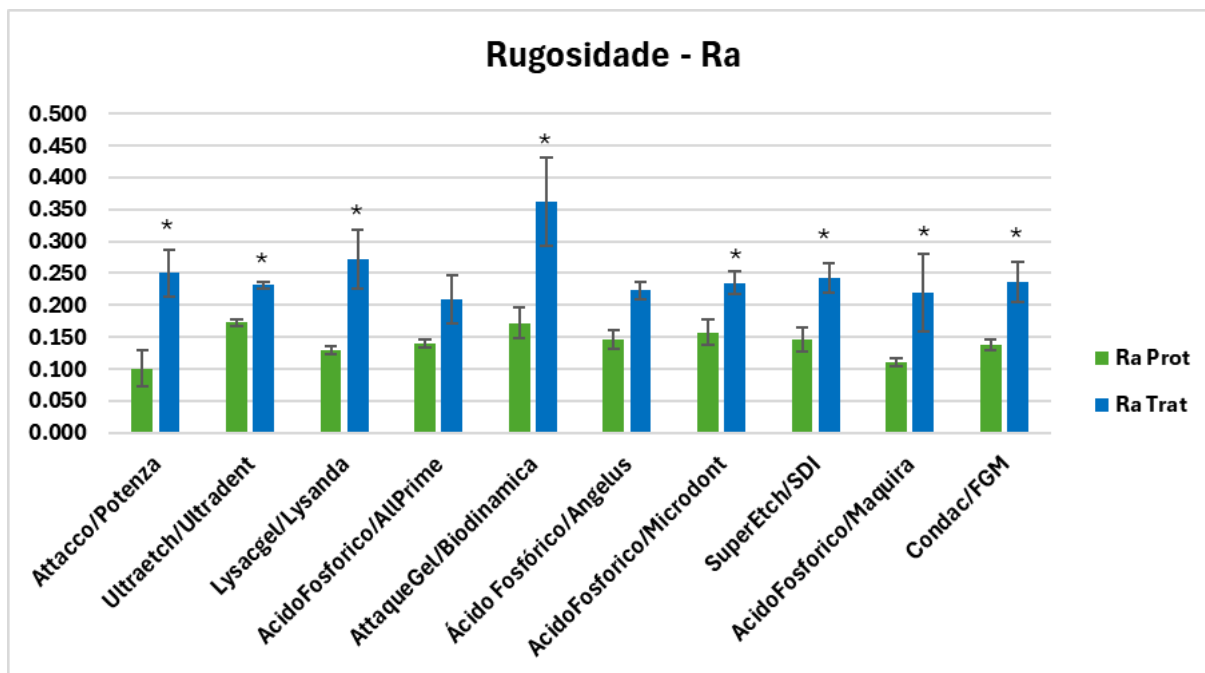


Figura 6 – Média e desvio padrão para rugosidade (Parâmetro Ra) para os grupos testados, considerando a região protegida e a região condicionada. O símbolo (*) apresenta diferença entre o Ra Protegido e o Ra Tratado.

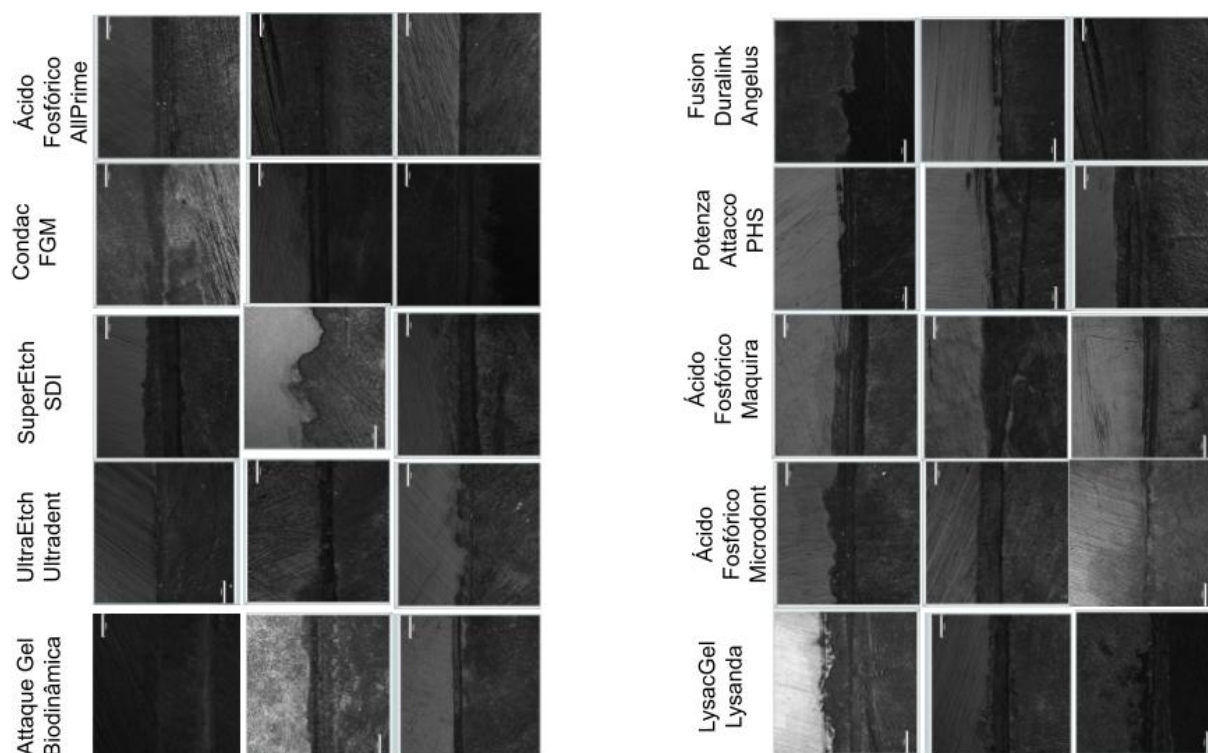


Figura 7 – Imagens ilustrativas das amostras avaliadas

Para colorimetria, os dados foram apenas qualitativos e as fotos de todos os ácidos estão na Figura 8.

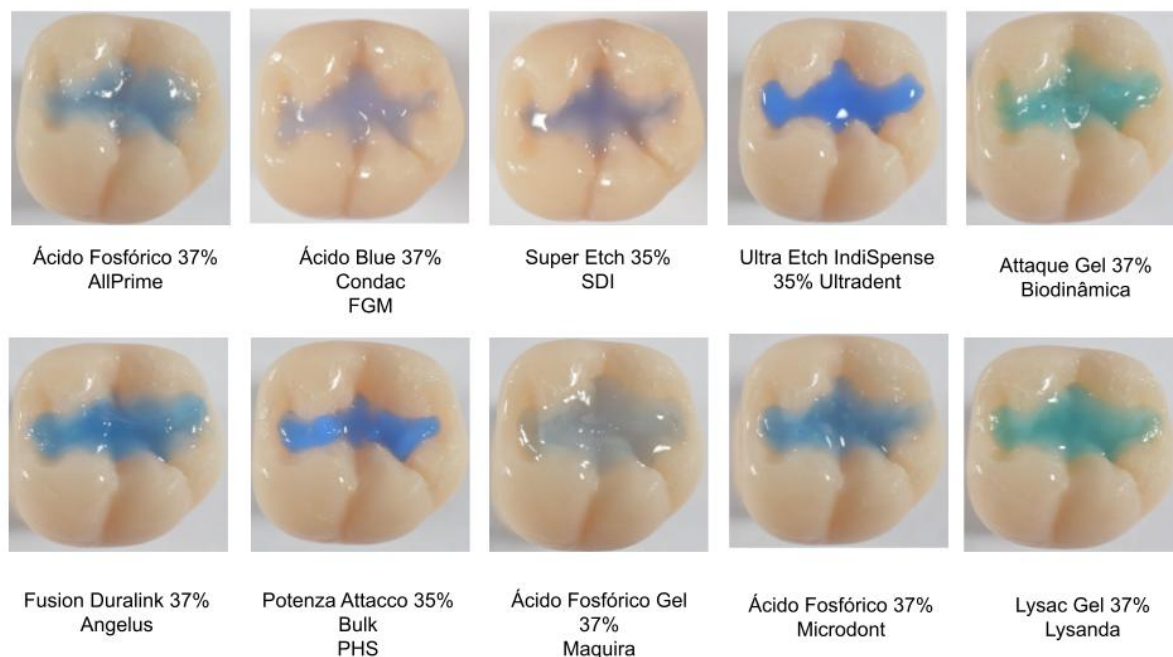


Figura 8 – Apresentação da cor dos 10 ácidos testados

4. DISCUSSÃO

O objetivo principal da aplicação de ácido fosfórico é promover a desmineralização da superfície dental, removendo uma camada de aproximadamente 10 µm de espessura composta por esmalte aprismático, que é pouco reativo, além de realizar a limpeza da superfície com a eliminação da smear layer. Isso resulta no aumento da energia de superfície, reduz o ângulo de contato do adesivo com o tecido e melhora significativamente a adesão (17). Do ponto de vista estrutural, o ataque ácido leva à liberação de carbono e à dissolução de cálcio e fósforo, criando irregularidades nos espaços intra e inter cristalinos. A energia de superfície mais alta garante que os monômeros de resina molhem facilmente a superfície, se infiltrem nos microporos e se polimerizem para formar marcadores de resina. (6)

Atualmente, os ácidos fosfóricos vendidos no Brasil possuem similaridade na composição (vide tabela 1). Observa-se que os ácidos possuem uma base de composição em ácido ortofosfórico, água, espessante e pigmentos. Os espessantes

usados costumam ser tipos de polímeros de silicone e nem sempre são determinados em bula, porém, quando sim, o siloxano e a dimeticona são exemplos desses polímeros, discriminados em alguns dos ácidos testados. O fato de a composição completa de cada produto geralmente não ser divulgada dificulta uma análise intensiva e específica do tópico (18). O espessante é o responsável por aumentar a viscosidade do produto e melhorar a sua estabilidade. Pode ser chamado também de agente de viscosidade ou doador de consistência. Alguns espessantes são usados em formulações para reduzir a velocidade de sedimentação de partículas dispersas em um veículo no qual não são solúveis, neste caso, são chamados de agentes suspensores. Os agentes gelificantes também apresentam a propriedade de espessamento (19).

Sendo o ácido fosfórico uma suspensão, é necessário que todos os componentes saiam da seringa emulsionados (19), a fim de que se garanta que o condicionamento ácido da superfície está sendo realizado corretamente, e consequentemente, para garantir melhor adesão.

Os pigmentos dos ácidos, embora todos tenham, alguns definem qual a cor, outros não. Em via de regra, o Brasil vende ácidos fosfóricos para uso odontológico com corante azul e em fotos de comparação (figura 8), é possível notar a diferença de saturação entre eles. Embora não haja benefício em termos de condicionamento por parte do corante, o uso de produtos mais saturados tendem a contrastar mais com o substrato dental e facilitar a aplicação. Nota-se uma cor mais contrastante nos ácidos UltraEtch, Potenza Attaco e Fusion Duralink, e menos no Gel Maquira e Condac Blue.

Os ácidos das marcas AllPrime, Angelus, PHS, e SDI possuem em sua formulação básica, descrita nas bulas, água, espessante, pigmentos e ácido fosfórico 37%. Outros possuem algumas diferenças, como, por exemplo: o ácido da marca Maquira possui clorexidina em sua composição e em um estudo de 2018, foi observado que conter clorexidina em um ácido pode piorar a adesão, por degradação prematura do adesivo (20). Porém, um estudo de 2019 já diz o oposto, que a adição de clorexidina melhorou a adesão, sem comprometer a polimerização (21). Não há evidências clínicas que suportem que a presença de clorexidina na composição do ácido fosfórico tenha efeito benéfico na ação adesiva.

O ácido Biodinâmica possui metilparabeno, um conservante de amplo espectro de ação microbiana, muito comum em produtos farmacêuticos, alimentos e

cosméticos. Em Odontologia, os tubetes de anestésicos locais possuem metilparabeno e estuda-se a concentração deste, em função de reações alérgicas (22). No entanto, também não há evidências clínicas de que a presença desse componente promova benefício no condicionamento e adesão.

O ácido Lysac possui glicerina e sílica em sua composição. A glicerina é comum em produtos de uso odontológico, por ser umectante e redutor de viscosidade (23). Ademais, na indústria farmacéutica, os umectantes, como a glicerina, são substâncias higroscópicas que possuem a propriedade de absorver vapor de água da umidade do ar até alcançar um determinado grau de diluição, além de evitar ou diminuir o ressecamento da formulação. As propriedades higroscópicas da película umectante podem permanecer no tecido, a fim de favorecer a hidratação. Contudo, devido à sua viscosidade da glicerina, esta pode conferir aspecto pegajoso à formulação, além de interferir na estabilidade da emulsão (19). Já a sílica, utilizada como espessante, pode não ser totalmente removida do dente ao lavar o ácido, o que pode prejudicar a adesão (13,24).

O ácido da marca Ultradent possui dimeticona, um emoliente. Os emolientes são responsáveis pelo espalhamento e pela lubrificação. São substâncias empregadas em produtos de uso tópico (19). Além disso, o ácido também possui em sua formulação polietilenoglicol, que é um umectante, assim como a glicerina.

Considerando o tipo de fluido, na reologia eles podem ser classificados como newtoniano, quando o fluido mantém a sua viscosidade constante com o aumento da velocidade de deformação; como pseudoplástico, quando o fluido diminui a sua viscosidade quando aumenta a velocidade de deformação; e dilatante, que é um fluido que aumenta a viscosidade quando aumenta a velocidade de deformação (6). Neste estudo, todos os ácidos se comportaram como pseudoplásticos, pois a viscosidade de todos diminuiu quando aumentou a velocidade de deformação (cisalhamento), conforme apresentado na Figura 5 (12).

Pode-se observar que os ácidos das marcas SDI, Ultra Etch e FGM apresentam comportamento reológico predominantemente pseudoplástico, caracterizado pela redução progressiva da viscosidade aparente com o aumento da taxa de cisalhamento. Observou-se, contudo, uma breve região de comportamento dilatante, possivelmente associada à reorganização transiente da malha polimérica do gel. Este

fenômeno não altera o perfil reológico global, mantendo-se a classificação do material como pseudoplástico.

Observou-se que, na menor taxa de cisalhamento aplicada (rad 3,14), os 10 produtos apresentaram viscosidades iniciais distintas. Dentre eles, o ácido Lysac Gel demonstrou a maior viscosidade aparente, indicando uma resistência inicial mais elevada ao escoamento quando comparado aos outros ácidos. Já o ácido Ultra Etch apresentou a menor viscosidade inicial. Este comportamento sugere que o ácido Lysac Gel possui uma estrutura interna mais organizada ou interações intermoleculares mais intensas, como a adição de glicerina e sílica em sua composição, que conferem maior rigidez.

Os valores de viscosidade inicial são de suma importância, pois a viscosidade de interesse é a em baixa taxa de cisalhamento, logo, o pa.s deve ser aceitável tanto para a espalhabilidade do ácido, aderência na superfície dental, não escorrer para tecidos moles, além experiência sensorial do usuário. A forma de aplicação do ácido fosfórico usualmente é por seringas e a região anatômica dental em que o ácido é aplicado, a depender da seringa e da ponta ativa, pode dificultar ou facilitar o manejo desse material. Foi observado que agulhas pequenas reduzem o risco de complicações em aplicação de ácido hialurônico, porém, alteram o equilíbrio reológico da substância (25). É possível que isso se aplique aos ácidos fosfóricos, tendo em vista que as marcas usam padrões diferentes de seringas e agulhas aplicados, o que pode facilitar ou dificultar o uso do ácido pelo cirurgião dentista.

A capacidade do ácido fosfórico de condicionar os diferentes tecidos dentais depende do bom contato com o substrato e da sua habilidade de infiltrar completamente as irregularidades da superfície, promovendo a reação de desmineralização (26). Para garantir essa ação, o ácido pode ser usado na forma líquida, que não teria o espessante em sua fórmula básica ou na fórmula em gel. A forma em gel permite um controle mais preciso durante a aplicação. No entanto, essa mesma característica limita sua fluidez, dificultando a penetração do ácido em áreas de difícil acesso, como a região apical dos canais radiculares (27).

Por isso, é essencial que o condicionador tenha uma viscosidade equilibrada: suficientemente alta para permanecer no local desejado, sem escorrer para tecidos adjacentes, mas também fluida o bastante para proporcionar boa molhabilidade e ação eficiente sobre o esmalte e a dentina (28,29). Enquanto o gel oferece maior

controle de aplicação, as versões líquidas apresentam melhor capacidade de penetração, favorecendo o condicionamento por conta de sua menor viscosidade, maior molhabilidade e menor energia de superfície (28). Além da viscosidade ideal, possivelmente, o desenho da seringa e do aplicador pode influenciar positivamente no controle do cirurgião-dentista à aplicação, pois uma seringa de ponta menor e mais fina leva ao maior controle da aplicação, quando se refere ao esmalte coronário, especialmente em áreas mais críticas e de difícil acesso, como na parede gengival em cavidades classe II.

O uso de ácido fosfórico deve ser avaliado na prática clínica e do substrato a ser condicionado (30). Embora as diferenças da composição biológica do esmalte e da dentina não tenham sido relevantes nesse estudo, estudos futuros devem avaliar se diferentes formulações interferem em dentina, bem como avaliar a resistência adesiva.

5. CONCLUSÃO

Conclui-se que todos os géis testados apresentam estabilidade de pH e valores similares, suficientes para promover o condicionamento do esmalte. Com relação a alteração de rugosidade, não houve diferença entre os géis testados, indicando que todos promovem adequado condicionamento.

Estudos futuros devem avaliar a resistência adesiva e influência do desenho da ponta aplicadora/seringa no controle de aplicação do produto, além de avaliar a composição dos ácidos, a fim de se observar se os espessantes possuem papel negativo, deixando remanescentes na estrutura dental, piorando o condicionamento da superfície e, conseqüentemente a adesão.

REFERÊNCIAS

1. Osborne JW, Summitt JB. Extension for prevention: is it relevant today? *Am J Dent*. 1998 Aug;11(4):189–96.
2. Spencer AJ. Dental amalgam and mercury in dentistry. *Aust Dent J*. 2000 Dec;45(4):224–34.
3. Tran HT, Anandasabapathy N, Soldano AC. Amalgam tattoo. *Dermatol Online J*. 2008 May 15;14(5):19.
4. Lopes GC, Thys DG, Klaus P, Oliveira GMS, Widmer N. Enamel acid etching: a review. *Compend Contin Educ Dent*. 2007 Jan;28(1):18–24; quiz 25, 42.
5. Buonocore MG. A Simple Method of Increasing the Adhesion of Acrylic Filling Materials to Enamel Surfaces. *J Dent Res*. 1955 Dec 9;34(6):849–53.
6. Shen C, Rawls HR, Esquivel-upshaw JF. *Materiais Dentários*. 13th ed. Rio de Janeiro: GEN Guanabara Koogan; 2023. 119 p.
7. Silva AFD, Lund RG. *Dentística Restauradora - Do Planejamento à Execução*. Rio de Janeiro; 2016. 87 p.
8. Söderholm KJM. Dental adhesives how it all started and later evolved. *J Adhes Dent*. 2007;9 Suppl 2:227–30.
9. Nunes MPCEN. *Sistemas Adesivos*. 3rd ed. Porto Alegre: Artmed; 2018.
10. Fonseca AS. *Odontologia estética*. Porto Alegre: Artes Médicas; 2014. 35 p.
11. Huang Y, Li P, Zhao R, Zhao L, Liu J, Peng S, et al. Silica nanoparticles: Biomedical applications and toxicity. *Biomed Pharmacother*. 2022 Jul;151:113053.
12. Soares EJ. *Introdução à reologia*. São Paulo: Editora Blucher; 160 p.
13. Costa Scholz MF, Aboud Matos de Almeida R, Scholz N, Mongruel Gomes G, Masson-P MJ, Dourado Loguercio A, et al. The Effect of Viscosity and Application Mode of Phosphoric Acid on Bond Strength of GlassFiber Post. *Clin Cosmet Investig Dent*. 2020 Feb;Volume 12:61–70.
14. Braden M, Perera R. Rheology of Fluoride Gels. *J Dent Res*. 1976 May 1;55(3):353–6.
15. Kwon S, Pallavi F, Shi Y, Oyoyo U, Mohraz A, Li Y. Effect of Bleaching Gel Viscosity on Tooth Whitening Efficacy and Pulp Chamber Penetration: An In Vitro Study. *Oper Dent*. 2018 May 1;43(3):326–34.

16. Zhang X, Zhang Q, Meng X, Ye Y, Feng D, Xue J, et al. Rheological and Mechanical Properties of Resin-Based Materials Applied in Dental Restorations. *Polymers (Basel)*. 2021 Sep 1;13(17):2975.
17. Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent*. 1991;3(4):133–8.
18. Torres C, Moecke S, Mafetano A, Cornélio L, Di Nicoló R, Borgesd A. Influence of Viscosity and Thickener on the Effects of Bleaching Gels. *Oper Dent*. 2022 May 1;47(3):E119–30.
19. Allemand AGS, Deuschle VCKN. *Formulações em cosmetologia*. Porto Alegre: SAGAH; 2019.
20. da Rosa LS, Follak AC, Lenzi TL, Rocha R de O, Soares FZM. Phosphoric Acid Containing Chlorhexidine Compromises Bonding of Universal Adhesive. *J Adhes Dent*. 2018;20(3):243–7.
21. Siqueira FSF de, Hilgemberg B, Araujo LCR, Hass V, Bandeca MC, Reis A, et al. Effect of Phosphoric Acid Containing MMP-Inactivator on the Properties of Resin Bonding to Eroded Dentin. *J Adhes Dent*. 2019;21(2):149–58.
22. Silva GHR da, Bottoli CBG, Groppo FC, Volpato MC, Ranali J, Ramacciato JC, et al. Methylparaben concentration in commercial Brazilian local anesthetics solutions. *J Appl Oral Sci*. 2012;20(4):444–8.
23. Becker LC, Bergfeld WF, Belsito D V, Hill RA, Klaassen CD, Liebler DC, et al. Safety Assessment of Glycerin as Used in Cosmetics. *Int J Toxicol*. 2019;38(3_suppl):6S-22S.
24. Perdigao J, Denehy GE, Swift EJ. Silica contamination of etched dentin and enamel surfaces: a scanning electron microscopic and bond strength study. *Quintessence Int*. 1994 May;25(5):327–33.
25. Lee W, Oh W, Moon HJ, Koh IS, Yang EJ. Soft Tissue Filler Properties Can Be Altered by a Small-Diameter Needle. *Dermatol Surg*. 2020 Sep;46(9):1155–62.
26. Salas MMS, Bocangel JS, Henn S, Pereira-Cenci T, Cenci MS, Piva E, et al. Can viscosity of acid etchant influence the adhesion of fibre posts to root canal dentine? *Int Endod J*. 2011 Nov;44(11):1034–40.
27. Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Tomé ÂR, Vanherle G, Lopes AB. Morphological field emission-SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dental Materials*. 1996 Jul;12(4):262–71.
28. Bernales Sender FR, Castañeda Vía JA, Tay LY. Influence of different phosphoric acids before application of universal adhesive on the dental enamel. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*. 2020 Dec 19;32(8):797–805.

29. Scheffel DLS, Tenuta LMA, Cury JA, Hebling J. Effect of acid etching time on demineralization of primary and permanent coronal dentin. *Am J Dent*. 2012 Aug;25(4):235–8.
30. Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Scheidel DD, Erickson RL, Latta MA, et al. Effect of Phosphoric Acid Pre-etching on Fatigue Limits of Self-etching Adhesives. *Oper Dent*. 2015;40(4):379–95.