

**DENTINA EROSIONADA: AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES
ADESIVAS DOS SISTEMAS ADESIVOS UNIVERSAIS APÓS 6
ANOS E APÓS A UTILIZAÇÃO DE AGENTES RETICULADORES
DE COLÁGENO ASSOCIADO AO DIMETILSULFÓXIDO**

**ERODED DENTIN: EVALUATION OF BONDING PROPERTIES OF
UNIVERSAL ADHESIVES AFTER 6 YEARS OF WATER-
STORAGE AND AFTER USE OF COLLAGEN CROSSLINKER
ASSOCIATED TO DIMETHYLSULFOXIDE**

Tese apresentada à Universidade
Ceuma, para obtenção do Título de
Doutor em Odontologia na Área de
Clínica Odontológica Integrada.

São Luís, 2023

**DENTINA EROSIONADA: AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES
ADESIVAS DOS SISTEMAS ADESIVOS UNIVERSAIS APÓS 6
ANOS E APÓS A UTILIZAÇÃO DE AGENTES RETICULADORES
DE COLÁGENO ASSOCIADO AO DIMETILSULFÓXIDO**

**ERODED DENTIN: EVALUATION OF BONDING PROPERTIES OF
UNIVERSAL ADHESIVES AFTER 6 YEARS OF WATER-
STORAGE AND AFTER USE OF COLLAGEN CROSSLINKER
ASSOCIATED TO DIMETHYLSULFOXIDE**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade CEUMA para obtenção do título de Doutora em Odontologia.

Área de Concentração: Odontologia Integrada

Orientador: Prof. Dr. Andres Felipe Millan Cárdenas

Co-orientadora: Prof. Dra. Fabiana Suelen Figuerêdo de Siqueira

São Luís, 2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (UNICEUMA) Universidade Ceuma
Processamento técnico Catalogação na fonte elaborada pela equipe de Bibliotecárias:

Alice Beatriz Mendes dos Santos –13/639

Gleice Melo da Silva – CRB 13/650

Jarina Santos Serra – CRB 13/953

Michele Alves da Silva – CRB 13/60

A663d Araujo, Lucila Cristina Rodrigues

Dentina Erosionada: avaliação das propriedades adesivas dos sistemas adesivos universais após 6 anos e após a utilização de agentes reticuladores de colágeno associado ao dimetilsufóxido. / Lucila Cristina Rodrigues Araújo. – São Luís: UNICEUMA, 2023.

92.; il.

Tese (Doutorado) – Curso de Odontologia. Universidade CEUMA, 2023.

1. Erosão dental. 2. Adesivos universais 3. Resistência de união. 4. Nanoinfiltração. 5. Agentes de reticulação. 6. DMSO. I. Cardenas, Andres Felipe Millan (Orientador) III. Siqueira, Fabiana Suelen Figueredo de (Co-orientador) III. Título.

CDU: 616.314

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Alice Santos CRB13/639

Proibida a reprodução total ou parcial, de qualquer forma ou por qualquer meio eletrônico ou mecânico, inclusive através de processos xerográficos, sem permissão expressa do Autor. (Artigo 184 do Código Penal Brasileiro, com a nova redação dada pela Lei n.8.635, de 16-03-1993).

Universidade Ceuma
Pró-Reitoria de Pós-Graduação, Pesquisa e
ExtensãoDoutorado em Odontologia

FOLHA DE APROVAÇÃO

Tese apresentada e defendida por Lucila Cristina Rodrigues
Araujo aprovada pela comissão julgadora em
02 /05/ 2023

Prof. Dr. Darlon Martins Lima
Universidade Federal do Maranhão

Prof. Dr. Edilausson Moreno Carvalho
Universidade Ceuma

Profa. Dra. Gisele Rodrigues da Silva
Universidade Federal de Uberlândia

Profa. Dra. Veridiana Silva Campos
Universidade do Norte do Paraná

Prof.Dr. Andres Felipe Millan Cardenas
Presidente da Banca e Professor Orientador
Universidade Ceuma

AGRADECIMENTOS

À Deus que me possibilitou ter força e coragem para seguir no caminho escolhido.

À minha mãe Lorena por não me deixar desistir, encorajar-me, amar-me, mesmo quando eu não merecia e acima de tudo, se doar para que eu pudesse estudar, me formar e realizar os meus sonhos. Em quantas vidas eu tiver, em todas quero ser sua filha. Meu amor incondicional.

Às minhas filhas, Lara e Júlia, e ao meu marido Antonio José. Mais uma meta de vida se tornou realizada porque vocês são o meu combustível diário. Essa conquista é por vocês e para vocês. Obrigada por me apoiarem, entenderem minha ausência e minha impaciência. Todo o meu amor.

Ao meu avô Araújo (in memoriam) e a minha avó Geni que me proporcionaram um lar para que eu pudesse seguir o meu sonho. E, hoje, meu vênho, a sua Doutora está finalizando essa jornada. Espero que esteja orgulhoso e tenha certeza que você cumpriu a sua missão e deixou o seu legado. Meu amor mais singelo.

À minha Cleidinha que é meu anjo da guarda. Cuida do meu bem mais precioso, minha família, para que eu possa sair todos os dias para trabalhar. Minha eterna gratidão.

À minha família que mora em outro Estado, mas que se faz presente, me apoiando e torcendo por todas as minhas conquistas. Meu amor sincero.

Às minhas amigas Arianne, Marcela, Natália e Rafaela que participaram desde o comecinho da realização desse sonho e até hoje continuamos torcendo uma pelas outras. Todo o meu carinho e gratidão

Às amigas Dani, Érica, Flávia, Lísia, Margarida, Martha, Nathália, Renata e Júlia que compartilham de muitos momentos da minha vida, me apoiam e torcem por mim. Muito carinho por vocês. Obrigada por tudo.

Aos amigos que conheci no mestrado, Bruna, Camila, Dani, Gustavo, Lucas, Samuel e Silvana. Seguimos determinados num propósito e, cada um trilhando o seu caminho, mas sem dúvidas com vocês, esse caminho se tornou mais leve. Muita admiração por cada um.

Ao Pedro que foi mais que meu aluno, foi meu braço direito, sempre responsável, determinado e eficiente. Sem você minha pesquisa não seria possível. Todo o seu empenho é admirável. Esse mérito também é seu. Muita gratidão.

Ao Michel, disposto a ajudar e permitir que a pesquisa não parasse. Dedicado e solícito. Meu muito obrigada.

Ao Iago, Roger e Susan que participaram desse processo durante a pesquisa e foram essenciais para os resultados. Muito obrigada.

Aos meus tão queridos amigos Jennifer, Júlia, Letícia e Lucas. Parceiros dos dias de trabalho e que tanto apoiam, encorajam e ouviram tantas vezes as minhas lamúrias. Obrigada por toda compreensão e amizade. Muito carinho por vocês.

Aos Professores Andrés e Fabiana que me acolheram no mestrado, me orientaram, me aconselharam, foram além de professores, foram seres humanos dispostos a fazer dar certo. Competentes, dedicados, amorosos e iluminados. Obrigada por fazerem parte do meu sonho, por me incentivarem, acreditarem em mim. Vocês são exemplo e inspiração. Todo o meu respeito, carinho e gratidão. Vocês fazem parte da minha história.

À Universidade Ceuma, aos demais professores e funcionários que viabilizaram a realização desse sonho.

EPÍGRAFE

“Talvez não tenha conseguido fazer o melhor, mas lutei para que o melhor fosse feito. Não sou o que deveria ser, mas Graças a Deus, não sou o que era antes”.
(Marthin Luther King)

SUMÁRIO

RESUMO 8

ABSTRACT 11

1 INTRODUÇÃO GERAL..... 13

2 CAPÍTULO 1: artigo 1 16

3 CAPÍTULO 2: artigo 2 45

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS..... 74

REFERÊNCIAS 75

ANEXOS

Artigo 1

Tabela 1 – Sistema adesivo, número de lote, valor de Ph e modo de aplicação do sistema adesivo de acordo com as instruções do fabricante(*)	23
Tabela 2 -Porcentagem de espécimes de acordo com o modo de fratura (*).....	27
Tabela 3 -Médias $\pm$ desvio padrão da resistência à microtração (μ TBS) de adesivos universais ligados a diferentes, modos e tempo de erosão (*)	29
Tabela 4 -Médias $\pm$ desvio padrão da nanoinfiltração (NI) de adesivos universais ligados a diferentes, modos e tempo de erosão (*)	31

Artigo 2

Tabela 1 - Sistemas adesivos(número do lote), grupos, composição, longevidade, e modos de aplicação	50
Tabela 2 -Médias e desvio padrão dos valores de resistência de ligação resina-dentina bem como análise estatística (Mpa) para todos os grupos experimentais(*)	56
Tabela 3 – Número de espécimes (%) de acordo com o modo de fratura (*)	58
Tabela 4 – Médias e desvio- padrão dos valores de infiltração de nitratode prata (NI), bem como análise estatística para todos os grupos experimentais(*).	60
Tabela 5 – Médias e desvio- padrão do grau de conversão in situ por valores micro-raman(%), bem como análise estatística para todos os grupos experimentais(*)	62

ARAUJO LCR. Dentina erosionada: Avaliação das propriedades adesivas dos sistemas adesivos universais após 6 anos e após a utilização de agentes reticuladores de colágeno associado ao Dimetilsulfóxido [tese]. São Luís. Universidade Ceuma; 2023.

RESUMO

A erosão dental é caracterizada pela perda progressiva e irreversível de tecido dental por processo químico (ácidos e/ou quelantes) sem o envolvimento de bactérias, levando à desmineralização da matriz inorgânica do dente. O tratamento reabilitador é o mais indicado para devolver forma e função para os dentes afetados. Entretanto, devido às grandes alterações na dentina durante o desafio erosivo, a adesão à dentina erosionada pode ser comprometida devido à grande quantidade de fibras colágenas expostas que dificultam a adequada infiltração dos monômeros resinosos durante o procedimento adesivo. O presente estudo foi dividido em dois capítulos que abordaram a avaliação das propriedades adesivas dos sistemas adesivos universais após 6 anos de armazenamento e a utilização de agentes reticuladores de colágeno associado ao Dimetilsulfóxido. No experimento 1 foi avaliado a resistência à microtração (μ TBS) e a nanoinfiltração (NI) de diversos adesivos universais à dentina erosionada (DE), utilizando estratégias de etch-and-rinse (ER) e self-etch (SE), imediatamente e após 6 anos de armazenamento de água. 480 molares foram distribuídos em 60 grupos de acordo com o *substrato dentina* (sadia, erosionada com refrigerante ou erosionada com ácido cítrico), *método de aplicação do adesivo* (SE ou ER) e *adesivos utilizados*: 1. All-Bond Universal; 2. Ambar Universal; 3. Clearfil Universal; 4. Futurabond U; 5. One Coat7 universal; 6. Peak Universal Bond; 7. Prime&Bond Efect; 8. Scotchbond Universal; 9. Tetric n-bond Universal, e 10. Xeno Select. Após restauração com resina composta, os espécimes foram seccionados em palitos resina-dentina. Os palitos foram testados (imediatamente ou após 6 anos de armazenamento) para μ TBS (0,5 mm/min) ou para avaliar a NI. Os dados para μ TBS foram analisados por ANOVA de quatro fatores e teste post-hoc de Tukey ($\alpha = 0,05$), e NI foi analisado por Kruskal-Wallis e o teste Wilcoxon Signed Rank Sum ($\alpha = 0,05$). Na DE, não houve diferença na μ TBS e NI entre as estratégias (ER e SE) ($p > 0,05$). Os

valores de μ TBS e NI obtidos para DE foram, respectivamente, menores e maiores que os de dentina sadia ($p < 0,005$), sendo piores para DE ácido cítrico ($p < 0,007$). Após os 6 anos, μ TBS foi menor e NI maior para todos os substratos, adesivos e estratégias ($p < 0,05$), exceto para SBU e AMB em DE com ácido cítrico. Os menores μ TBS e maiores valores de NI foram observados para OCU, PUB, PBE e XEN em ambos os tipos de dentina erosionada e tempos de avaliação ($p < 0,002$). O uso de adesivos contendo MDP mostrou-se essencial para manter a adesão em dentina erosionada. No experimento 2, foi investigado o efeito do dimetilsulfóxido (DMSO) associado a agentes reticuladores de colágeno sobre a resistência à microtração (μ TBS), a nanoinfiltração (NI) e o grau de conversão *in situ* por análise Micro-Raman (MRA) de sistemas adesivos universais para a lesão erosiva da dentina (LED). 166 molares foram distribuídos em 20 grupos: (1) *Tratamento*: Dentina sadia (DS); Dentina de lesão erosiva (LED); *Combinação de DMSO* (LED+DMSO); Primer contendo 6,5% de proantocianidina (LED+DMSO-PATC), Primer contendo 0,1% de rivo flavina (LED+DMSO-RIB); (2) *Sistemas adesivos*: iBond Universal e Scotchbond Universal; e (3) *estratégia adesiva*: estratégia self-etch (SE). Após a restauração, os corpos de prova foram seccionados em palitos e testados para μ TBS, NI e MRA. Outros 6 molares foram utilizados para avaliar a modificação morfológica lateral e oclusal por modelo de erosão. Os dados da resistência à microtração (MPa), infiltração de nitrato de prata (%) e MRA (%) foram analisados por (ANOVA de três fatores seguida de teste post-hoc de Tukey $\alpha = 5\%$). A aplicação de dimetilsulfóxido aumenta o μ TBS, e os valores de MRA com uma diminuição significativa do NI quando comparados à LED tanto para adesivos quanto para estratégias adesivas. Quando o DMSO foi combinado com reticulantes, não ocorreram diferenças de infiltração do nitrato de prata ou nos valores de MRA. No entanto, um aumento significativo dos valores de μ TBS foi observado em DMSO combinado com o agente de reticulação de colágeno (LED + DMSO-PATC ou LED + DMSO-RIB) em comparação com (LED + DMSO). O DMSO combinado com o agente reticulador de colágeno aumentou μ TBS e diminuiu NI, e o uso de adesivo contendo MDP foi essencial para manter a adesão à dentina erosionada.

Descritores: Erosão dental; Adesivos universais, Resistência de união, Nanoinfiltração, Agentes de reticulação, DMSO.

ARAUJO LCR. Eroded dentin: evaluation of bonding properties of universal adhesives after 6 years of water-storage and after use of collagen crosslinker associated to dimethylsulfoxide [tese]. São Luís. Universidade Ceuma; 2023.

ABSTRACT

Dental erosion is characterized by the progressive and irreversible loss of dental tissue by chemical process (acids and/or chelators) without the involvement of bacteria, leading to the demineralization of the inorganic matrix of the tooth. The restorative treatment is the most indicated to return form and function to the affected teeth. However, due to the large changes in dentin during the erosive challenge, adhesive properties to the eroded dentin may be compromised due to the large amount of exposed collagen fibers that hinder the adequate infiltration of resin monomers during the adhesive procedure. The present study was divided into two chapters that addressed the evaluation of the adhesive properties of universal adhesive systems after 6 years of storage and the use of collagen cross-linking agents associated with DMSO. In experiment 1, the microtensile bond strength (μ TBS) and nanoleakage (NL) of several universal adhesives to eroded dentin (ED) were evaluated, using strategies of etch-and-rinse (ER) and self-etch (SE), immediately and after 6 years of water storage. 480 human molars were distributed in 60 groups according to the dentin substrate (Sound, eroded with coca cola or eroded with citric acid), method of application of the adhesive (ER or SE) and adhesives used: 1. All-Bond Universal; 2. Universal Ambar; 3. Universal Clearfil; 4. Futurabond U; 5. One Coat 7 universal; 6. Peak Universal Bond; 7. Prime & Bond Elect; 8. Scotchbond Universal; 9. Tetric n-bond Universal, and 10. Xenon Select. After restoration with composite resin, the specimens were sectioned in resin-dentin sticks. The sticks were tested (immediately or after 6 years of storage) for μ TBS (0.5 mm/min) or to evaluate NI. Data for μ TBS were analyzed by ANOVA four-factor and Tukey's post-hoc test ($\alpha = 0.05$), and NI was analyzed by Kruskal-Wallis and the Wilcoxon Signed Rank Sum test ($\alpha = 0.05$). In ED, there was no difference in μ TBS and NI between the strategies (RE and SE) ($p > 0.05$). The values of μ TBS and NL obtained for ED were, respectively, lower and higher than those of sound dentin ($p < 0.005$), being worse for ED citric acid ($p < 0.007$). After 6 years, μ TBS was lower and NL higher for all substrates, adhesives and strategies ($p < 0.05$), except for SBU and

AMB in ED with citric acid. The lowest μ TBS and highest NI values were observed for OCU, PUB, PBE and XEN in both types of eroded dentin and time evaluations ($p < 0.002$). The use of adhesives containing MDP proved to be essential to maintain adherence in erosion dentin. In experiment 2, the effect of dimethylsulfoxide (DMSO) associated with collagen cross-linking agents on microtensile bond strength (μ TBS), nanoleakage (NL) and the *in situ* degree of conversion by Micro-Raman analysis (MRA) of universal adhesive systems for dentin erosive lesion (LED) was investigated. 166 molars were distributed into 20 groups: (1) Treatment: Sound dentin (SD); Dentinal Erosive Lesion (LED); Combination of DMSO (LED+DMSO); Primer containing 6.5% proanthocyanidin (LED+DMSO-PATC), Primer containing 0.1% riboflavin (LED+DMSO-RIB); (2) Adhesive systems: iBond Universal and Scotchbond Universal; and (3) adhesive strategy: self-etch (SE) strategy. After restoration, the specimens were sectioned into sticks and tested for μ TBS, NI and MRA. Another 6 molars were used to evaluate lateral and occlusal morphological modification by erosion model. Data on microtensile strength (MPa), silver nitrate infiltration (%) and MRA (%) were analyzed by (three-factor ANOVA followed by Tukey's post-hoc test $\alpha = 5\%$). The application of dimethylsulfoxide increases μ TBS, and MRA values with a significant decrease in NL when compared to LED for both adhesives and adhesive strategies. When DMSO was combined with crosslinkers, there were no differences in silver nitrate infiltration or MRA values. However, a significant increase in μ TBS values was observed in DMSO combined with the collagen crosslinking agent (LED + DMSO-PATC or LED + DMSO-RIB) compared to (LED + DMSO). DMSO combined with collagen cross-linking agent increased μ TBS and decreased NL, and the use of MDP-containing adhesive was essential to maintain adherence to eroded dentin

Keywords: Dental erosion; Universal adhesives, Bond resistance, Nanoleakage, Crosslinking agents, DMSO.

INTRODUÇÃO

As frequentes práticas de higienização oral juntamente com aplicação da fluoroterapia têm permitido uma redução significativa na incidência de cárie em todo o mundo.⁵ Em contrapartida, o aumento do consumo de alimentos e/ou bebidas ácidas geram uma perda progressiva de tecido dentário devido aos processos químicos (sem envolvimento bacteriano) resultando em lesões erosivas nos elementos dentais.^{41,24}

O esmalte dentário é o mais atingido, porém a progressão da lesão pode atingir a dentina, causando a exposição da mesma. Com isso, um aumento no diâmetro nos túbulos dentinários é observado⁴⁴, além de uma matriz colágena desnaturada e um substrato biológico, química e estruturalmente modificado. Adicionalmente, há um aumento da micro e nanoporosidade e exposição de fibras colágenas,^{28,32} diminuição do pH, ocorrendo assim uma maior atividade proteolítica na matriz dentinária.⁴⁹ Essas alterações causam hipersensibilidade dental.⁴³ e também podem comprometer a infiltração de monômeros resinosos na dentina erosionada.⁵⁰

Restaurações com resina composta é a primeira opção de tratamento, seja para reduzir ou parar a progressão da erosão, reduzir os sintomas da hipersensibilidade e para devolver estética e função.⁴³ Entretanto, a adesão é comprometida nessa superfície dentinária onde o substrato está com a estrutura modificada e forma uma camada híbrida instável.^{56,13} Vários estudos relataram que as propriedades adesivas na dentina erosionada são muito diminuídas e interfere na durabilidade das restaurações com resina composta.^{12,10,14}

Por outro lado, os sistemas adesivos são classificados como convencionais (etch- and -rinse - ER), autocondicionantes (self-etch - SE)²⁵ e adesivos universais, que são considerados os adesivos da mais nova geração.⁷ Esses adesivos surgiram como uma opção mais versátil em comparação com o sistema ER e SE e possuem um monômero funcional chamado de 10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato (MDP)³². Estudos apontam a eficácia desse monômero nas longevidades das restaurações,^{34,35} no entanto em substratos que sofreram erosão, sua eficácia ainda necessita de mais pesquisas.

Siqueira et al⁴³, 2018 avaliaram diferentes sistemas adesivos universais aplicado em dentina erosionada por refrigerante ou ácido cítrico. De acordo com estes autores, foi observado uma diminuição significativa nas propriedades adesivas desses adesivos, independente do modo de aplicação, uma vez que mesmo utilizados no modo SE ou ER, a estratégia não melhorou os resultados.⁴³ Foi sugerido pelos autores que a interação química do 10-MDP com a dentina erosionada foi reduzida, provavelmente devido às características alteradas da dentina erosionada. No entanto, apenas dados imediatos foram analisados, enquanto a avaliação de longo prazo ainda é necessária para esclarecer o verdadeiro desempenho desses adesivos nesse tipo de substrato.⁴³

Por outro lado, na tentativa de melhorar as propriedades adesivas em dentina hígida, agentes reticuladores de colágenos tem sido utilizados. Entre eles a carbodiimida, glutaraldeído, riboflavina (RIB) e proantocianidinas (PRO) tem sido utilizadas para aumentar as propriedades mecânicas das fibrilas colágenas e torná-las menos suscetíveis à ação endógena das proteases.³ Especificamente em dentina erosionada, mesmo utilizando alguns destes, não foi possível recuperar todas as propriedades adesivas e mecânicas da dentina erosionada quando comparada à dentina sadia.^{45,46} Isso pode ser devido à natureza orgânica e ao maior tamanho da molécula dos agentes de reticulação de colágeno. Ambos os fatores apresentam dificuldades na dissolução de solventes polares, limitando a dissolução e infiltração adequadas dentro da matriz de colágeno desmineralizado, especialmente após desmineralização da dentina erosionada.⁴

O dimetilsulfóxido (DMSO) juntamente com os agentes reticuladores de colágeno e solventes mais potentes, pode ser considerada uma alternativa, uma vez que o DMSO é uma molécula polifuncional, totalmente solúvel na maioria dos solventes e nos monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos utilizados na odontologia adesiva. A característica polar do DMSO e sua estrutura pequena e compacta é responsável por sua capacidade de penetrar em superfícies biológicas e resulta em sua capacidade de se associar com água, proteínas, carboidratos, substâncias iônicas e outros constituintes.²⁹ Adicionalmente, o DMSO tem a capacidade de se associar com moléculas de água em uma ligação interpeptídica de hidrogênio para dissociar o colágeno extracelular em uma rede

mais dispersa de fibrilas²⁹, melhorando assim a infiltração da dentina desmineralizada. ⁴⁷E mantendo a adesão à dentina. ³³Devido à natureza anfifílica, o DMSO promove uma melhor dissolução e infiltração de agentes reticuladores da matriz desmineralizada de dentina erodida.⁹ No entanto, nenhuma pesquisa avaliou um primer adicional contendo DMSO combinado com agentes de reticulação de colágeno. Portanto, o presente estudo teve como objetivos, (1) avaliar a resistência à microtração (μ TBS) e a nanoinfiltração (NI) imediata e a longo prazo de diversos adesivos universais em dentina erodida, utilizando estratégias de ER ou SE e (2) Avaliar o efeito do dimetilsulfóxido combinado com agentes reticuladores de colágeno sobre a resistência à microtração (μ TBS), a nanoinfiltração (NI) e o grau de conversão *in situ* por micro-raman (MRA) de sistemas adesivos universais à dentina erodida.

CAPÍTULO 1

Desempenho de sistemas adesivos universais em dentina erosionada: Avaliação após seis anos de armazenamento.

RESUMO

Objetivos: Avaliar a resistência de união à microtração (μ TBS) e a nanoinfiltração (NI) de vários adesivos universais à dentina erosionada (DE), usando as estratégias etch-and-rinse (ER) e self-etch (SE), imediatamente e após 6 anos de armazenamento de água. Material e métodos: Quatrocentos e oitenta molares humanos foram distribuídos em 60 grupos de acordo com o *substrato de dentina* (hígido, erosionado com refrigerante ou erosionado com ácido cítrico), *método de aplicação do adesivo* (SE ou ER) e os *adesivos utilizados*: 1. All-Bond Universal; 2. Âmbar Universal; 3. Clearfil Universal; 4. Futurabond U; 5. Um Coat 7 Universal; 6. Pico Universal Bond; 7. Prime&Bond eleito; 8. Scotchbond Universal; 9. Tetric n-bond Universal e 10. Xeno Select. A restauração foi então realizada com uma resina composta e os espécimes foram seccionados em palitos de resina-dentina. Os palitos foram testados (imediatamente ou após 6 anos de armazenamento) para μ TBS (0,5 mm/min) ou usados para avaliar NI por microscopia eletrônica de varredura. Os dados de μ TBS foram analisados por ANOVA de quatro fatores e teste post-hoc de Tukey ($\alpha = 0,05$), e o NI foi analisado por Kruskal-Wallis e o teste Wilcoxon Signed Rank Sum ($\alpha = 0,05$). Resultados: Em DE, quando comparado as estratégias adesivas ER e SE, não houve diferença significativa na μ TBS e NI ($p > 0,05$). A maioria dos valores de μ TBS e NI obtidos para DE foram, respectivamente, menores e maiores que os de dentina sadia ($p < 0,005$), sendo piores para DE ácido cítrico ($p < 0,007$).). Após 6 anos, μ TBS foi geralmente menor e NI maior para todos os substratos, adesivos e estratégias ($p < 0,05$), exceto para SBU e AMB em dentina erosionada com ácido cítrico. Os menores valores de μ TBS e maiores de NI foram observados para OCU, PUB, PBE e XEN em ambos os tipos de dentina erosionada e tempos de avaliação ($p < 0,002$). Conclusão: Dentina erosionada teve os menores valores de μ TBS e os maiores valores de NI quando comparados com dentina sadia, e esses valores foram ainda mais significativos quando a dentina foi erosionada com ácido cítrico. O uso de adesivos contendo MDP parece ser essencial para manter a adesão em dentina erosionada ao longo do tempo.

INTRODUÇÃO

Defeitos erosivos no tecido duro dentário são comumente observados na prática odontológica diária, afetando aproximadamente 30% da população mundial.^{6,2} Essa condição é caracterizada como uma perda progressiva de tecido dentário causada por processos químicos sem envolvimento bacteriano. É uma condição "tranquila", geralmente assintomática e multifatorial, sendo altamente influenciada por hábitos pessoais e estilos de vida.²⁴

Embora essa condição afete mais frequentemente o esmalte dentário, sua progressão contínua pode levar à exposição à dentina, que surge em situações mais graves²⁰ e resulta em um substrato dentinários totalmente modificado, com matriz colágena desnaturada exposta e túbulos dentinários com seus diâmetros aumentados.^{28,32} que levam à hipersensibilidade à dentina. Quando a dentina é exposta, os procedimentos restauradores são a primeira escolha de tratamento, para ou reduzir a progressão da erosão, para reduzir quaisquer sintomas de hipersensibilidade à dentina e para devolver a estética e função.⁴³ Infelizmente, a adesão dos materiais restauradores a essa superfície de dentina erosionada é um desafio, uma vez que ocorrências como uma camada de hipermineralização e oclusão tubular levam a uma fraca capacidade reacionária desse substrato. Devido a isso, a impregnação da resina é prejudicada e uma camada híbrida instável é formada.⁵⁶

Sistemas adesivos têm demonstrado boas propriedades adesivas na dentina sadia,³³ e seria de se esperar que eles também promovessem boas propriedades adesivas nas superfícies diferentes daquelas para as quais foram criados e testados, como a dentina erosionada. Infelizmente, vários estudos relataram que as propriedades adesivas da dentina erosionada são muito mais diminuídas e a durabilidade das restaurações é menor.¹²

Atualmente, os adesivos dentários são geralmente classificados em sistemas etch-and-rinse (ER) e self-etch (SE),²² e os "multimodo", também conhecidos como "adesivos universais" (AUs), que foram recentemente desenvolvidos.⁷ Esta nova geração surge como uma opção mais versátil porque pode ser utilizada tanto em ER como em SE e, além disso, tem um íon químico que pode se ligar aos tecidos duros através do monômero funcional 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato (MDP).³² Vários estudos têm demonstrado

a eficácia desses materiais no imediato e na longevidade das restaurações,^{30,31}, no entanto, sua eficácia em substratos alterados, como o esmalte erosionado e a dentina erosionada, quanto à geração anterior de adesivos, permanece um alvo de pesquisa.

Em um estudo recente de Siqueira et al⁴³,2018, avaliou os AUs comerciais aplicadas sobre a dentina que haviam sido erosionada pelo ácido cítrico ou por um refrigerante. Os autores demonstraram uma diminuição significativa nas propriedades adesivas imediatas desses AUs, onde o modo de aplicação não melhorou os resultados. Os autores especularam que a interação química do MDP com a dentina foi reduzida, provavelmente devido às características alteradas da dentina erosionada. No entanto, apenas dados imediatos foram analisados, enquanto a avaliação de longo prazo ainda é necessária para esclarecer o desempenho das AUs nesse substrato.

Portanto, o presente estudo teve como objetivo avaliar a resistência à microtração imediata e de longo prazo (μ TBS) e o nanoinfiltração (NI) de diversos adesivos universais na dentina erosionada, utilizando estratégias ER ou SE, imediato e após 6 anos de armazenamento. As hipóteses nulas são: (1) adesivos universais não resultam em diferentes valores de μ TBS e NI para diferentes substratos no tempo imediato e após 6 anos de armazenamento em água (2) os adesivos universais não resultam em diferentes valores de μ TBS e NI quando aplicados usando abordagens ER ou SE no tempo imediato e após 6 anos de armazenamento de água.

MATERIAL E MÉTODOS

Seleção e preparo dos dentes

Foram utilizados 480 molares humanos neste estudo. Após aprovação do Comitê de Ética, sob o número de protocolo 1.652.55 foi feita a coleta. Para a desinfecção foi usada cloramina a 0,5%, e os dentes foram armazenados em água destilada e utilizados com até 3 meses de armazenamento.

Para obter uma superfície plana de dentina, foi feita a remoção do terço oclusal da coroa dos dentes com uma disco diamantado sob resfriamento a água em uma máquina de corte (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), e a remoção do esmalte ao redor das margens foi realizada com uma broca diamantada

(#3195; KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil). O *smear layer* de todas as superfícies foram padronizadas com papel carbeto-silício de granulação 600 por 60 segundos.

Cálculo do tamanho da amostra

A força de adesão à dentina hígida do adesivo Scotchbond Universal foi usada para determinar o tamanho da amostra. De acordo com estudos anteriores, a média e o desvio padrão do Scotchbond Universal na dentina hígida é de $53,6 \pm 5,0$ MPa. Utilizando alfa de 0,05, um poder de 80%, para detectar uma diferença de 8 MPa, e considerando possíveis perdas, o tamanho mínimo da amostra foi de oito dentes por grupo.

Delineamento experimental

Nesse estudo, temos quatro variáveis principais: I) Superfície Dentina, subdividida em 3 níveis; II) Sistema Adesivo, com 10 níveis; III) Estratégia Adesiva, com 2 níveis; e IV) Tempo de Armazenamento com 2 níveis. Um total de 480 dentes foram distribuídos em 60 grupos ($n=8$), de acordo com as variáveis I, II e III. Para a variável IV (Tempo de Armazenamento), foram retirados espécimes do mesmo dente para ambos os níveis. Os níveis de superfície dentina foram: 1) Dentina hígida, 2) Erosionada com refrigerante (Coca-Cola; Rio de Janeiro, BRJ, Brasil) e 3) Erosionada com ácido cítrico.

Os sistemas adesivos utilizados foram: 1- All-bond Universal (ABU, Bisco; Schaumburg, IL, EUA); 2- Ambar Universal (AMB, MGF; Joinville, SC, Brasil); 3- Clearfil Universal (CFU, Kuraray Noritake; Tóquio, Japão); 4- Futurabond U (FBU, VOCO; Cuxhaven, Alemanha); 5- One Coat 7 Universal (OCU, Coltene; Altstätten, Suíça); 6- Peak Universal Bond (PUB, Ultradent; Jordânia do Sul, UT, EUA); 7-Prime&Bond Elect (PBE, Dentsply Sirona; Konstanz, Alemanha); 8- Stochbond Universal (SBU, 3M Oral Care, também conhecido como Single Bond Universal em alguns países), 9- Tetric n-Bond Universal (TEU, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein; também conhecido como Adesivo Universal em alguns países), e 10- Xeno Select (XEN, Dentsply Sirona, também conhecido como Prime&Bond One Select em alguns países). As estratégias adesivas foram: 1-

Sel f-etch (SE) e 2-Etch-and-rinse (ER). Os tempos de armazenamento foram: 1- Imediato e 2- após 6 anos de armazenamento.

Modelo de ciclagem de pH

Os espécimes da dentina hígida permaneceram armazenados em água destilada a 37°C até serem testados. As superfícies de dentina erosionada foram submetidas a dois modelos de ciclagem de pH, consistindo de um procedimento de desmineralização e remineralização com ácido cítrico ou refrigerante. Esses espécimes tinham as áreas lateral e radicular cobertas com duas camadas de esmalte de unha para restringir a área de desmineralização erosiva somente à superfície oclusal. O modelo que utilizou ácido cítrico durou 10 dias (5 dias/semana; 2 semanas), onde os espécimes foram expostos a solução de ácido cítrico 0,05 M (pH 2,3) seis vezes ao dia durante 5 minutos (10 mL por espécime).⁴³ O modelo que utilizou refrigerante durou 5 dias, durante os quais os espécimes foram expostos a um refrigerante (Coca-Cola, pH 2,6) 4 vezes ao dia por 90 s cada (10 mL por espécime).^{6,32,43}

Para ambos os modelos, após cada desmineralização, os corpos de prova foram lavados com água deionizada por 10s e imersos em solução remineralizante (4,08 mM H₃PO₄, 20,10 mM KCl, 11,90 mM Na₂CO₃ e 1,98 mM CaCl₂, pH de 6,7, 10 mL por amostra) por 60 min.⁶

As soluções erosivas foram renovadas a cada desafio erosivo, a solução remineralizante foi substituída diariamente e os níveis de pH de todas as soluções foram monitorados periodicamente usando um medidor de pH.

Procedimentos restauradores

Foram utilizados 10 adesivos universais, e o protocolo de adesão foi realizado seguindo as instruções dos fabricantes, descritas na Tabela 1. Após o procedimento adesivos, restaurações em resina composta (Opallis, FGM, Joinville, SC, Brasil) foram realizadas, aplicada em incrementos de 2 a 3 mm de espessura, e cada um foi fotopolimerizado por 40s a 1 mm de distância, utilizando uma unidade de LED ajustada a 1400 mW/cm² (Valo, High Power

Mode, Ultradent Products, Inc., South Jordan, UT, EUA) para todos os espécimes. Um único operador calibrado executou todos os procedimentos.

Os dentes foram então armazenados em água destilada a 37°C por 24 h, em seguida foram seccionados mesio-distal e vestibulo-linguais utilizando uma máquina de corte de precisão (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) para obtenção de palitos com interface resina-dentina e área transversal de aproximadamente 0,8 mm², medida por um paquímetro digital (Digimatic Caliper, Mitutoyo, Tóquio, Japão). De cada dente, os palitos com interface resina-dentina foram testados imediatamente, e a outra metade foi armazenada em água destilada a 37°C por 6 anos.

Tabela 1. Sistema adesivo, número de lote, valor de Ph e modo de aplicação dos sistemas adesivos de acordo com as instruções do fabricante.

Adesivo (número do lote)	Composição (*)	Modo de aplicação (***)		
		pH (**)	Sel-etch	Total- etch
All-Bond Universal – Bisco Inc. (1500002859)	HEMA, 10-MDP, Bis-GMA, etanol, água, iniciadores.	2.5 – 3.0	1. Aplique duas demãos separadas de adesivo, esfregando a preparação com uma microbrush por 10 a 15 s por demão 2. Evaporar o excesso de solvente por secagem ao ar com uma seringa de ar durante, pelo menos, 10 s;. A superfície deve ter uma aparência brilhante uniforme 3. Curado à luz por 10 s a 1200 mW/cm ²	1. Aplique o adesivo por 15 s 2. Enxaguar bem 3. Remova o excesso de água com jatos de ar por 1 - 2 s 4. Aplique o adesivo no modo autocondicionante
Ambar Universal - MGF (210415)	Monômeros de metacrilato (UDMA e 10-MDP), fotoiniciadores, co-iniciadores, estabilizadores, nanopartículas de sílica inerte e etanol	2.6 – 3.0	1. Aplique duas demãos vigorosamente esfregando o adesivo por 20 s (10 s cada) 2. Seque suavemente com jato de ar por 10 s para evaporar o solvente 3. Luz curada por 10 s	1. Aplique o adesivo por 15 s 2. Enxaguar bem 3. Remova o excesso de água com jato de ar 4. Aplique o adesivo como para o modo de autocondicionante
Clearfil Universal - Kuraray (CR0002)	Bis-GMA, HEMA, etanol, 10-MDP, dimetacrilato alifático hidrofílico, sílica coloidal, CQ, agente de acoplamento de silano, aceleradores, iniciadores, água	2.3	1. Aplique o adesivo com um microbrush e esfregue-o por 10 s 2. Secar com jato de ar 5 s até que o adesivo não se mova 3. Curado à luz por 10 s a 1200 mW/cm ²	1. Aplique o adesivo por 15 s 2. Enxaguar 3. Secar com jato de ar 4. Aplique o adesivo como para o modo de autocondicionante
Futurabond U - Voco (1346518)	HEMA, Bis-GMA, HEDMA, monômero adesivo ácido, dimetacrilato de uretano, catalisador, nanopartículas de sílica, etanol	2.3	1. Aplique o adesivo em toda a preparação com uma microbrush e esfregue-o por 20 s 2. Direcionou um fluxo suave de ar sobre o líquido por cerca de 5 s até que ele não se movesse mais e o solvente fosse evaporado completamente 3. Curado à luz por 10 s a 1200 mW/cm ²	1. Aplique o adesivo por 15 s 2. Enxaguar por 10 s 3. Ar seco 2s 4. Aplique o adesivo como para o modo de autocondicionante
One Coat 7 Universal - Coltene (F96836)	Metacrilatos, incluindo 10-MDP, fotoiniciadores, etanol, água	2.8	1. Aplique com um microbrush e esfregue-o por 20 s 2. Seque suavemente com ar comprimido isento de óleo por 5 s 3. Curado à luz por 10 s a 1200 mW/cm ²	1. Aplique o adesivo por 15 s 2. Enxaguar por 10 s 3. Ar seco 2s 4. Aplique o adesivo como para o modo de autocondicionante
Peak Universal Bond – Ultradent (BB7D7)	Bis-GMA, álcool etílico, di(acetato) de clorexidina a 0,2%, ácido metacrílico, HEMA, enchimento a 7,5%	1.2 – 2.0	1. Esfregue Peak SE Primer por 20 s e jato de ar 2. Aplique uma camada de Peak LC Bond e esfregue suavemente por 10 s 3. Seque ao ar livre com meia pressão por 10 s 3. Curado à luz por 10 s a 1200 mW/cm ²	1. Aplique o adesivo para 15s 2. Enxaguar por 5 s 3. Seco 4. Aplique o adesivo como para o modo de autocondicionante

Prime & Bond Elect – Dentsply Sirona (130811)	Resinas mono, di- e trimetacrilato; PENTA Dicetona; óxido de fosfina orgânica; estabilizadores; hidrofluoreto de cetilamina; acetona; Água	2.5	1. Aplique o adesivo em toda a preparação com uma microbrush e esfregue-o por 20 s. Se necessário, remolhe o aplicador descartável durante o tratamento 2. Direcione um fluxo suave de ar sobre o líquido por cerca de 5 s até que ele não se mova mais e o solvente tenha evaporado completamente 3. Luz-cura para 10 s a 1200 mW/cm ²	1. Aplique o adesivo por 15 s 2. Enxaguar bem com spray de água 3. Ar seco 4. Aplique o adesivo como para o modo de autocondicionante
Universal Scotchbond – 3M Cuidados Oraís (523652)	10-MDP, resinas de dimetacrilato, HEMA, copolímero de ácido polialquenoico modificado com metacrilato, nanofiller, etanol, água, iniciadores, silano	2.7	1. Aplique o adesivo em toda a preparação e deixe intacto por 20 s. 2. Direcione um fluxo suave de ar sobre o líquido por cerca de 5 s até que ele não se movesse mais e o solvente fosse evaporado completamente 3. Curado à luz por 10 s a 1200 mW/cm ²	1. Aplique o adesivo por 15 s 2. Enxaguar por 10 s 3. Seque ao ar livre 2 s Aplique adesivo quanto ao modo de autocondicionante
Tetric -Bond Universal – Ivoclar Vivadent (U42905)	HEMA, 10-MDP, Bis-GMA, MCAP, D3MA, etanol, água, dióxido de silício altamente disperso e CQ	2.5 – 3.0	1. Aplique uma camada de adesivo em toda a preparação com uma microbrush e esfregue-a por 20 s 2. Suavemente diluído ao ar por 5 s 3. Curado à luz por 10 s a 1200 mW/cm ²	1. Aplique o adesivo por 10 - 15 s 2. Enxaguar por 10 s 3. Seque ao ar livre 5 s 4. Aplique o adesivo como para o modo de autocondicionante
Xeno Select – Dentsply Sirona (1401001210)	Acrilatos bifuncionais, acrilato ácido, éster de ácido fosfórico funcionalizado (2-[5- dihidrogenofosforil-5,2-dioxapentil]acrilato), água, álcool terc-butílico, iniciador (canforquinona), co-iniciador (DMABN), estabilizador	1.6	1. Aplicado quantidade generosa de adesivo para molhar completamente todas as superfícies e agitado por 20 s 2. Seque suavemente com ar puro por pelo menos 5 s. A superfície deve ter uma aparência uniforme e brilhante 3. Curado à luz por 10 s a 1200 mW/cm ²	1. Aplique o adesivo por 10 - 15 s 2. Enxaguar por 10 s 3. Seque ao ar livre 5 s 4. Aplique o adesivo como para o modo de autocondicionante

(*) 10-MDP= metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato; Bis-GMA= bisfenol glicidil metacrilato; MCAP = polímero de ácido carboxílico metacrilado; CQ = cânforanona; D3MA = dimetadrylato de decandiol; DMABN = 4-(dimetilamino) benzonitrila; HEDMA = hexametileno dimetacrilato; HEMA = 2-hidroxietilmetacrilato; PENTA = dipentaeritritol penta acrilato monofosfato; UDMA = uretanedimetacrilato; EBPADMA (bisfenol etoxilado A-dimetacrilato); TEGDMA (dimetacrilato de trietilenoglicol).

Teste de Microtração (μ TBS)

Independente do tempo, cada palito foi fixado a uma garra de Geraldeli com cianoacrilato (IC-Gel, BSI Inc., Atascadero, CA, EUA) e submetida a uma força de tração em uma máquina de ensaio universal (Kratos, São Paulo, SP, Brasil) a 0,5 mm/min. O valor de μ TBS (MPa) foi calculado dividindo-se a carga na falha pela área transversal. A média de μ TBS de todos os palitos do mesmo dente e do mesmo tempo de armazenamento (imediate ou 6 anos) foi calculada para fins estatísticos. O modo de falha foi avaliado em microscópio óptico (SZH-131, Olympus; Tóquio, Japão) em 40x e classificados de acordo com os estudos anteriores.^{43,1}

O número de falhas prematuras (FP) foi registrado, mas não foi incluído na média da resistência de união.

Avaliação de nanoinfiltração (NI)

Três palitos com interface resina-dentina, de cada grupo experimental e de cada tempo de armazenamento que não foram testados para μ TBS, foram separados para avaliação de nanoinfiltração. Os palitos foram colocados em solução de nitrato de prata amoniacal no escuro por 24 h, lavados em água destilada e imersos em uma solução foto-reveladora sob luz fluorescente por 8 h. Os espécimes foram então polidos com papel SiC de granulação 2500, lavados ultrassonicamente, secos com jatos de ar, montados em um *stub* metálico e revestidos com carbono-ouro (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein). Os níveis de infiltração de prata foram analisados utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura (MEV) por emissão de campo (FE-SEM) operado no modo de retroespalhamento (VEGA 3 TESCAN, Shimadzu, Tóquio, Japão). Três imagens de MEV de cada espécime foram capturadas em cada interface do palito resina-dentina. As porcentagens relativas de NI ao longo das camadas adesiva e híbrida foram avaliadas por meio do software *ImageJ* de domínio público.

Análise estatística

O dente foi a unidade experimental do presente estudo, pois todos os espécimes do mesmo dente foram testados. Os valores médios de μ TBS (Mpa),

bem como os valores médios de NI (%) para a dentina do mesmo dente, foram calculados para fins estatísticos. Após observar a normalidade da distribuição dos dados (teste de Kolmogorov-Smirnov) e a igualdade das variâncias (teste de Bartlett), os dados do μ TBS para a dentina (MPa) foram submetidos a uma análise estatística ANOVA de quatro medidas repetidas (superfície da dentina vs. adesivo vs. estratégia vs. tempo de armazenamento), sendo o tempo de armazenamento a medida repetida. Teste *post hoc* de Tukey para comparações pareadas. Para a nanoinfiltração (%) Kruskal-Wallis e o teste Wilcoxon Signed Rank Sum foram realizados. O modo de falha também foi avaliado estatisticamente por meio do teste χ^2 ($\alpha = 0,05$).

RESULTADOS

Resistência à microtração (μ TBS)

A porcentagem de espécimes com falha prematura (FP) e a frequência de cada modo de padrão de fratura são mostradas na Tabela 2. Quase não houve falhas coesivas no estudo (apenas 0,2% de todos os espécimes), enquanto a falha prematura foi ligeiramente mais frequente (6,7% de todos os espécimes). A maior parte das FP foi observada após 6 anos de armazenamento, sendo ligeiramente mais frequentes no substrato dentina erosionada com ácido cítrico ($n = 43,5\%$) do que na dentina sadia ($n = 25,3\%$), ou dentina erosionada com refrigerante ($n = 31,2\%$); o número de FP foi também ligeiramente maior com o ER ($n = 55,8\%$) do que com o método de aplicação SE ($n = 44,2\%$), embora nenhuma dessas diferenças tenha sido significativa ($\alpha = 0,78$; $p = 0,67$). Quase todos os espécimes apresentaram falhas adesivas ou adesivas/mistas, que foram utilizadas para os resultados da μ TBS.

Tabela 2. Porcentagem de espécimes de acordo com o modo de fratura.

Adesivo	Hora	Dentina sadia						Refrigerante						Ácido cítrico					
		SE			ER			SE			ER			SE			ER		
		A/M	C	PF	A/M	C	PF	A/M	C	PF	A/M	C	PF	A/M	C	PF	A/M	C	PF
ABU	Imediato	18 (100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	20 (95,3)	1 (4.7)	0 (0)	20 (100)	0 (0)	0 (0)	20 (100)	0 (0)	0 (0)
	6 anos	17(85)	0 (0)	3 (15)	14 (77.8)	0 (0)	4 (22.2)	21(100)	0 (0)	0 (0)	18 (90)	0 (0)	2 (10)	12 (80)	0 (0)	3 (20)	11 (73.4)	0(0)	4 (26.6)
AMB	Imediato	19(100)	0 (0)	0 (0)	20 (100)	0 (0)	0 (0)	19 (94.5)	1 (5)	0 (0)	20 (100)	0 (0)	0 (0)	17 (100)	0 (0)	0 (0)	20 (100)	0 (0)	0 (0)
	6 anos	21 (100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	15 (75)	0 (0)	5 (25)	15 (79)	0 (0)	4 (21)
CFU	Imediato	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	20 (95.3)	0 (0)	1 (4.7)	20 (100)	0 (0)	0 (0)	16 (100)	0 (0)	0 (0)	20 (100)	0 (0)	0 (0)
	6 anos	15 (81)	0 (0)	4 (19)	17 (81)	0 (0)	4 (19)	20 (100)	0 (0)	0 (0)	19(100)	0 (0)	0 (0)	20 (100)	0 (0)	0 (0)	19 (100)	0 (0)	0 (0)
FBU	Imediato	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21 (100)	0 (0)	0 (0)	21 (100)	0 (0)	0 (0)
	6 anos	20 (95.3)	0 (0)	1 (4.7)	16 (71.2)	0 (0)	5 (28.8)	14 (70)	0 (0)	6(30)	13 (65)	0 (0)	7 (35)	10 (50)	0 (0)	10 (50)	15 (71.5)	0 (0)	6 (28.5)
OCU	Imediato	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	19 (100)	0 (0)	0 (0)
	6 anos	20 (95.3)	0 (0)	1 (4.7)	18 (85.8)	0 (0)	3 (14.2)	20 (100)	0 (0)	0 (0)	14 (65)	0 (0)	7 (35)	17 (84.3)	0 (0)	3 (15.7)	13 (32)	0 (0)	8 (38)
PBU	Imediato	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)
	6 anos	17 (81)	0 (0)	4 (19)	20 (95.3)	0 (0)	1 (4.7)	15 (75)	0 (0)	5 (25)	11 (55)	0 (0)	9 (45)	12 (100)	0 (0)	0 (0)	11 (57.2)	0 (0)	9 (42.8)
PBE	Imediato	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)
	6 anos	17 (81)	0 (0)	4 (19)	19(100)	0 (0)	0 (0)	18 (85.8)	0 (0)	3(14.2)	21(100)	0 (0)	0 (0)	20 (95.3)	0 (0)	1 (4.7)	18 (85.8)	0 (0)	3(14.2)
SBU	Imediato	20 (95.3)	0(0)	1(4.7)	19 (95)	1 (5)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)
	6 anos	21(100)	0 (0)	0 (0)	19 (95)	1 (5)	0 (0)	18 (85.8)	0 (0)	3(14.2)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21 (95.3)	1(4.7)	0 (0)	16 (71.2)	0 (0)	5 (28.8)
TEU	Imediato	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)
	6 anos	20 (95.3)	0(0)	1 (4.7)	19 (95)	1(5)	0 (0)	19(90.5)	0 (0)	2(9.5)	20 (95.3)	0 (0)	1 (4.7)	20 (95.3)	0(0)	1 (4.7)	20 (95.3)	0(0)	1 (4.7)
XEN	Imediato	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)	21(100)	0 (0)	0 (0)
	6 anos	21(100)	0 (0)	0 (0)	18 (85.8)	0 (0)	3 (14.2)	17 (75)	0 (0)	3 (15)	21(100)	0 (0)	0 (0)	17 (81)	0 (0)	4 (19)	14 (65)	0 (0)	7 (35)

Em relação à μ TBS (Tabela 3), a interação entre produtos foi significativa ($p = 0,001$). Não houve diferenças significativas entre as estratégias adesivas ($p > 0,05$). Em termos de substrato, a μ TBS para a dentina erosionada foi geralmente menor do que a para a dentina sadia ($p < 0,005$; Tabela 3), e a dentina erosionada com ácido cítrico apresentou menor μ TBS do que a dentina erosionada com o refrigerante ($p < 0,007$). Após 6 anos de armazenamento, μ TBS foi geralmente menor para todos os substratos, adesivos e estratégias ($p < 0,05$), exceto para SBU e AMB em dentina erosionada com ácido cítrico. Os menores valores de μ TBS foram observados para OCU, PUB, PBE e XEN em ambos os tipos de dentina erosionada e tempos de avaliação ($p < 0,002$). Enquanto os maiores valores de μ TBS foram observados para AMB, UFC, SBU e TBU, independentemente de substratos, adesivos e estratégias ($p < 0,05$).

Tabela 3. Médias $\pm$ desvios-padrão da resistência à microtração (μ TBS) de adesivos universais ligados a diferentes modos e tempo de erosão*

Adesivo	Hora	Dentina sadia		Refrigerante		Ácido cítrico	
		SE	ER	SE	ER	SE	ER
ABU	Imediato	35,8 $\pm$ 4,4 CD	40,9 $\pm$ 6,0 C	29,2 $\pm$ 3,4 E	30,0 $\pm$ 4,1 E	21,1 $\pm$ 3,9 G	19,2 $\pm$ 3,6 G
	6 anos	18,9 $\pm$ 3,0 G	17,3 $\pm$ 3,4 G	14,3 $\pm$ 2,7 H	14,8 $\pm$ 2,5 H	9,0 $\pm$ 2,9 I	9,2 $\pm$ 3,9 I
AMB	Imediato	54,5 $\pm$ 5,8 A	53,2 $\pm$ 3,5 A	30,4 $\pm$ 4,5 E	30,7 $\pm$ 5,4 E	19,6 $\pm$ 3,6 G	19,4 $\pm$ 3,6 G
	6 anos	24,1 $\pm$ 3,8 F	25,3 $\pm$ 4,5 F	18,8 $\pm$ 2,8 G	19,1 $\pm$ 3,0 G	15,9 $\pm$ 2,9 H	15,5 $\pm$ 2,9 GH
CFU	Imediato	48,6 $\pm$ 5,6 AB	54,4 $\pm$ 4,5 A	28,9 $\pm$ 5,6 E	32,8 $\pm$ 4,0 DE	20,3 $\pm$ 3,5 G	20,8 $\pm$ 4,7 G
	6 anos	23,6 $\pm$ 4,2 FG	22,0 $\pm$ 3,7 FG	18,6 $\pm$ 2,9 G	18,9 $\pm$ 2,6 G	13,5 $\pm$ 2,6 H	13,9 $\pm$ 2,5 H
FBU	Imediato	26,2 $\pm$ 5,3 SE	32,7 $\pm$ 5,9 DE	22,6 $\pm$ 3,6 FG	23,5 $\pm$ 3,4 FG	17,5 $\pm$ 3,5 G	15,6 $\pm$ 3,9 GH
	6 anos	15,2 $\pm$ 3,7 GH	15,6 $\pm$ 3,2 GH	12,4 $\pm$ 3,2 H	11,9 $\pm$ 3,5 HI	7,1 $\pm$ 2,3 IJ	6,6 $\pm$ 2,5 J
OCU	Imediato	36,8 $\pm$ 5,3 D	39,1 $\pm$ 4,1 GD	28,9 $\pm$ 4,6 E	33,5 $\pm$ 4,9 DE	21,0 $\pm$ 4,5 FG	22,3 $\pm$ 4,8 FG
	6 anos	18,4 $\pm$ 4,2 G	18,1 $\pm$ 3,4 G	15,3 $\pm$ 2,7 GH	14,8 $\pm$ 2,8 GH	9,1 $\pm$ 8,9 I	8,9 $\pm$ 2,1 I
PUB	Imediato	39,7 $\pm$ 4,8 C	44,3 $\pm$ 4,6 a.C.	32,3 $\pm$ 3,8 DE	32,9 $\pm$ 5,1 DE	23,3 $\pm$ 4,5 FG	25,0 $\pm$ 4,9 FG
	6 anos	17,8 $\pm$ 2,7 G	16,7 $\pm$ 2,7 G	13,7 $\pm$ 2,2 H	14,5 $\pm$ 2,1 H	9,5 $\pm$ 2,6 I	7,5 $\pm$ 2,7 IJ
PBE	Imediato	28,5 $\pm$ 3,7 SE	31,2 $\pm$ 4,5 DE	23,7 $\pm$ 3,6 FG	24,1 $\pm$ 4,4 FG	16,5 $\pm$ 3,3 GH	15,6 $\pm$ 3,3 GH
	6 anos	16,1 $\pm$ 3,2 G	17,1 $\pm$ 2,9 G	11,1 $\pm$ 2,8 I	11,8 $\pm$ 2,5 HI	8,7 $\pm$ 3,1 IJ	6,6 $\pm$ 3,4 J
SBU	Imediato	48,5 $\pm$ 4,9 AB	54,5 $\pm$ 6,5 A	30,3 $\pm$ 4,4 E	30,8 $\pm$ 4,4 E	20,1 $\pm$ 4,3 G	21,2 $\pm$ 4,0 G
	6 anos	23,4 $\pm$ 4,4 FG	22,5 $\pm$ 4,4 FG	18,7 $\pm$ 3,1 G	18,6 $\pm$ 3,4 G	18,9 $\pm$ 3,1 G	19,3 $\pm$ 2,9 G
TBU	Imediato	53,4 $\pm$ 4,8 A	56,5 $\pm$ 4,9 A	30,8 $\pm$ 3,6 E	30,3 $\pm$ 4,0 E	21,5 $\pm$ 4,3 FG	21,1 $\pm$ 5,2 FG
	6 anos	24,6 $\pm$ 3,2 F	26,5 $\pm$ 3,8 SE	18,9 $\pm$ 3,1 G	19,3 $\pm$ 2,9 G	12,4 $\pm$ 3,9 H	11,6 $\pm$ 3,8 HI
XEN	Imediato	29,2 $\pm$ 5,1 E	32,0 $\pm$ 5,3 DE	21,2 $\pm$ 3,8 FG	21,2 $\pm$ 5,5 FG	15,1 $\pm$ 4,4 H	16,1 $\pm$ 4,1 H
	6 anos	14,9 $\pm$ 2,7 H	13,7 $\pm$ 3,9 H	10,1 $\pm$ 2,5 I	10,9 $\pm$ 2,5 I	6,6 $\pm$ 2,8 J	6,1 $\pm$ 2,2 J

*Diferentes letras sobrescritas indicam médias estatisticamente significativamente diferentes (ANOVA de quatro vias e teste de Tukey; $p < 0,05$). All-Bond Universal: ABU; Ambar Universal: AMB; Clearfil Universal: UFC; Futurabond U: FBU; One Coat 7 Universal: OCU; Pico Universal Bond: PUB; Prime&Bond Eleito: PBE; Scotchbond Universal: SBU; Tetric n-Bond Universal: TEU; Xeno Select: XE

Avaliação de Nanoinfiltração (%)

Houve uma diferença significativa para NI ($p = 0,01$, Tabela 4). Não foram observadas diferenças significativas entre as estratégias adesivas ($p > 0,05$). Em relação aos substratos, houve maior nanoinfiltração na dentina erosionada quando comparada à dentina sadia em ambos os tempos de avaliação ($p < 0,05$), sendo que a dentina erosionada com ácido cítrico apresentou geralmente mais % de NI do que a dentina erosionada com o refrigerante ($p < 0,002$), enquanto não foi observada diferença significativa para ABU, AMB, UFC, SBU e TEU na dentina erosionada com ácido cítrico, para ambas as estratégias adesivas, após 6 anos de armazenamento. Os valores de % de NI mais altos foram observados para PBE, PUB e XEN em ambos os tipos de dentina erosionada e tempo de avaliação ($p < 0,002$). Para os adesivos FBU, OCU, PUB, PBE e XEN utilizados em dentina erosionada com ácido cítrico, os espécimes não sobreviveram aos 6 anos de armazenamento, portanto, nenhum dado de NI é apresentado.

Tabela 4. Médias $\pm$ desvios-padrão de nanoinfiltração (%) de adesivos universais ligados a diferentes modos de erosão e tempo*

Adesivo	Hora	Dentina sadia		Refrigerante		Ácido cítrico	
		SE	ER	SE	ER	SE	ELE
ABU	Imediato	6,2 $\pm$ 1,4 A	6,5 $\pm$ 1,2 A	13,8 $\pm$ 2,0 a.C.	12,5 $\pm$ 1,7 B	29,9 $\pm$ 2,5 G	31,5 $\pm$ 1,7 GH
	6 anos	13,1 $\pm$ 2,0 B	12,5 $\pm$ 1,5 B	17,4 $\pm$ 1,7 D	17,8 $\pm$ 1,5 D	34,2 $\pm$ 3,0 H	36,8 $\pm$ 2,9 H
AMB	Imediato	6,2 $\pm$ 2,0 A	6,6 $\pm$ 1,1 A	13,4 $\pm$ 1,5 a.C.	13,8 $\pm$ 1,5 a.C.	28,8 $\pm$ 1,9 G	27,0 $\pm$ 1,1 G
	6 anos	12,9 $\pm$ 1,5 B	13,7 $\pm$ 1,5 a.C.	18,2 $\pm$ 1,2 D	19,1 $\pm$ 1,7 DE	32,8 $\pm$ 2,0 GH	32,7 $\pm$ 2,0 GH
CFU	Imediato	7,3 $\pm$ 1,6 A	8,0 $\pm$ 1,4 A	13,5 $\pm$ 1,4 a.C.	12,6 $\pm$ 1,4 B	26,5 $\pm$ 1,4 G	26,7 $\pm$ 2,2 G
	6 anos	13,5 $\pm$ 1,1 a.C.	14,2 $\pm$ 1,5 C	19,1 $\pm$ 1,8 DE	18,9 $\pm$ 1,2 D	32,2 $\pm$ 2,0 GH	32,0 $\pm$ 1,8 GH
FBU	Imediato	9,5 $\pm$ 2,4 AB	8,1 $\pm$ 1,1 AB	17,6 $\pm$ 1,5 D	16,3 $\pm$ 1,8 CD	35,8 $\pm$ 2,1 H	34,5 $\pm$ 2,4 H
	6 anos	16,8 $\pm$ 1,5 CD	17,9 $\pm$ 1,1 D	23,6 $\pm$ 1,6 F	22,3 $\pm$ 1,7 F	-	-
OCU	Imediato	6,1 $\pm$ 1,1 A	8,2 $\pm$ 2,1 A	14,3 $\pm$ 3,0 C	16,0 $\pm$ 1,5 CD	29,3 $\pm$ 1,8 G	30,7 $\pm$ 1,7 GH
	6 anos	12,7 $\pm$ 1,6 B	13,0 $\pm$ 1,5 B	20,0 $\pm$ 1,9 E	19,2 $\pm$ 1,4 DE	-	-
PUB	Imediato	12,6 $\pm$ 2,0 B	11,7 $\pm$ 2,5 B	17,8 $\pm$ 1,7 D	18,3 $\pm$ 1,4 D	35,6 $\pm$ 1,7 H	34,1 $\pm$ 1,8 H
	6 anos	18,4 $\pm$ 1,9 D	17,3 $\pm$ 1,3 D	24,2 $\pm$ 2,4 F	24,5 $\pm$ 2,6 F	-	-
PBE	Imediato	10,5 $\pm$ 1,6 B	10,7 $\pm$ 2,2 B	19,4 $\pm$ 1,2 DE	19,7 $\pm$ 1,8 DE	34,3 $\pm$ 1,9 H	35,4 $\pm$ 1,1 H
	6 anos	19,4 $\pm$ 1,2 DE	18,8 $\pm$ 1,5 D	23,7 $\pm$ 2,1 F	23,7 $\pm$ 1,2 F	-	-
SBU	Imediato	5,4 $\pm$ 1,7 A	6,8 $\pm$ 1,6 A	13,5 $\pm$ 1,2 a.C.	12,5 $\pm$ 1,8 B	28,1 $\pm$ 1,9 G	29,9 $\pm$ 1,6 G
	6 anos	12,2 $\pm$ 1,5 B	12,8 $\pm$ 2,3 B	18,9 $\pm$ 1,6 D	18,9 $\pm$ 1,1 D	32,5 $\pm$ 2,7 GH	33,4 $\pm$ 1,8 GH
TEU	Imediato	6,6 $\pm$ 2,0 A	7,7 $\pm$ 1,6 A	10,9 $\pm$ 1,1 B	13,9 $\pm$ 1,4 a.C.	28,4 $\pm$ 3,0 G	29,0 $\pm$ 1,5 G
	6 anos	12,1 $\pm$ 0,9 B	12,6 $\pm$ 2,3 O	18,9 $\pm$ 1,3 D	18,4 $\pm$ 1,6 D	33,3 $\pm$ 1,8 GH	33,9 $\pm$ 1,7 GH
XEN	Imediato	11,7 $\pm$ 1,4 B	11,7 $\pm$ 1,0 B	19,4 $\pm$ 1,9 DE	18,7 $\pm$ 2,0 D	34,1 $\pm$ 2,3 H	35,4 $\pm$ 2,0 H
	6 anos	18,7 $\pm$ 2,0 D	19,6 $\pm$ 1,6 DE	23,6 $\pm$ 2,0 F	23,4 $\pm$ 2,6 F	-	-

*Letras sobrescritas diferentes indicam médias estatisticamente significativamente diferentes (Kruskal-Wallis e o teste Wilcoxon Signed Rank Sum $p < 0,05$). All-Bond Universal: ABU; Ambar Universal: AMB; Clearfil Universal: UFC; Futurabond U: FBU; One Coat 7 Universal: OCU; Pico Universal Bond: PUB; Prime&Bond Eleito: PBE; Scotchbond Universal: SBU; Tetric n-Bond Universal: TEU; Xeno Select: XEN

DISCUSSÃO

Tal como abordado na introdução, a composição da dentina erosionada é diferente estrutural e quimicamente da dentina sadia, devido à composição mineral/orgânica.^{21,31} A dentina erosionada é caracterizada pela dissolução do componente mineral e pela presença de uma zona que compreende uma densa rede fibrosa de colágeno.¹⁸ A presença desse colágeno altamente desorganizado na superfície dificulta a infiltração adequada do adesivo na dentina subjacente, afetando a qualidade da adesão.⁴⁴ Neste estudo, no momento do teste imediato, os valores de μ TBS foram semelhantes aos observados por Siqueira et al.⁴³ 2018, onde todos os adesivos apresentaram melhores resultados na dentina sadia, indicando a influência dessa alteração histológica presente em um substrato erosionado sob os procedimentos adesivos.

Curiosamente, não foi observada diferença significativa em termos de valores de μ TBS e NI em relação às estratégias adesivas, para ambos os modelos de ciclagem, em ambos os tempos de avaliação, levando a não rejeição da primeira e segunda hipótese nula. É bem sabido que a interação dos agentes de condicionamento ácido com a dentina é limitada pelo efeito tampão da hidroxiapatita (HAp) e outros componentes da dentina. Os agentes ácidos removem a camada de *smear layer* e a parte superficial da dentina, abrem os túbulos dentinários, desmineralizam a superfície da dentina e aumentam a microporosidade da dentina intertubular para impregnação das fibrilas colágenas pelos monômeros presentes nos sistemas adesivos.^{25,52} No entanto, devido à desmineralização mais profunda da dentina intertubular e peritubular presente no substrato erosionado,⁵⁶ um pré-condicionamento nesses casos parece ser desnecessário, uma vez que a dentina já estava desmineralizada.⁵³ Além disso, uma maior deposição de nitrato de prata na camada híbrida foi observada no tempo imediato para ambos os modelos de ciclagem. O nitrato de prata é conhecido por ocupar espaços cheios de água dentro da camada mista em torno das fibrilas de colágeno expostas, onde a resina não é penetrada ou a água residual não é substituída pelo adesivo, ou mesmo em áreas onde a conversão de monômeros é incompleta.^{39,40} Como esperado, a infiltração de nitrato de prata foi maior na interface resina/dentina erosionada e, possivelmente devido à

formação de uma camada híbrida mais fina e menos bem estruturada, acompanhada de maior prevalência de fibrilas de colágeno expostas e não infiltradas.¹⁷

As metaloproteinases representam uma família de endopeptidases dependentes de zinco e cálcio presentes na dentina e saliva que são capazes de degradar componentes da matriz extracelular, incluindo colágeno, em suas formas nativas e desnaturadas.⁵⁰ Essas enzimas são expostas e ativadas quando a dentina é solubilizada.³¹ Isso também pode ter contribuído para a diminuição dos valores de μ TBS após seis anos de armazenamento em água nos grupos dentina erosionada. Assim, a má infiltração do colágeno desmineralizado e o aumento da atividade das metaloproteinases dentro da dentina e erosionada podem ter contribuído para o aumento da NI tanto imediatamente quanto após seis anos de armazenamento.

Recentemente, o papel do MDP e do sal de MDP-Ca na ligação ao colágeno das fibrilas dentro da camada híbrida foi elucidado. De acordo com Hiraishi et al¹⁹ 2013, quando um adesivo contendo MDP é aplicado sob dentina desmineralizada, ele incorre em uma interação entre o MDP e o colágeno, onde o grupo dihidrogenofosfato e um longo alifático, que é considerado uma cadeia hidrofóbica de MDP, interagem através da porção alifática hidrofóbica no MDP com a superfície do colágeno, enquanto uma forte ligação entre colágeno e MDP foi observada através de ligações de hidrogênio.^{23,19}

Além disso, foi relatado recentemente por Jin et al²³ 2022, após o contato do MDP na dentina desmineralizada há uma formação de depósitos irregulares de sais de MDP-Ca que têm a função de reabastecer as regiões ricas em água, dentro da camada híbrida, fornecendo proteção mecânica para o colágeno desmineralizado subjacente. Desta forma, as longas e relativamente hidrofóbicas cadeias espaçadoras do MDP podem reduzir indiretamente a área de superfície das fibras colágenas expostas, removendo a água do microambiente local.⁴² Assim, essa interação química que ocorre entre adesivos contendo MDP e fibrilas de colágeno nos ajuda a explicar o grau homogêneo dos valores de μ TBS após seis anos para esses adesivos em modelos de dentina e

em ambos os modelos de ciclo de pH. Isso também parece ter sido confirmado pela observação dos resultados da NI após seis anos.

No entanto, embora todos os adesivos tenham apresentado uma degradação significativa, FBU, PUB, PBE e XEN apresentam uma maior diminuição dos valores de μ TBS na longevidade, tanto para estratégias ER e SE quanto para ambas as abordagens erosivas, mas foi mais significativo para o ácido cítrico, levando à rejeição da segunda hipótese nula. De acordo com Siqueira et al⁴³ 2018, quando a superfície da dentina é erosionada por uma solução de ácido cítrico promove uma maior alteração superficial da dentina e mais fibrilas de colágeno não são infiltrados adequadamente pelos sistemas adesivos, principalmente porque a ciclagem do ácido cítrico apresentou um pH mais baixo e um tempo de desmineralização mais longo quando comparada à ciclagem do refrigerante. No entanto, seguindo a composição de todos os adesivos universais testados, esses respectivos adesivos compartilham uma característica comum, a ausência de MDP, que também pode contribuir para os piores resultados arquivados para esses adesivos. O MDP é o monômero funcional mais utilizado em adesivos odontológicos,²⁰ e seu sucesso tem sido amplamente relatado por estudos clínicos.³² Este monômero é capaz de obter uma ligação química ao cálcio no HAp formando um sal de MDP-Ca insolúvel dentro da interface adesiva que é depositado em nanocamadas de MDP Ca promovendo uma adesão química à superfície dentária e protegendo a camada híbrida contra hidrólise.^{54,48}

Por outro lado, considerando o mecanismo que o MDP utiliza para melhorar a adesão química²³, é de se esperar que, em um substrato erosionado e para a estratégia de ER, mesmo adesivos contendo MDP apresentem valores reduzidos de μ TBS, uma vez que uma pequena quantidade de Ca está disponível para interagir com o MDP.²³ De fato, essa característica foi observada para AMB, UFC, SBU e TEU, menos do que os adesivos livres de MDP, como FBU, PUB, PBE e XEN. Desta forma, diante desses resultados, podemos especular que o papel dos monômeros funcionais dos adesivos universais é importante para alcançar uma interação química não apenas com o HAp, mas também com as fibrilas de colágeno expostas.

Apesar dos adesivos contendo MDP terem apresentado melhores resultados, o SBU e o AMB foram superiores entre eles. A eficácia de adesão dos diferentes adesivos comerciais à base de MDP,^{34,35} uma vez que a pureza do 10-MDP presente em adesivos odontológicos comerciais pode ser esperada para influenciar o desempenho dos sistemas adesivos.⁵⁴ Infelizmente, a concentração e a pureza do MDP nos AUs comerciais não são claras, no entanto, sugerimos que estas possam ser responsáveis pelos diferentes resultados entre eles. Além disso, o SBU contém um copolímero de ácido polialquênico modificado com metacrilato que melhora a ligação química ao cálcio na hidroxiapatita⁵¹ e isso pode ser considerado outro fator que pode influenciar positivamente o desempenho desse adesivo.

Apesar disso, após seis anos de armazenamento de água, observou-se uma diminuição homogênea dos valores de μ TBS para todos os adesivos, em todos os substratos dentinários avaliados. Sabe-se que a erosão dentinária pode antecipar ou potencializar a atividade proteolítica na dentina, semelhante ao processo de progressão da lesão cariosa.^{41,31}

Vale ressaltar que no presente estudo, observando os resultados do NI, os adesivos FBU, PUB, PBE e XEN, adesivos livres de MDP, apresentaram os maiores valores de NI, principalmente para o modelo de ácido cítrico, onde um pequeno número de espécime sobreviveu após seis anos de armazenamento de água, o que pode ser relacionados à ausência de MDP, ao pH mais baixo^{6,2} do ácido cítrico e, no caso de PBE e XEN, a presença de acetona em sua respectiva composição que leva a uma maior degradação da camada híbrida, uma vez que, devido à sua rápida evaporação os monômeros não têm tempo suficiente para se infiltrar adequadamente na dentina e contribuindo para uma maior degradação da interface e resultando na perda dos espécimes.⁵² Como o principal desfecho deste estudo foi o μ TBS (imediate e após seis anos), todos os espécimes sobreviventes foram utilizados para a obtenção dos resultados.

Portanto, os resultados do presente estudo ajudam a compreender a influência da presença de MDP em AUs no papel da ligação à dentina e, especialmente na manutenção das propriedades de ligação quando o substrato

é histologicamente alterado pela ação de abordagens erosivas. No entanto, são necessários mais estudos para reforçar esses achados.

CONCLUSÃO

- Dentina erosionada teve os menores valores de μ TBS e os maiores valores de NI quando comparados com dentina sadia, e esses valores foram ainda mais significativos quando a dentina foi erosionada com ácido cítrico.
- O uso de adesivos contendo MDP parece ser essencial para manter a adesão em dentina erosionada ao longo do tempo.
- Após 6 anos de armazenamento, FBU, PUB, PBE e XEN apresentaram um desempenho adesivo inferior, Independente do substrato.

REFERÊNCIAS

- 1-Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite

bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dent Mater.* 2017;33(2):133-43

2-Bartlett DW, Lussi A, West NX, Bouchard P, Sanz M, Bourgeois D. Prevalence of tooth wear on buccal and lingual surfaces and possible risk factors in young European adults. *Journal of dentistry.* 2013;41(11):1007-13

3-Bedran-Russo AK, Pashley DH, Agee K, Drummond JL, Miescke KJ. Changes in stiffness of demineralized dentin following application of collagen crosslinkers. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008;86(2):330-4.

4-Bedran-Russo AK, Pauli GF, Chen SN, McAlpine J, Castellan CS, Phansalkar RS, et al. Dentin Biomodification: strategies, renewable resource and clinical applications. *Dent Mater.* 2014;30(1):62-76.

5-Bedran-Russo A, Leme-Kraus AA, Vidal CMP, Teixeira EC. An Overview of Dental Adhesive Systems and the Dynamic Tooth-Adhesive Interface. *Dent Clin North Am.* 2017;61(4):713-31)

6-Belmar da Costa M, Delgado AHS, Pinheiro de Melo T, Amorim T, Mano Azul A. Analysis of laboratory adhesion studies in eroded enamel and dentin: a scoping review. *Biomaterial investigations in dentistry.* 2021;8(1):24-38.

7-Blatz MB, Chiche G, Bahat O, Roblee R, Coachman C, Heymann HO. Evolution of aesthetic dentistry. *J Dent Res.* 2019;98(12):1294-304.)

8-Breschi L, Gobbi P, Mazzotti G, Falconi M, Ellis TH, Stangel I. High resolution SEM evaluation of dentin etched with maleic and citric acid. *Dent Mater.* 2002;18(1):26-35.

9-Butler WT. Proteínas da matriz dentinária e dentinogênese. *Connect Tissue Res.* 1995;33(1-3):59-65.)

10- Cardenas AFM, Araujo LCR, Szesz AL, de Jesus Tavares RR, Siqueira FSF, Reis A, Loguercio AD. Influence of Application of Dimethyl Sulfoxide on the

Bonding Properties to Eroded Dentin. J Adhes Dent. 2021 Dec 3;23(6):589-598. doi: 10.3290/j.jad.b2287671. PMID: 34817974.

11- Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K, et al. Bonding of universal adhesives to dentine--Old wine in new bottles? J Dent. 2015;43(5):525-36.

12- Cruz JB, Bonini G, Lenzi TL, Imparato JC, Raggio DP. Bonding stability of adhesive systems to eroded dentin. Brazilian oral research. 2015;29.

13- De Brito, G.; Silva, DO.; Macedo, RFC.; Ferreira, MWC. et al. Does the application of additional hydrophobic resin to universal adhesives increase bonding longevity of eroded dentin? Polymers (Basel).2022;14

14- De Rossi, GRC.; Ozcan, M.; Volpato, CAM. How to improve bond stability to eroded dentin: a comprehensive review. Journal of Adhesion Science and Technology.2021; 35

15- Devadiga D, Shetty P, Hegde MN. Characterization of dynamic process of carious and erosive demineralization - an overview. Journal of conservative dentistry : JCD. 2022;25(5):454

16- Follak AC, Ilha BD, Oling J, Savian T, Rocha RO, Soares FZM. Clinical behavior of universal adhesives in non-carious cervical lesions: A randomized clinical trial. J Dent. 2021;113:103747.

17- Haj-Ali R, Walker M, Williams K, Wang Y, Spencer P. Histomorphologic characterization of noncarious and caries-affected dentin/adhesive interfaces. Journal of prosthodontics : official journal of the American College of Prosthodontists. 2006;15(2):82-8.

18- Hass V, Dobrovolski M, Zander-Grande C, Martins GC, Gordillo LA, Rodrigues Accorinte Mde L, et al. Correlation between degree of conversion, resin-dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. Dent Mater. 2013;29(9):921-8.

- 19-Hiraishi N, Tochio N, Kigawa T, Otsuki M, Tagami J. Monomer-collagen interactions studied by saturation transfer difference NMR. J Dent Res. 2013;92(3):284-8.
- 20-Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How "Universal" is Adhesion? Shear Bond Strength of Multi-mode Adhesives to Enamel and Dentin. The journal of adhesive dentistry. 2019;21(1):87-95)
- 21- Jaeggi T, Grüninger A, Lussi A. Restorative therapy of erosion. Monographs in oral science. 2006; 20:200-14.
- 22-Jin X, Han F, Wang Q, Yuan X, Zhou Q, Xie H, et al. The roles of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate and its calcium salt in preserving the adhesive-dentin hybrid layer. Dent Mater. 2022;38(7):1194-205difference NMR. J Dent Res. 2013;92(3):284-8.
- 23-Jin X, Han F, Wang Q, Yuan X, Zhou Q, Xie H, et al. The roles of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate and its calcium salt in preserving the adhesive-dentin hybrid layer. Dent Mater. 2022;38(7):1194-205.
- 24-Kanzow P, Wegehaupt FJ, Attin T, Wiegand A. Etiology and pathogenesis of dental erosion. Quintessência Int. 2016;47(4):275-8)
- 25-Kharouf N, Mancino D, Naji-Amrani A, Eid A, Haikel Y, Hemmerle J. Effectiveness of Etching by Three Acids on the Morphological and Chemical Features of Dentin Tissue. The journal of contemporary dental practice. 2019;20(8):915-9.
- 26-Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomez N, Tancredo Lde L, Filho LE, Nogueira FN, et al. Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin. J Adhes Dent. 2005;7(2):117-26.
- 27-Luque-Martinez IV, Perdigão J, Muñoz MA, Sezinando A, Reis A, Loguercio AD. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. Dent Mater. 2014;30(10):1126-35.

- 28- Lussi A, Schlueter N, Rakhmatullina E, Ganss C. Dental erosion-an overview with emphasis on chemical and histopathological aspects. 2011;45 Suppl 1:2-12.
- 29- Marren K. Dimetilsulfhoxyde: an effective penetration enhancer for the topical administration of AINEs. *Phys Sportsmed*. 2011;39(3):75-82.)
- 30- Masarwa N, Mohamed A, Abou-Rabii I, Abu Zaghlan R, Steier L. Longevity of Self-etch Dentin Bonding Adhesives Compared to Etch-and-rinse Dentin Bonding Adhesives: A Systematic Review. *The journal of evidence-based dental practice*. 2016;16(2):96-106.
- 31- Mazzoni A, Tjäderhane L, Checchi V, Di Lenarda R, Salo T, Tay FR, et al. Role of dentin MMPs in caries progression and bond stability. *J Dent Res*. 2015;94(2):241-51.
- 32- Meurman JH, Drysdale T, Frank RM. Experimental erosion of dentin. *Scandinavian journal of dental research*. 1991;99(6):457-62.
- 33- Mehtala P, Agee K, Breschi L, Pashley DH, Tjäderhane L. O solvente proprietário aumenta a molhabilidade da dentina. *Materiais Odontológicos*. 2010;26:e12–e3.
- 34- Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Propriedades de colagem imediata de adesivos universais à dentina. *J Dent*. 2013;41(5):404-11.
- 35- Muñoz MA, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha NH, et al. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Operative dentistry*. 2015;40(3):282-92.)
- 36- Perdigão J, Loguercio AD. Adesivos universais ou multimodo: por que e como? *A revista de odontologia adesiva*. 2014;16(2):193-4.

- 37-Reis A, Grande RH, Oliveira GM, Lopes GC, Loguercio AD. A 2-year evaluation of moisture on microtensile bond strength and nanoleakage. *Dent Mater.* 2007;23(7):862-70.
- 38-Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent.* 2015;43(7):765-76.
- 39-Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Operative dentistry.* 1995;20(1):18-25.
- 40-Sano H. Microtensile testing, nanoleakage, and biodegradation of resin-dentin bonds. *J Dent Res.* 2006;85(1):11-4.
- 41-Schlueter N, Luka B. Desgaste dentário erosivo - uma revisão sobre a prevalência global e sobre a sua prevalência em grupos de risco. *Br Dent J.* 2018;224(5):364-70
- 42-Shen J, Xie H, Wang Q, Wu X, Yang J, Chen C. Evaluation of the interaction of chlorhexidine and MDP and its effects on the durability of dentin bonding. *Dent Mater.* 2020;36(12):1624-34.
- 43-Siqueira FSF, Cardenas AM, Ocampo JB, Hass V, Bandeca MC, Gomes JC, et al. Bonding Performance of Universal Adhesives to Eroded Dentin. *The journal of adhesive dentistry.* 2018;20(2):121-32.)
- 44-Siqueira F, Cardenas A, Gomes GM, Chibinski AC, Gomes O, Bandeca MC, et al. Thre-year effects of deproteinization on the in vitro durability of resin/dentin-eroded interfaces. *Oper Dent.* 2018;43(1):60-70.

- 45- Siqueira FSF, Hilgemberg B, Araújo LCR, Hass V, Bandeca MC, Reis A, et al. Collagen cross-linking agents + dimethyl sulfoxide improving the adhesive properties of erosive lesion dentin. *J Adhes Dent*. 2019;21(2):149-58
- 46- de Siqueira FSF, Hilgemberg B, Araujo LCR, Hass V, Bandeca MC, Gomes JC, et al. Improving bonding to eroded dentin by using collagen cross-linking agents: 2 years of water storage. *Clin Oral Investig*. 2020;24(2):809-22.
- 47- Stape TH, Tjaderhane L, Tezvergil-Mutluay A, Yanikian CR, Szesz AL, Loguercio AD, et al. Dentin bond optimization using the dimethyl sulfoxide-wet bonding strategy: A 2-year in vitro study. *Dent Mater*. 2016;32(12):1472-81.
- 48- Tian FC, Wang XY, Huang Q, Niu LN, Mitchell J, Zhang ZY, et al. Effect of nanolayering of calcium salts of phosphoric acid ester monomers on the durability of resin-dentin bonds. *Acta biomaterialia*. 2016;38:190-200.
- 49- Tjaderhane L, Buzalaf MA, Carrilho M, Chaussain C. Metaloproteinases de matriz e outras proteinases de matriz em relação à cariologia: a era da «degradómica da dentina». *Cárie Res*. 2015;49(3):193-208).
- 50- Toledano M, Yamauti M, Osorio E, Osorio R. Zinc-inhibited MMP-mediated collagen degradation after different dentine demineralization procedures. *Caries research*. 2012;46(3):201-7.
- 51- Toledano M, Aguilera FS, Yamauti M, Ruiz-Requena ME, Osorio R. In vitro load-induced dentin collagen-stabilization against MMPs degradation. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*. 2013;27:10-8.
- 52- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *The journal of adhesive dentistry*. 2020;22(1):7-34.

53- Wiegand A, Lechte C, Kanzow P. Adhesion to eroded enamel and dentin: systematic review and meta-analysis. *Dent Mater.* 2021;37(12):1845-53.

54- Yoshihara K, Yoshida Y, Nagaoka N, Fukegawa D, Hayakawa S, Mine A, et al. Nano-controlled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction. *Acta biomaterialia.* 2010;6(9):3573-82.

55- Yoshihara K, Nagaoka N, Okihara T, Kuroboshi M, Hayakawa S, Maruo Y, et al. Functional monomer impurity affects adhesive performance. *Dent Mater.* 2015;31(12):1493-501.

56- Zimmerli B, De Munck J, Lussi A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Long-term bonding to eroded dentin requires superficial bur preparation. *Clin Oral Investig.* 2012;16(5):1451-61.

57-3M. Safety Data Sheet: 3M™ Adper™ Single Bond.

CAPÍTULO 2

Artigo 2

Agentes de reticulação de colágeno combinados com dimetilsulfóxido melhorando as propriedades adesivas da dentina de lesão erosiva. Artigo publicado em Brazilian Dental Journal

Investigar o efeito do dimetilsulfóxido (DMSO) associado a agentes reticuladores de colágeno sobre a resistência à microtração (μ TBS), a nanoinfiltração (NI) e o grau de conversão *in situ* por análise Micro-Raman (MRA) de sistemas adesivos universais para a lesão erosiva da dentina (LED). Cento e sessenta e seis molares foram distribuídos em 20 grupos: (1) Tratamento: Dentina sadia; Lesão erosiva dentina (LED); Cartilha de DMSO (LED+DMSO); Primer contendo 6,5% de proantocianidina (LED+DMSO-PRO), Primer contendo 0,1% de rivo flavina (LED+DMSO-RIB); (2) Sistemas adesivos: iBond Universal e Scotchbond Universal; e (3) estratégia adesiva: estratégia condicionamento ácido ou auto-condicionante. Após a restauração, os corpos de prova foram seccionados em palitos e testados para μ TBS, NI e MRA. Outros 6 molares foram utilizados para avaliar a modificação morfológica lateral e oclusal por modelo de erosão. Os dados da resistência à microtração (MPa), penetração de nitrato de prata (%) e MRA (%) foram analisados por (ANOVA de três fatores seguida de teste post-hoc de Tukey $\alpha = 5\%$). A aplicação de dimetilsulfóxido aumenta o μ TBS, e os valores de MRA com uma diminuição significativa da NI quando comparados à LED tanto para adesivos quanto para estratégias adesivas. Quando o DMSO foi combinado com reticuladores, não ocorreram diferenças na infiltração do nitrato de prata ou nos valores de MRA. No entanto, um aumento significativo dos valores de μ TBS foi observado quando o DMSO foi combinado com o agente de reticulação de colágeno (LED + DMSO-PRO ou LED + DMSO-RIB) em comparação com (LED + DMSO). A aplicação de dimetilsulfóxido combinado com o agente reticulado de colágeno contribuiu para aumentar a resistência de união e a MRA no interior da camada híbrida na dentina de lesão erosiva, ao mesmo tempo em que reduziu significativamente a nanoinfiltração neste substrato.

Palavras-chave: Desgaste dentário erosivo; Resistência à microtração, Nanoinfiltração; Agentes de reticulação, DMSO.

INTRODUÇÃO

Terapias preventivas baseadas na aplicação de flúor e melhorias nas práticas de higiene têm permitido uma redução significativa na incidência de cárie ⁵ em todo o mundo. No entanto, o aumento da ingestão de alimentos ácidos/erosivos, levou a um incremento na prevalência de lesões erosivas. ³⁶

O desgaste dentário erosivo é uma condição que envolve erosão com causas que se encontram em atrito e abrasão, ambas impactando a qualidade de vida, especialmente devido aos dentes visivelmente mais curtos e à exposição da dentina, causando hipersensibilidade.² Todas estas características dificultam o tratamento restaurador e contribuem para a menor durabilidade das restaurações.²

A lesão de erosão em dentina (LED) é um substrato biológico, químico e estruturalmente modificado ⁴³ reconhecido pela desmineralização e alteração sucessiva da matriz orgânica. ⁴³ Além disso, há um aumento do micro e nanoporosidade e fibras colágenas desnaturadas expostas. ^{25,43} Esse processo leva a ocorrer uma frequente queda de pH e, conseqüentemente, promove maior atividade proteolítica na matriz dentinária⁴³. Todas estas alterações comprometem a infiltração de monómeros resinosos na dentina erosionada. ⁵⁰

Para aumentar as propriedades mecânicas das fibrilas de colágeno e torná-las menos suscetíveis à ação endógena da protease, alguns pesquisadores têm focado seus estudos no uso de agentes de reticulação de colágeno (CCAs) como carbodiimida, glutaraldeído, riboflavina (RIB) e proantocianidinas (PRO). ³

Estudos publicados recentemente mostraram resultados adesivos promissores da aplicação de um primer adicional à base de água contendo proantocianidina e riboflavina na dentina erosionada^{39,40}. Entretanto, de acordo com Siqueira et al.,⁴⁵, 2019 não foi possível recuperar todas as propriedades adesivas e mecânicas da dentina erosionada em relação à dentina sadia. Isso pode ser devido à natureza orgânica e ao maior tamanho da molécula dos agentes de reticulação de colágeno. Ambos os fatores apresentam dificuldades na dissolução de solventes polares, limitando a dissolução e infiltração

adequadas dentro da matriz de colágeno desmineralizado, especialmente no desgaste de dentina erosionada ⁴⁶.

Uma alternativa interessante é a associação de agentes de reticulação de colágeno com solventes mais potentes, como o dimetilsulfóxido (DMSO). É uma molécula polifuncional, totalmente misturável na maioria dos solventes e nos monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos utilizados na odontologia adesiva ²⁶. A característica polar do DMSO combinada com a estrutura pequena e compacta é responsável por sua capacidade de penetrar em superfícies biológicas ²⁶ e resulta em sua capacidade de se associar com água, proteínas, carboidratos, substâncias iônicas e outros constituintes.

Além disso, o DMSO tem a capacidade de lidar com moléculas de água em uma ligação interpeptídica de hidrogênio para dissociar o colágeno extracelular em uma rede mais dispersa de fibrilas ⁴¹, consequentemente melhorando a infiltração de dentina desmineralizada ²⁹ e mantendo a ligação com a dentina ⁴¹. Devido à natureza anfifílica do dimetil sulfóxido, promove melhor dissolução e infiltração de agentes reticuladores na matriz desmineralizada de dentina erosionada.⁸ No entanto, ainda há uma falta de conhecimento, nenhuma pesquisa avaliou um primer adicional contendo DMSO combinado com agentes de reticulação de colágeno.

Portanto, este estudo avaliou o efeito do dimetilsulfóxido combinado com agentes reticuladores de colágeno sobre a resistência à microtração (μ TBS), a penetração do nitrato de prata (NI) e o grau de conversão *in situ* (MRA) de sistemas adesivos universais à dentina erosionada. As hipóteses experimentais avaliadas foram que, independentemente do sistema adesivo, a aplicação de DMSO combinado com os agentes de reticulação de colágeno (1) influenciaria o μ TBS, (2) melhoraria os valores de infiltração de nitrato na interface adesiva ou (3) afetaria o grau de conversão *in situ* na dentina erosionada

MATERIAIS E MÉTODOS

Seleção e Preparação de Dentes

Foram coletados 166 molares hígidos extraídos. Após aprovação pela Comissão de Ética em pesquisa (2.851.586), os molares foram desinfetados em

solução de timol a 0,1% e armazenados em água deionizada por não mais que 6 meses. O terço oclusal foi removido com uma disco diamantado (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). Em seguida, o *smear layer* foi removida usando carbeto de silício de granulação 600 por 60 s.

Grupos Experimentais

Os molares (N= 166), foram divididos aleatoriamente em 18 condições experimentais ($n = 8$ dentes para resistência à microtração (μ TBS), nanoinfiltração (NI) e análise do grau de conversão *in situ* micro-raman (MRA) dentro da camada híbrida, de acordo com a combinação das variáveis independentes: (1) *Tratamento*: Dentina sadia; Lesão Erosiva Dentinária (LED); Primer + DMSO (LED + DMSO); Primer contendo 6,5% em peso de proantocianidina (LED + DMSO-PRO), Primer contendo 0,1% em peso riboflavina (LED + DMSO-RIB); (2) *Sistemas adesivos*: iBond Universal (Heraeus Kulzer; Hanau, Alemanha); Scotchbond Universal (SBU; 3M Oral Care; St Paul, MN, EUA); e (3) *estratégia adesiva*: estratégia condicionamento ácido (ER) ou autocondicionante(SE). Os materiais utilizados, os números de lote, a composição e os modos de aplicação estão detalhados na Tabela 1.

Cálculo do tamanho da amostra

O cálculo do tamanho da amostra foi realizado em um site gratuito, www.sealedenvelope.com. O tamanho da amostra foi determinado considerando-se o valor de μ TBS do SBU sobre dentina. A média e o desvio padrão da SBU relatados na literatura são de $49,8 \pm 5,3$ Mpa.⁵⁰

Para detectar uma diferença de 8 MPa entre os grupos testados a um nível de significância de 5%, um poder de 80%, e usando um teste de dois lados, o tamanho mínimo da amostra foi de 8 dentes por grupo.

Modelo de erosão

Antes do modelo erosivo, as áreas laterais e radiculares foram cobertas com esmalte de unha permitindo que a desmineralização erosiva ocorresse apenas na superfície oclusal. Os espécimes foram misturados em uma bebida de cola (Coca-Cola, pH 2,6) 4 vezes ao dia por 90 s cada (10 ml/espécime) por 5 dias. O refrigerante foi renovada após cada desmineralização erosiva. Em

seguida, os corpos de prova foram lavados em água deionizada (10 s) e imersos em solução remineralizante (pH 6,7, 10 ml/espécime) por 1 h, entre desmineralização erosiva. A solução remineralizante foi substituída diariamente. Os níveis de pH de todas as soluções foram verificados periodicamente.⁵⁰

Procedimentos restauradores

Após modelo erosivo, os dentes foram distribuídos de acordo com a combinação de variáveis. Para os grupos em que foi aplicado o primer do dimetilsulfóxido isolado ou combinado aos agentes de reticulação, os primers experimentais contendo DMSO foram feitos de acordo com Stape et al.,2016.²² Para isso, 50 µL de DMSO (Sigma-Aldrich; St. Louis, MO, EUA; pH 8,2) foram misturados a uma base de água a 50% (v/v) adicionada ou não a 6,5% em peso de proantocianidina ou 0,1% em peso riboflavina. Os primers eram renovados diariamente.

Para a estratégia de ER, o primer dimetilsulfóxido foi aplicado após o condicionamento ácido. Os dentes foram condicionados com ácido fosfórico a 37% (Condac, FGM Dental Products; Joinville, SC, Brasil) por 15 s, enxaguado e mantido levemente úmido. Para ambas as estratégias, os primers experimentais foram então aplicados utilizando um microbrush por 60 s (Brush, KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil). Um jato de ar foi usado por 5 a 10 s para remover o excesso. Para a aplicação do primer DMSO-RIB, as superfícies dentinárias foram fotoativadas utilizando-se uma fotopolimerizador a 1200 mW/cm² (Radii, SDI; Bayswater, Victoria, Austrália)⁵⁰ e seco com jatos de ar. Independente do grupo, a superfície dentinária foi mantida levemente úmida antes da aplicação do adesivo (Tabela 1).

Tabela 1. Sistema adesivo (número do lote), grupos, composição e modos de aplicação

Sistema adesivo (número do lote)	Grupos	Modo de aplicação	
		Etch and rinse	Sel-etch
iBond Universal - IBU; Heraeus Kulzer (010024)	Dentina sadia	1. Aplique o ácido por 15 s; 2. Enxaguar por 10 s; 3. Seque jato de ar por 5 s para manter a superfície ligeiramente úmida; 4. Aplique o adesivo	1. Mantenha a superfície dentinária ligeiramente úmida; 2. Aplique o adesivo em toda a preparação com uma microbrush e esfregue-o por 20 s; 3. Direcione um fluxo suave de ar sobre o líquido por cerca de 5 s até que ele não se mova mais completamente; 4. Fotopolimerização por 10 s a 1200 mW/cm ² .
	Lesão erosiva em dentina (LED)	1. Aplique o ácido por 15 s; 2. Enxaguar por 10 s; 3. Seque jato de ar por 5 s para manter a superfície ligeiramente úmida; 4. Aplique o adesivo	1. Mantenha a superfície dentinária ligeiramente úmida; 2. Aplique o adesivo em toda a preparação com uma microbrush e esfregue-o por 20 s; 3. Direcione um fluxo suave de ar sobre o líquido por cerca de 5 s até que ele não se mova mais completamente; 4. Fotopolimerização por 10 s a 1200 mW/cm ² .
	LED + DMSO	1. Aplique o ácido por 15 s; 2. Enxaguar por 10 s; 3. Seque jato de ar por 5 s para manter a superfície ligeiramente úmida; 4. Aplicação ativa de 50% de DMSO por 60 s; 5. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 6. Aplique adesivo sem DMSO.	1. Mantenha a superfície dentinária ligeiramente úmida; 2. Aplicação ativa de 50% de DMSO por 60 s; 3. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 4. Aplique adesivo sem DMSO.
	LED + DMSO-PRO	1. Aplique o ácido por 15 s; 2. Enxaguar por 10 s; 3. Jato de ar por 5 s para manter a superfície ligeiramente úmida; 4. Aplicação ativa de proantocianidina (extrato de semente de uva Proantocianidina 6,5% em peso, 50% DMSO) por 60 s; 5. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 6. Aplique adesivo sem DMSO.	1. Mantenha a superfície dentinária ligeiramente úmida; 2. Aplicação ativa de proantocianidina (extrato de semente de uva Proantocianidina 6,5% em peso, 50% DMSO) por 60 s; 3. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 4. Aplique adesivo
	LED + DMSO-RIB	1. Aplique o ácido por 15 s; 2. Enxaguar por 10 s; 3. Jato de ar por 5 s para manter a superfície ligeiramente úmida; 4. Aplicação ativa de riboflavina (Riboflavina 0,1% peso, 50% DMSO) por 60 s; 5. Fotopolimerização por 2 min; 6. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 7. Aplique adesivo sem DMSO.	1. Mantenha a superfície dentinária ligeiramente úmida; 2. Aplicação ativa de riboflavina (Riboflavina 0,1% peso, 50% DMSO) por 60 s; 3. Fotopolimerização por 2 min; 4. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 5. Aplique adesivo sem DMSO.
Scotchbond Universal - SBU; 3M Cuidados Orais (638367)	Dentina sadia	1. Aplique o ácido por 15 s; 2. Enxaguar por 10 s; 3. Jato de ar por 5 s para manter a superfície ligeiramente úmida;	1. Mantenha a superfície dentinária ligeiramente úmida; 2. Aplique o adesivo em toda a preparação e deixe intacto por 20 s; 3. Direcione um fluxo suave de ar sobre o líquido por aproximadamente 5 s até que ele não se mova mais e o solvente evapore completamente;

		4. Aplique o	4. Fotopolimerização por 10 s a 1200 mW/cm ² .
	Lesão erosiva em dentina (LED)	1. Aplique o ácido por 15 s; 2. Enxaguar por 10 s; 3. Jato de ar por 5 s para manter a superfície ligeiramente úmida; 4. Aplique o adesivo	1. Mantenha a superfície dentinária ligeiramente úmida; 2. Aplique o adesivo em toda a preparação e deixe intacto por 20 s; 3. Direcione um fluxo suave de ar sobre o líquido por aproximadamente 5 s até que ele não se mova mais e o solvente evapore completamente; 4. Fotopolimerização por 10 s a 1200 mW/cm ² .
	LED + DMSO	1. Aplique o ácido por 15 s. 2. Enxaguar por 10 s; 3. Jato de ar por 5 s para manter a superfície ligeiramente úmida. 4. Aplicação ativa de 50% de DMSO por 60 s; 5. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 6. Aplique adesivo sem DMSO.	1. Mantenha a superfície dentinária ligeiramente úmida; 2. Aplicação ativa de 50% de DMSO por 60 s; 3. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 4. Aplique adesivo sem DMSO.
	LED + DMSO-PRO	1. Aplique o ácido por 15 s. 2. Enxaguar por 10 s; 3. Jato de ar por 5 s para manter a superfície ligeiramente úmida. 4. Aplicação ativa de proantocianidina (extrato de semente de uva Proantocianidina 6,5% em peso, 50% DMSO) por 60 s; 5. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 6. Aplique adesivo sem DMSO.	1. Mantenha a superfície dentinária ligeiramente úmida; 2. Aplicação ativa de proantocianidina (extrato de semente de uva Proantocianidina 6,5% em peso, 50% DMSO) por 60 s; 3. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 4. Aplique adesivo como sem DMSO.
	LED + DMSO-RIB	1. Aplique o ácido por 15 s. 2. Enxaguar por 10 s; 3. Jato de ar por 5 s para manter a superfície ligeiramente úmida. 4. Aplicação ativa de riboflavina (Riboflavina 0,1% peso, 50% DMSO) por 60 s; 5. Fotopolimerização por 2 min; 6. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 7. Aplique adesivo sem DMSO.	1. Mantenha a superfície dentinária ligeiramente úmida; 2. Aplicação ativa de riboflavina (Riboflavina 0,1% peso, 50% DMSO) por 60 s; 3. Fotopolimerização por 2 min; 4. Jato de ar por 5 s mantém a superfície ligeiramente úmida; 5. Aplique adesivo como sem DMSO.

(*) Os materiais foram aplicados de acordo com as recomendações de seus respectivos fabricantes.

Abreviação: LED: lesão erosiva da dentina; DMSO: dimetil sulfoxido; PATC: proantocianidinas RIB: riboflavina-UVA

Os sistemas adesivos foram aplicados seguindo as recomendações do fabricante; além disso, a restauração com resina composta (Opallis, MGF, Joinville, Brasil) foram feitas em camadas de 2 mm cada, e fotoativada individualmente por 40s (Radii, SDI; Bayswater, Victoria, Austrália). Após 24 h, palitos de resina-dentina (área de seção transversal 0,8 mm²) foram preparados usando disco diamantado de baixa velocidade (Isomet, Buehler) e medidas por um paquímetro digital (Digimatic Caliper, Mitutoyo, Tóquio, Japão) para calcular a resistência de adesão em MPa. O número de palitos que apresentaram falha prematura (PF) durante o preparo da amostra foi registrado para cada dente.

Dois palitos com interface resina-dentina, por dente, de cada grupo experimental foram utilizados para avaliar o grau de conversão *in situ* dentro das camadas adesivas/híbridas. Três palitos por dente foram usados para avaliar a nanoinfiltração, e palitos restantes foram testados quanto à resistência à microtração.

Resistência à microtração (μ TBS)

Os palitos com interface resina-dentina foram fixados a garra de Geraldeli usando cola de cianoacrilato e submetidos a tensão (Instron, Instron Inc., Canton, EUA) de 1,0 mm/min até a ocorrência da fratura. Os valores de μ TBS (MPa) foi a divisão da área pela interface.

O modo de fratura dos palitos foi examinado com microscópio de luz com ampliação de 100X (Olympus SZ40, Tóquio, Japão) e categorizado em coesivo (C, falha exclusivamente dentro da dentina ou da restauração de resina) ou adesivo (A/M, falha na interface resina-dentina ou com falha coesiva parcial dos substratos vizinhos). Espécimes com fratura prematura (FP) foram incluídos na média dentária para análise estatística.

Análise da nanoinfiltração (NI)

Os palitos com a interface resina-dentina (n = 3 por cada dente) foram imersos em solução aquosa de nitrato de prata amoniacal, por 24 h, seguida de 8h em solução foto reveladora sob lâmpada fluorescente. Os espécimes foram lixados com papel Sic e polidos com pasta diamantada (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA).

As interfaces resina-dentina foram observadas utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo (VEGA 3 TESCAN, Shimadzu, Tóquio, Japão) a 15 kV com modo de retroespalhamento. A quantidade de NI dentro da camada adesiva, camada híbrida de cada palito foi medida em três regiões ($5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$) da. A aquisição das imagens e o cálculo da porcentagem de FP foi de acordo com Hass et al.,¹⁶ 2013. O software *Image J* foi utilizado para calcular a porcentagem de NI dentro das camadas híbridas de cada espécime.

Grau de conversão *in situ* por Micro-Raman (MRA)

Os palitos com a interface resina-dentina ($n = 2$ por cada dente) foram preparados conforme descrito anteriormente por Hass et al.,¹⁶ 2013. A análise do grau de conversão *in situ* foi medida na camada híbrida, dentro das interfaces adesivas utilizando um espectrôfotometro micro-Raman (microscópio XploRA ONE™ Raman, HORIBA Scientific, New Jersey, NY, EUA). Anteriormente, o espectrôfotometro micro-Raman foi calibrado para zero. O espectrôfotometro Raman foi configurado para usar um laser de diodo de 638 nm, objetiva de 100x, grade de 600 linhas/mm centrado entre 500 e 1800 cm^{-1} , usando potência de 100 mW, resolução espacial de aproximadamente $3\ \mu\text{m}$, resolução espectral de $5\ \text{cm}^{-1}$ e tempo de acumulação de 25 s com 3 co-adições. Os espectros foram adquiridos em 3 locais diferentes para cada espécime, no meio da camada híbrida, e os valores médios para fins estatísticos. O pós-processamento dos espectros foi realizado utilizando-se o OPUS Spectroscopy Software versão 6.5. A média dos valores foi utilizada para análise estatística e os espectros de adesivos não curados foram considerados como referências.

A razão entre o teor de ligação dupla do monômero e o polímero no adesivo foi quantificada pelo cálculo da razão derivada da absorção alifática C=C (vinil) ($1638\ \text{cm}^{-1}$) para os sinais aromáticos de absorção C=C ($1608\ \text{cm}^{-1}$) para amostras polimerizadas e não polimerizadas. O DC foi calculado, de acordo com a seguinte fórmula:

$$\text{DC (\%)} = (1 - [\text{R curado} / \text{R não curado}]) \times 100,$$

Onde "R" é a razão das intensidades de pico alifático a $1638\ \text{cm}^{-1}$ e aromático 1608

cm⁻¹ em adesivos curados e não curados, de acordo com Hass et al., 2013.¹⁶ Além disso, foram registrados os picos mais intensos observados para todos os materiais e a aderência química correspondente.

Modificação morfológica lateral e oclusal por modelo de erosão

A superfície oclusal e lateral foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura de 6 molares para esta proposta. Os dentes foram seccionados paralelamente à superfície oclusal com uma broca diamantada de baixa velocidade (IsoMet 1000; Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) sob água de resfriamento para expor a dentina coronal média. Em seguida, cada dente foi seccionado transversalmente na direção vestibulo-lingual para obter duas metades por dente (n = 12 espécimes). Para análise lateral da modificação morfológica, na metade dos dentes foi feito um sulco pré-cortado no lado pulpar para permitir a segmentação.

Os espécimes de cada dente foram divididos de acordo com a dentina hígida e dentina erosionada. Para permitir que a desmineralização erosiva ocorresse apenas na superfície oclusal, as áreas lateral e pulpar foram cobertas com duas camadas de verniz. Em seguida, os espécimes foram submetidos à desmineralização erosiva de acordo com a seção do modelo de erosão.

Após a desmineralização erosiva, as superfícies foram lavadas com água corrente por 30 segundos e secas com jato de ar por 5 segundos, mantendo a dentina úmida. Os espécimes foram tratados de acordo com Siqueira et al., 2018 e Kenshima et al., 2005^{38,23} e toda a superfície foi examinada em microscópio eletrônico de varredura (MIRA3 LM, Tescan Orsay Holding, Warrendale, PA, EUA). Três fotomicrografias de áreas oclusais e laterais representativas foram realizadas com ampliação de 5000X e 20.000X.

Análise estatística

O teste de Shapiro-Will foi empregado para avaliar se os dados desses testes seguiram uma distribuição normal. O teste de Barlett foi realizado para determinar a validade da suposição de variâncias iguais. A média de μ TBS (MPa), NI (%) e MRA (%) de todos os palitos do mesmo dente foi calculada em

média para fins estatísticos. Portanto, a unidade experimental neste estudo foi o dente. O valor atribuído aos espécimes de FPs foi de acordo com Folak et al., e Mehtala et al.^{16,33} Neste estudo, o valor foi de 4,2 MPa. As médias μ TBS (MPa), nanoinfiltração (%) e grau de conversão *in situ* (%) para cada grupo de teste resultaram da média dos sete dentes utilizados por grupo. Os dados de μ TBS (MPa), nanoinfiltração (%) e grau de conversão *in situ* (%) foram analisados por ANOVA de três fatores (tratamento vs. sistemas adesivos vs. estratégias adesivas) seguido de um teste de Tukey post-hoc com significância (alfa=0,05)

RESULTADOS

Resistência de ligação à microtração (μ TBS)

Aproximadamente 20-25 palitos de resina-dentina foram obtidos por dente, incluindo o FP. Em relação aos valores de μ TBS, o sistema adesivo não foi significativo, nem o fator estratégia adesiva (Tabela 2; $p = 0,58$ e $p = 0,81$, respectivamente). No entanto, os principais fatores tratamento ($p = 0,003$) e adesivo ($p = 0,001$) foram estatisticamente significativos (Tabela 2). Um valor significativamente menor de μ TBS foi observado na dentina erodida (controle) em comparação com os grupos de dimetilsulfóxido (Tabela 2; $p = 0,003$). No entanto, um aumento significativo nos valores de resistência de união à microtração foi observado quando DMSO foi combinado com proantocianidina (LED + DMSO-PATC) e riboflavina-UVA (LED + DMSO-RIB) em comparação com apenas DMSO (LED + DMSO) (Tabela 2; $p = 0,003$). Normalmente, o SBU apresentou valores de μ TBS maiores em relação ao IBU (Tabela 2; $p = 0,001$).

Tabela 2. Médias e desvios-padrão dos valores de resistência de ligação resina-dentina, bem como análise estatística (MPa) para todos os grupos experimentais (*).

Sistemas adesivos	Tratamento									
	Dentina sadia		LED		LED + DMSO		LED + DMSO-PRO		LED + DMSO-RIB	
	ER	SE	ER	SE	ER	SE	ER	SE	ER	SE
IBU	37,3 ± 2,9	36,3 ± 1,2	22.6 ± 4.1	24,9 ± 3,7	32.1 ± 3.1	33.2 ± 3.6	36,1 ± 4,2	35,3 ± 2,8	38,5 ± 2,9	37,1 ± 4,1
			D	D	C	C	B	B	B	B
	48,0 ± 4. 8	48. 3 ± 4,6	32,6 ± 3,9	28,3 ± 2,9 C,	38,2 ± 3,5	38,4 ± 3,2	45,4 ± 3,5	42.3 ± 3.2	47.2 ± 3.4	45,5 ± 4,3
SBU			C	D	B	B	A	A	A	A

(*) Letras diferentes são diferenças de médias estatisticamente significativas entre os grupos (ANOVA de três vias; Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Abreviaturas: LED: lesão erosiva dentina; DMSO: dimetil sulfoxido; PRO: proantocianidinas RIB: riboflavina-UVA; ER: Etch-and-rinse, SE: Self-etch

O modo de fratura mais comum observado foi adesivo/misto para todos os grupos experimentais (Tabela 3). Para a dentina sadia, 99% das falhas foram consideradas A/M e apenas 1% foram PF (Tabela 3). Para dentina erosionada, observou-se maior quantidade de FP (26%) (Tabela 3). Quando a dentina erosionada foi tratada com DMSO ou combinada com proantocianidina (LED + DMSO-PRO) e riboflavina-UVA (LED+ DMSO-RIB), apenas 2% de FP foram observados (Tabela 3).

Tabela 3. Número de espécimes (%) de acordo com o modo de fratura.

Tratamento (**)																																
Dentina sadia						LED						LED + DMSO						LED + DMSO-PRO						LED+ DMSO-RIB								
ER			SE			ER			SE			ER			SE			ER			SE			ER			SE					
A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP
IBU	139	0	1	125	0	1	120	0	4	120	0	9	137	0	3	129	0	1	136	4	0	143	1	0	133	3	1	128	0	4		
	(99)	(0)	(1)	(99)	(0)	(1)	(95)	(0)	(5)	(93)	(0)	(7)	(98)	(0)	(2)	(99)	(0)	(1)	(97)	(3)	(0)	(99)	(1)	(0)	(97)	2)	(1)	(97)	(0)	(3)		
SBU	130	0	0	127	0	0	122	0	8	139	0	6	144	0	6	154	0	6	145	0	0	152	0	0	152	1	1	142	1	0		
	(100)	(1)	(0)	(100)	(0)	(0)	(94)	(0)	(6)	(96)	(0)	(4)	(96)	(0)	(4)	(96)	(0)	(4)	(100)	(0)	(0)	(100)	(0)	(0)	(98)	1)	(1)	(99)	(1)	(0)		

Abreviaturas: ER: Etch-and-rinse; SE: Sel-etch; A/M: modo de fratura adesiva/mista; C: modo de fratura coesiva; PF: falhas prematuras

Análise de nanoinfiltração (NI)

Nem o sistema adesivo nem o fator principal estratégia adesiva não foram significativos (Tabela 4; $p = 0,51$ e $p = 0,75$, respectivamente). Por outro lado, tratamento ($p = 0,03$) e adesivo ($p = 0,02$), como fatores principais, foram considerados estatisticamente significativos (Tabela 4). Um valor de NI significativamente maior foi observado na dentina erosionada em comparação com os grupos de dimetilsulfóxido (Tabela 4; $p = 0,03$). Em contraste, a aplicação de DMSO diminuiu os valores de infiltração de nitrato de prata na dentina erosionada, independentemente combinado com proantocianidinas (LED + DMSO-PATC) e riboflavina-UVA (LED + DMSO-RIB) (Tabela 4; $p = 0,03$). No entanto, a adição de proantocianidinas (LED + DMSO-PATC) e riboflavina-UVA (LED + DMSO-RIB) não diminuiu significativamente os valores de infiltração de nitrato de prata em comparação com apenas a aplicação de DMSO (LED + DMSO) (Tabela 4; $p > 0,05$). Para todas as comparações, o SBU apresentou valores de SNP menores em relação ao IBU (Tabela 4; $p = 0,02$).

Tabela 4. Médias e desvios-padrão dos valores de infiltração do nitrato de prata (NI), bem como análise estatística para todos os grupos experimentais (*).

Sistemas adesivos	Tratamento									
	Dentina sadia		LED		LED + DMSO		LED + DMSO-PRO		LED + DMSO-RIB	
	ER	SE	ER	SE	ER	SE	ER	SE	ER	SE
IBU	8,6 ± 1,7	8,8 ± 1,5	22,7 ± 3,9	20,9 ± 3,2	17,4 ± 3,2	16,8 ± 2,7	16,0 ± 3,2 B	15,5 ± 2,1	16,8 ± 2,0	15,9 ± 2,0
			C	C	B	B		B	B	B
SBU	7,8 ± 1,4	7,3 ± 1,2	15,3 ± 3,1	17,5 ± 3,4	12,1 ± 4,1	11,2 ± 3,2	10,2 ± 2,0	8,9 ± 2,5	9,3 ± 3,4	8,1 ± 1,4
			B	B	A	A	A	A	A	A

(*) Letras diferentes são diferenças de médias estatisticamente significativas entre os grupos (ANOVA de três vias; Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Abreviação: LED: lesão erosiva dentina; DMSO: dimetil sulfóxido; PRO: proantocianidinas RIB: riboflavina-UVA; ER: Etch-and-rinse, SE: Self-etch

Grau de conversão *in situ* por análise Micro-Raman (MRA)

Em relação aos valores do grau de conversão *in situ*, o sistema adesivo e o fator principal estratégia adesiva não foram significativos (Tabela 5; $p = 0,38$ e $p = 0,70$, respectivamente). No entanto, os principais fatores tratamento e adesivo foram considerados estatisticamente significativos (Tabela 5; $p = 0,01$ para ambas as comparações). Um grau de conversão *in situ* significativamente menor foi observado em dentina erosionada em comparação com grupos de dimetilsulfóxido (Tabela 5; $p = 0,01$), enquanto a aplicação de DMSO aumentou os valores de MRA em dentina erosionada, independentemente da combinação com proantocianidina (LED + DMSO-PRO) e riboflavina-UVA (LED + DMSO-RIB) (Tabela 5; $p = 0,01$). Além disso, nos resultados de MRA, a adição de proantocianidina (LED + DMSO-PRO) e riboflavina-UVA (LED + DMSO-RIB) não aumentou significativamente os valores de MRA em comparação com a aplicação de DMSO sozinho (LED + DMSO) (Tabela 5; $p > 0,05$). Em todas as comparações, o SBU apresentou maiores valores de MRA em relação ao IBU (Tabela 5; $p = 0,01$).

Tabela 5. Médias e desvios-padrão do grau de conversão in situ por valores micro-raman (%), bem como análise estatística para todos os grupos experimentais (*)

Sistemas adesivos	Tratamento									
	Dentina sadia		LED		LED+ DMSO		LED + DMSO-PRO		LED + DMSO-RIB	
	ER	SE	ER	SE	ER	SE	ER	SE	ER	SE
IBU	55,4 ± 2,1	52,7 ± 3,2	42.1 ± 3.2	44.2 ± 2.7	50,1 ± 2,2	51,1 ± 3,2	51,2 ± 0,6	50,9 ± 0,5	51,0 ± 0,2	50,8 ± 0,9
			C	C	B	B	B	B	B	B
SBU	62,6 ± 2,4	59,8 ± 2,7	50,2 ± 3,4	52.1 ± 2.7	60,5 ± 2,1	61,9 ± 3,1	60,6 ± 0,3	60,4 ± 0,7	60,7 ± 0,2	60,9 ± 0,2
			B	B	a	A	a	A	A	A

(*) Letras diferentes são diferenças de médias estatisticamente significativas entre os grupos (ANOVA de três vias; Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Abreviação: LED: lesão erosiva dentina; DMSO: dimetil sulfóxido; PRO: proantocianidinas RIB: riboflavina-UVA; ER: Etch-and-rinse, SE: Self-etch

DISCUSSÃO

Os resultados apresentados neste estudo mostraram que a aplicação de dimetilsulfóxido como primer adicional antes de um procedimento adesivo em dentina erosionada aumentou significativamente a resistência de união à microtração e o grau de conversão *in situ*, bem como diminuiu os valores de infiltração do nitrato de prata em comparação com o LED do grupo controle.

Conforme mencionado na introdução, o desgaste dentário erosivo tem como uma das principais causas a mudança dos hábitos alimentares resultando no aumento da ingestão de alimentos ácidos/erosivos.³⁶ como e refrigerantes e energéticos. E esses alimentos erosivos, promovem a desmineralização e dissolução do componente mineral, e a progressão contínua induz a formação de uma zona densa, a rede fibrosa de colágeno⁴⁹. Ocorre um aumento da perda de periodicidade do colágeno na matriz de colágeno³⁷, e esses espaços entre as fibrilas de colágeno são ocupados por água⁴⁹

Todas essas características impedem a infiltração adequada dos monômeros adesivos na dentina erosionada subjacente.^{56,45,46} Portanto, a camada híbrida formada na dentina erosionada poderia resultar em áreas de predominância hidrofílica e zonas desmineralizadas com fibrilas de colágeno incompletamente encapsuladas por monômeros de resina⁴⁹, levando à formação de uma camada híbrida estruturalmente imperfeita e altamente porosa.⁴⁹. Essas características afetam significativamente o desempenho de colagem de sistemas adesivos em LED.^{56,45,46} Esses resultados também podem ser confirmados pela maior quantidade de falha prematura para o grupo LED quando comparado com a dentina hígida.

O DMSO é um solvente ideal para fins médicos com uma capacidade especial de penetrar na superfície biológica.²⁹ Devido a essa característica, o dimetilsulfóxido tem sido recomendado para aumentar a infiltração do adesivo na matriz de colágeno exposta⁴⁷ e, conseqüentemente, aumentar significativamente os valores de μ TBS em comparação com um grupo LED (assim como observado por vários autores) em dentina hígida.⁴⁷

Além disso, o DMSO é um solvente especial que dissolve compostos apolares e polares. É uma molécula polifuncional com um grupo S=O altamente polar e dois grupos hidrofóbicos. A carga parcial negativa do átomo de oxigênio da molécula de DMSO favorece a formação de pontes de hidrogênio com as moléculas de água ⁴⁷, reduzindo assim a tendência auto associativa da água. Além disso, levando em consideração a infiltração do nitrato de prata dentro da camada híbrida que representa regiões interfaciais ricas em água, a interação entre DMSO e água pode ser responsável pelos menores valores de infiltração do nitrato de prata quando comparado ao grupo LED, conforme observado em dentina sadia. ⁴⁷

Uma vez que o dimetil sulfóxido reduz o número de moléculas de água aprisionadas entre as cadeias poliméricas, seria esperado um aumento no grau de conversão ⁴⁷, conforme observado no presente estudo.

No entanto, apesar da melhora no desempenho de união promovida pelo dimetilsulfóxido em uma interface resina-dentina erosionada, não há efeito de reticulação reforçando as propriedades mecânicas da matriz dentinária.⁴ Assim, este é o primeiro estudo avaliando o efeito da combinação de DMSO com agentes reticuladores de colágeno no desempenho de união de adesivos universais em dentina erosionada.

Os resultados deste estudo mostraram que a combinação de DMSO com RIB ou PRO promoveu um aumento significativo dos valores de resistência de união à microtração em relação ao grupo controle ou mesmo quando apenas o DMSO foi aplicado, levando à aceitação da primeira hipótese nula. Um aumento nos valores de resistência de união ocorreu para todos os grupos dimetilsulfóxido. No entanto, esse aumento foi muito mais pronunciado nos agentes de reticulação combinados com DMSO (aumento de 33% em média) em comparação com apenas DMSO (aumento de 25% em média).

Essa melhora na resistência de união pode ser atribuída ao efeito de reticulação de ambos os agentes reticuladores de colágeno usados no presente estudo. A riboflavina é um conhecido agente de reticulação de colágeno quando combinada com luzes UVA ou luzes de LED. Devido ao efeito de reticulação foto-oxidativa, a riboflavina mostrou estabilidade e resistência à degradação do

colágeno através do aumento das propriedades mecânicas do colágeno da dentina. Por outro lado, as proantocianidinas melhoram as propriedades biomecânicas das fibrilas de colágeno por meio de vários mecanismos químicos, que produzem reticulação de colágeno. Este aumento das propriedades mecânicas do colágeno também refletiu no aumento das falhas A/M neste grupo experimental quando comparado ao LED.⁴⁷

No entanto, a combinação de dimetilsulfóxido com RIB ou PRO não afetou significativamente os valores de NI ou grau de conversão *in situ*, levando à rejeição da segunda e terceira hipóteses nulas. Esses resultados eram esperados, pois os agentes de reticulação de colágeno aqui testados não podem alterar a propriedade hidrofílica do adesivo, nem melhorar a evaporação do adesivo ou produzir camadas adesivas pouco permeáveis ⁴⁷. Além disso, devido ao tamanho molecular de substâncias orgânicas como RIB e proantocianidinas, a dissolução em solventes polares é difícil, limitando a infiltração adequada dentro da matriz de colágeno desmineralizada ⁴.

Na verdade, alguns agentes de reticulação de colágeno têm potencial para reduzir a polimerização de sistemas adesivos. Por exemplo, proantocianidinas doam íons H⁺ para radicais livres e inibem a iniciação e propagação do processo de polimerização. Entretanto, em concentrações tão baixas quanto as utilizadas, as proantocianidinas não interferiram no grau de conversão, como observado anteriormente em estudos *in vitro* ^{46,47}.

Por outro lado, este estudo forneceu evidências de melhor desempenho do SBU do que do IBU para todas as comparações. Isso está de acordo com Jacker-Guhr et al., 2019²⁰. De acordo com este estudo, devido à presença de acetona e ausência de HEMA, a aplicação de IBU necessita de um protocolo rígido quanto ao correto gerenciamento de umidade²⁰, principalmente porque os adesivos universais livres de HEMA são mais suscetíveis à separação de fases na interface adesiva²⁰.

Em termos de estratégia SE, vale ressaltar que o IBU é um adesivo ácido intermediário forte em comparação com o SBU que é um adesivo levemente ácido. Segundo Van Meerbeek et al., 2020⁵², o desempenho adesivo mais favorável em dentina foi obtido com adesivos suaves; adesivos fortes

intermediários mostraram mais zonas de dentina parcialmente desmineralizada, mas não infiltrada abaixo das camadas híbridas, como observado nos resultados NI do presente estudo. Essas áreas são consideradas locais de mecanismos potenciais de degradação com esses adesivos fortes intermediários.⁵²

Os resultados do presente estudo podem promover o desenvolvimento de novas estratégias para melhorar o desempenho da adesão à dentina erosionada. No entanto, μ TBS e avaliações químicas de interfaces adesivas podem fornecer apenas informações limitadas relacionadas às interações desses agentes de reticulação de colágeno na dentina erosionada. Assim, mais investigações são necessárias para apresentar as reais vantagens da combinação de dimetilsulfóxido com agentes de reticulação, especialmente após longo período de armazenamento em água.

Em conclusão, a aplicação da combinação de DMSO com agentes reticuladores de colágeno contribuiu para aumentar o μ TBS e o grau de conversão *in situ* com uma redução significativa da infiltração de nitrato de prata na dentina da lesão erosiva.

REFERÊNCIAS

- 1-Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dent Mater.* 2017;33(2):133-43
- 2-Bartlett DW, Lussi A, West NX, Bouchard P, Sanz M, Bourgeois D. Prevalence of tooth wear on buccal and lingual surfaces and possible risk factors in young European adults. *Journal of dentistry.* 2013;41(11):1007-13
- 3-Bedran-Russo AK, Pashley DH, Agee K, Drummond JL, Miescke KJ. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008;86(2):330-4.
- 4-Bedran-Russo AK, Pauli GF, Chen SN, McAlpine J, Castellan CS, Phansalkar RS, et al. Biomodificação dentina: estratégias, recursos renováveis e aplicações clínicas. *Dent Mater.* 2014;30(1):62-76.
- 5-Bedran-Russo A, Leme-Kraus AA, Vidal CMP, Teixeira EC. Uma visão geral dos sistemas adesivos dentários e da interface dinâmica dente-adesivo. *Dent Clin North Am.* 2017;61(4):713-31)
- 6-Belmar da Costa M, Delgado AHS, Pinheiro de Melo T, Amorim T, Mano Azul A. Analysis of laboratory adhesion studies in eroded enamel and dentin: a scoping review. *Biomaterial investigations in dentistry.* 2021;8(1):24-38.
- 7-Blatz MB, Chiche G, Bahat O, Roblee R, Coachman C, Heymann HO. Evolução da Odontologia Estética. *J Dent Res.* 2019;98(12):1294-304.)
- 8-Breschi L, Gobbi P, Mazzotti G, Falconi M, Ellis TH, Stangel I. High resolution SEM evaluation of dentin etched with maleic and citric acid. *Dent Mater.* 2002;18(1):26-35.

9-Butler WT. Proteínas da matriz dentinária e dentinogênese. *Connect Tissue Res.* 1995;33(1-3):59-65.)

10- Cardenas AFM, Araujo LCR, Szesz AL, de Jesus Tavares RR, Siqueira FSF, Reis A, Loguercio AD. Influence of Application of Dimethyl Sulfoxide on the Bonding Properties to Eroded Dentin. *J Adhes Dent.* 2021 Dec 3;23(6):589-598. doi: 10.3290/j.jad.b2287671. PMID: 34817974.

11- Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K, et al. Bonding of universal adhesives to dentine--Old wine in new bottles? *J Dent.* 2015;43(5):525-36.

12- Cruz JB, Bonini G, Lenzi TL, Imparato JC, Raggio DP. Bonding stability of adhesive systems to eroded dentin. *Brazilian oral research.* 2015;29.

13- De Brito, G.; Silva, DO.; Macedo, RFC.; Ferreira, MWC. et al. Does the application of additional hydrophobic resin to universal adhesives increase bonding longevity of eroded dentin? *Polymers (Basel).* 2022;14

14- De Rossi, GRC.; Ozcan, M.; Volpato, CAM. How to improve bond stability to eroded dentin: a comprehensive review. *Journal of Adhesion Science and Technology.* 2021; 35

15- Devadiga D, Shetty P, Hegde MN. Characterization of dynamic process of carious and erosive demineralization - an overview. *Journal of conservative dentistry : JCD.* 2022;25(5):454

16- Follak AC, Ilha BD, Oling J, Savian T, Rocha RO, Soares FZM. Clinical behavior of universal adhesives in non-carious cervical lesions: A randomized clinical trial. *J Dent.* 2021;113:103747.

17- Haj-Ali R, Walker M, Williams K, Wang Y, Spencer P. Histomorphologic characterization of noncarious and caries-affected dentin/adhesive interfaces. *Journal of prosthodontics : official journal of the American College of Prosthodontists.* 2006;15(2):82-8.

18-Hass V, Dobrovolski M, Zander-Grande C, Martins GC, Gordillo LA, Rodrigues Accorinte Mde L, et al. Correlation between degree of conversion, resin-dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater.* 2013;29(9):921-8.

19-Hiraishi N, Tochio N, Kigawa T, Otsuki M, Tagami J. Monomer-collagen interactions studied by saturation transfer difference NMR. *J Dent Res.* 2013;92(3):284-8.

20-Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How "Universal" is Adhesion? Shear Bond Strength of Multi-mode Adhesives to Enamel and Dentin. *The journal of adhesive dentistry.* 2019;21(1):87-95)

21- Jaeggi T, Grüninger A, Lussi A. Restorative therapy of erosion. *Monographs in oral science.* 2006; 20:200-14.

22-Jin X, Han F, Wang Q, Yuan X, Zhou Q, Xie H, et al. The roles of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate and its calcium salt in preserving the adhesive-dentin hybrid layer. *Dent Mater.* 2022;38(7):1194-205difference NMR. *J Dent Res.* 2013;92(3):284-8.

23-Jin X, Han F, Wang Q, Yuan X, Zhou Q, Xie H, et al. The roles of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate and its calcium salt in preserving the adhesive-dentin hybrid layer. *Dent Mater.* 2022;38(7):1194-205.

24-Kanzow P, Wegehaupt FJ, Attin T, Wiegand A. Etiologia e patogênese da erosão dentária. *Quintessência Int.* 2016;47(4):275-8)

25-Kharouf N, Mancino D, Naji-Amrani A, Eid A, Haikel Y, Hemmerle J. Effectiveness of Etching by Three Acids on the Morphological and Chemical Features of Dentin Tissue. *The journal of contemporary dental practice.* 2019;20(8):915-9.

26-Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomez N, Tancredo Lde L, Filho LE, Nogueira FN, et al. Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive

- systems on the bond strength and gap formation to dentin. *J Adhes Dent*. 2005;7(2):117-26.
- 27- Luque-Martinez IV, Perdigão J, Muñoz MA, Sezinando A, Reis A, Loguercio AD. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dent Mater*. 2014;30(10):1126-35.
- 28- Lussi A, Schlueter N, Rakhmatullina E, Ganss C. Erosão dentária - uma visão geral com ênfase em aspectos químicos e histopatológicos. *Pesquisa de cárie*. 2011;45 Suppl 1:2-12.
- 29- Marren K. Dimetilsulfóxido: um potenciador de penetração eficaz para a administração tópica de AINEs. *Phys Sportsmed*. 2011;39(3):75-82.)
- 30- Masarwa N, Mohamed A, Abou-Rabii I, Abu Zaghlan R, Steier L. Longevity of Self-etch Dentin Bonding Adhesives Compared to Etch-and-rinse Dentin Bonding Adhesives: A Systematic Review. *The journal of evidence-based dental practice*. 2016;16(2):96-106.
- 31- Mazzoni A, Tjäderhane L, Checchi V, Di Lenarda R, Salo T, Tay FR, et al. Role of dentin MMPs in caries progression and bond stability. *J Dent Res*. 2015;94(2):241-51.
- 32- Meurman JH, Drysdale T, Frank RM. Experimental erosion of dentin. *Scandinavian journal of dental research*. 1991;99(6):457-62.
- 33- Mehtala P, Agee K, Breschi L, Pashley DH, Tjäderhane L. O solvente proprietário aumenta a molhabilidade da dentina. *Materiais Odontológicos*. 2010;26:e12–e3.
- 34- Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Propriedades de colagem imediata de adesivos universais à dentina. *J Dent*. 2013;41(5):404-11.
- 35- Muñoz MA, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha NH, et al. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Operative dentistry*. 2015;40(3):282-92.)

- 36-Perdigão J, Loguercio AD. Adesivos universais ou multimodo: por que e como? A revista de odontologia adesiva. 2014;16(2):193-4.
- 37-Reis A, Grande RH, Oliveira GM, Lopes GC, Loguercio AD. A 2-year evaluation of moisture on microtensile bond strength and nanoleakage. Dent Mater. 2007;23(7):862-70.
- 38-Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. J Dent. 2015;43(7):765-76.
- 39-Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. Operative dentistry. 1995;20(1):18-25.
- 40-Sano H. Microtensile testing, nanoleakage, and biodegradation of resin-dentin bonds. J Dent Res. 2006;85(1):11-4.
- 41-Schlueter N, Luka B. Desgaste dentário erosivo - uma revisão sobre a prevalência global e sobre a sua prevalência em grupos de risco. Br Dent J. 2018;224(5):364-70
- 42-Shen J, Xie H, Wang Q, Wu X, Yang J, Chen C. Evaluation of the interaction of chlorhexidine and MDP and its effects on the durability of dentin bonding. Dent Mater. 2020;36(12):1624-34.
- 43-Siqueira FSF, Cardenas AM, Ocampo JB, Hass V, Bandeca MC, Gomes JC, et al. Bonding Performance of Universal Adhesives to Eroded Dentin. The journal of adhesive dentistry. 2018;20(2):121-32.)

- 44- Siqueira F, Cardenas A, Gomes GM, Chibinski AC, Gomes O, Bandeca MC, et al. Thre-year effects of deproteinization on the in vitro durability of resin/dentin-eroded interfaces. *Oper Dent*. 2018;43(1):60-70.
- 45- Siqueira FSF, Hilgemberg B, Araújo LCR, Hass V, Bandeca MC, Reis A, et al. *J Adhes Dent*. 2019;21(2):149-58
- 46- de Siqueira FSF, Hilgemberg B, Araujo LCR, Hass V, Bandeca MC, Gomes JC, et al. Melhorando a ligação à dentina erodida usando agentes de reticulação de colágeno: 2 anos de armazenamento de água. *Clin Oral Investig*. 2020;24(2):809-22.
- 47- Stape TH, Tjaderhane L, Tezvergil-Mutluay A, Yanikian CR, Szesz AL, Loguercio AD, et al. Otimização da ligação dentinária usando a estratégia de ligação úmida de dimetilsulfóxido: um estudo in vitro de 2 anos. *Dent Mater*. 2016;32(12):1472-81.
- 48- Tian FC, Wang XY, Huang Q, Niu LN, Mitchell J, Zhang ZY, et al. Effect of nanolayering of calcium salts of phosphoric acid ester monomers on the durability of resin-dentin bonds. *Acta biomaterialia*. 2016;38:190-200.
- 49- Tjaderhane L, Buzalaf MA, Carrilho M, Chaussain C. Metaloproteinases de matriz e outras proteinases de matriz em relação à cariologia: a era da «degradómica da dentina». *Cárie Res*. 2015;49(3):193-208).
- 50- Toledano M, Yamauti M, Osorio E, Osorio R. Zinc-inhibited MMP-mediated collagen degradation after different dentine demineralization procedures. *Caries research*. 2012;46(3):201-7.
- 51- Toledano M, Aguilera FS, Yamauti M, Ruiz-Requena ME, Osorio R. In vitro load-induced dentin collagen-stabilization against MMPs degradation. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*. 2013;27:10-8.

52- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. The journal of adhesive dentistry. 2020;22(1):7-34.

53- Wiegand A, Lechte C, Kanzow P. Adhesion to eroded enamel and dentin: systematic review and meta-analysis. Dent Mater. 2021;37(12):1845-53.

54- Yoshihara K, Yoshida Y, Nagaoka N, Fukegawa D, Hayakawa S, Mine A, et al. Nano-controlled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction. Acta biomaterialia. 2010;6(9):3573-82.

55- Yoshihara K, Nagaoka N, Okihara T, Kuroboshi M, Hayakawa S, Maruo Y, et al. Functional monomer impurity affects adhesive performance. Dent Mater. 2015;31(12):1493-501.

56- Zimmerli B, De Munck J, Lussi A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Long-term bonding to eroded dentin requires superficial bur preparation. Clin Oral Investig. 2012;16(5):1451-61.

57-3M. Safety Data Sheet: 3M™ Adper™ Single Bond.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

A dentina erosionada teve os menores valores de μ TBS e os maiores valores de NI quando comparados com dentina sadia, e esses valores foram ainda mais significativos quando a dentina foi erosionada com ácido cítrico. E o uso de adesivos contendo MDP, parece ser essencial para manter a adesão em dentina erosionada ao longo do tempo.

Após 6 anos de armazenamento, os adesivos FBU, PUB, PBE e XEN apresentaram um desempenho adesivo inferior, independente do substrato.

O DMSO juntamente com os agentes reticuladores de colágeno contribuiu para aumentar o μ TBS e o grau de conversão in situ com uma redução significativa da infiltração de nitrato de prata na dentina da lesão erosiva.

REFERÊNCIAS

- 1-Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dent Mater.* 2017;33(2):133-43
- 2-Bartlett DW, Lussi A, West NX, Bouchard P, Sanz M, Bourgeois D. Prevalence of tooth wear on buccal and lingual surfaces and possible risk factors in young European adults. *Journal of dentistry.* 2013;41(11):1007-13
- 3-Bedran-Russo AK, Pashley DH, Agee K, Drummond JL, Miescke KJ. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008;86(2):330-4.
- 4-Bedran-Russo AK, Pauli GF, Chen SN, McAlpine J, Castellan CS, Phansalkar RS, et al. Biomodificação dentina: estratégias, recursos renováveis e aplicações clínicas. *Dent Mater.* 2014;30(1):62-76.
- 5-Bedran-Russo A, Leme-Kraus AA, Vidal CMP, Teixeira EC. Uma visão geral dos sistemas adesivos dentários e da interface dinâmica dente-adesivo. *Dent Clin North Am.* 2017;61(4):713-31)
- 6-Belmar da Costa M, Delgado AHS, Pinheiro de Melo T, Amorim T, Mano Azul A. Analysis of laboratory adhesion studies in eroded enamel and dentin: a scoping review. *Biomaterial investigations in dentistry.* 2021;8(1):24-38.
- 7-Blatz MB, Chiche G, Bahat O, Roblee R, Coachman C, Heymann HO. Evolução da Odontologia Estética. *J Dent Res.* 2019;98(12):1294-304.)
- 8-Breschi L, Gobbi P, Mazzotti G, Falconi M, Ellis TH, Stangel I. High resolution SEM evaluation of dentin etched with maleic and citric acid. *Dent Mater.* 2002;18(1):26-35.
- 9-Butler WT. Proteínas da matriz dentinária e dentinogênese. *Connect Tissue Res.* 1995;33(1-3):59-65.)

10- Cardenas AFM, Araujo LCR, Szesz AL, de Jesus Tavares RR, Siqueira FSF, Reis A, Loguercio AD. Influence of Application of Dimethyl Sulfoxide on the Bonding Properties to Eroded Dentin. *J Adhes Dent*. 2021 Dec 3;23(6):589-598. doi: 10.3290/j.jad.b2287671. PMID: 34817974.

11- Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K, et al. Bonding of universal adhesives to dentine--Old wine in new bottles? *J Dent*. 2015;43(5):525-36.

12- Cruz JB, Bonini G, Lenzi TL, Imparato JC, Raggio DP. Estabilidade de colagem de sistemas adesivos à dentina erodida. *Pesquisa oral brasileira*. 2015;29.)

13- De Brito, G.; Silva, DO.; Macedo, RFC.; Ferreira, MWC. et al. Does the application of additional hydrophobic resin to universal adhesives increase bonding longevity of eroded dentin? *Polymers (Basel)*, 14, n. 13, Jun 30 2022.

14- De Rossi, GRC.; Ozcan, M.; Volpato, CAM. How to improve bond stability to eroded dentin: a comprehensive review. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 35, n. 10, p. 1015-1034, 2021/05/19 2021.

15- Devadiga D, Shetty P, Hegde MN. Characterization of dynamic process of carious and erosive demineralization - an overview. *Journal of conservative dentistry : JCD*. 2022;25(5):454-

16- Follak AC, Ilha BD, Oling J, Savian T, Rocha RO, Soares FZM. Clinical behavior of universal adhesives in non-carious cervical lesions: A randomized clinical trial. *J Dent*. 2021;113:103747.

17- Haj-Ali R, Walker M, Williams K, Wang Y, Spencer P. Histomorphologic characterization of noncarious and caries-affected dentin/adhesive interfaces. *Journal of prosthodontics: official journal of the American College of Prosthodontists*. 2006;15(2):82-8.

- 18- Hass V, Dobrovolski M, Zander-Grande C, Martins GC, Gordillo LA, Rodrigues Accorinte Mde L, et al. Correlation between degree of conversion, resin-dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*. 2013;29(9):921-8.
- 19- Hiraishi N, Tochio N, Kigawa T, Otsuki M, Tagami J. Monomer-collagen interactions studied by saturation transfer difference NMR. *J Dent Res*. 2013;92(3):284-8.
- 20- Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How "Universal" is Adhesion? Shear Bond Strength of Multi-mode Adhesives to Enamel and Dentin. *The journal of adhesive dentistry*. 2019;21(1):87-95)
- 21- Jaeggi T, Grüniger A, Lussi A. Restorative therapy of erosion. *Monographs in oral science*. 2006;20:200-14.
- 22- Jin X, Han F, Wang Q, Yuan X, Zhou Q, Xie H, et al. The roles of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate and its calcium salt in preserving the adhesive-dentin hybrid layer. *Dent Mater*. 2022;38(7):1194-205
- 23- Jin X, Han F, Wang Q, Yuan X, Zhou Q, Xie H, et al. The roles of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate and its calcium salt in preserving the adhesive-dentin hybrid layer. *Dent Mater*. 2022;38(7):1194-205.
- 24- Kanzow P, Wegehaupt FJ, Attin T, Wiegand A. Etiologia e patogênese da erosão dentária. *Quintessência Int*. 2016;47(4):275-8)
- 25- Kharouf N, Mancino D, Naji-Amrani A, Eid A, Haikel Y, Hemmerle J. Effectiveness of Etching by Three Acids on the Morphological and Chemical Features of Dentin Tissue. *The journal of contemporary dental practice*. 2019;20(8):915-9.
- 26- Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomez N, Tancredo Lde L, Filho LE, Nogueira FN, et al. Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin. *J Adhes Dent*. 2005;7(2):117-26.

- 27-Luque-Martinez IV, Perdigão J, Muñoz MA, Sezinando A, Reis A, Loguercio AD. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dent Mater*. 2014;30(10):1126-35.
- 28-Lussi A, Schlueter N, Rakhmatullina E, Ganss C. Erosão dentária - uma visão geral com ênfase em aspectos químicos e histopatológicos. *Pesquisa de cárie*. 2011;45 Suppl 1:2-12.
- 29-Marren K. Dimetilsulfóxido: um potenciador de penetração eficaz para a administração tópica de AINEs. *Phys Sportsmed*. 2011;39(3):75-82.)
- 30-Masarwa N, Mohamed A, Abou-Rabii I, Abu Zaghlan R, Steier L. Longevity of Self-etch Dentin Bonding Adhesives Compared to Etch-and-rinse Dentin Bonding Adhesives: A Systematic Review. *The journal of evidence-based dental practice*. 2016;16(2):96-106.
- 31-Mazzoni A, Tjäderhane L, Checchi V, Di Lenarda R, Salo T, Tay FR, et al. Role of dentin MMPs in caries progression and bond stability. *J Dent Res*. 2015;94(2):241-51.
- 32-Meurman JH, Drysdale T, Frank RM. Experimental erosion of dentin. *Scandinavian journal of dental research*. 1991;99(6):457-62.
- 33-Mehtala P, Agee K, Breschi L, Pashley DH, Tjäderhane L. O solvente proprietário aumenta a molhabilidade da dentina. *Materiais Odontológicos*. 2010;26:e12–e3.
- 34-Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Propriedades de colagem imediata de adesivos universais à dentina. *J Dent*. 2013;41(5):404-11.
- 35-Muñoz MA, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha NH, et al. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Operative dentistry*. 2015;40(3):282-92.)
- 36-Perdigão J, Loguercio AD. Adesivos universais ou multimodo: por que e como? *A revista de odontologia adesiva*. 2014;16(2):193-4.

37-Reis A, Grande RH, Oliveira GM, Lopes GC, Loguercio AD. A 2-year evaluation of moisture on microtensile bond strength and nanoleakage. *Dent Mater.* 2007;23(7):862-70.

38-Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent.* 2015;43(7):765-76.

39-Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Operative dentistry.* 1995;20(1):18-25.

40-Sano H. Microtensile testing, nanoleakage, and biodegradation of resin-dentin bonds. *J Dent Res.* 2006;85(1):11-4.

41-Schlueter N, Luka B. Desgaste dentário erosivo - uma revisão sobre a prevalência global e sobre a sua prevalência em grupos de risco. *Br Dent J.* 2018;224(5):364-70

42-Shen J, Xie H, Wang Q, Wu X, Yang J, Chen C. Evaluation of the interaction of chlorhexidine and MDP and its effects on the durability of dentin bonding. *Dent Mater.* 2020;36(12):1624-34.

43-Siqueira FSF, Cardenas AM, Ocampo JB, Hass V, Bandeca MC, Gomes JC, et al. Bonding Performance of Universal Adhesives to Eroded Dentin. *The journal of adhesive dentistry.* 2018;20(2):121-32.)

44-Siqueira F, Cardenas A, Gomes GM, Chibinski AC, Gomes O, Bandeca MC, et al. Thre-year effects of deproteinization on the in vitro durability of resin/dentin-eroded interfaces. *Oper Dent.* 2018;43(1):60-70.

- 45- Siqueira FSF, Hilgemberg B, Araújo LCR, Hass V, Bandeca MC, Reis A, et al. J Adhes Dent. 2019;21(2):149-58
- 46- de Siqueira FSF, Hilgemberg B, Araujo LCR, Hass V, Bandeca MC, Gomes JC, et al. Melhorando a ligação à dentina erodida usando agentes de reticulação de colágeno: 2 anos de armazenamento de água. Clin Oral Investig. 2020;24(2):809-22.
- 47- Stape TH, Tjaderhane L, Tezvergil-Mutluay A, Yanikian CR, Szesz AL, Loguercio AD, et al. Otimização da ligação dentinária usando a estratégia de ligação úmida de dimetilsulfóxido: um estudo in vitro de 2 anos. Dent Mater. 2016;32(12):1472-81.
- 48- Tian FC, Wang XY, Huang Q, Niu LN, Mitchell J, Zhang ZY, et al. Effect of nanolayering of calcium salts of phosphoric acid ester monomers on the durability of resin-dentin bonds. Acta biomaterialia. 2016;38:190-200.
- 49- Tjaderhane L, Buzalaf MA, Carrilho M, Chaussain C. Metaloproteinases de matriz e outras proteinases de matriz em relação à cariologia: a era da «degradômica da dentina». Cárie Res. 2015;49(3):193-208).
- 50- Toledano M, Yamauti M, Osorio E, Osorio R. Zinc-inhibited MMP-mediated collagen degradation after different dentine demineralization procedures. Caries research. 2012;46(3):201-7.
- 51- Toledano M, Aguilera FS, Yamauti M, Ruiz-Requena ME, Osorio R. In vitro load-induced dentin collagen-stabilization against MMPs degradation. Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. 2013;27:10-8.
- 52- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. The journal of adhesive dentistry. 2020;22(1):7-34.

53- Wiegand A, Lechte C, Kanzow P. Adhesion to eroded enamel and dentin: systematic review and meta-analysis. *Dent Mater.* 2021;37(12):1845-53.

54- Yoshihara K, Yoshida Y, Nagaoka N, Fukegawa D, Hayakawa S, Mine A, et al. Nano-controlled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction. *Acta biomaterialia.* 2010;6(9):3573-82.

55- Yoshihara K, Nagaoka N, Okihara T, Kuroboshi M, Hayakawa S, Maruo Y, et al. Functional monomer impurity affects adhesive performance. *Dent Mater.* 2015;31(12):1493-501.

56- Zimmerli B, De Munck J, Lussi A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Long-term bonding to eroded dentin requires superficial bur preparation. *Clin Oral Investig.* 2012;16(5):1451-61.

57-3M. Safety Data Sheet: 3M™ Adper™ Single Bond.

ANEXO

PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Efeito do sinergismo de um solvente universal associado a agentes de reticulação de colágeno nas propriedades adesivas e mecânicas da dentina erosionada

Pesquisador: Andrés Felipe Millan Cardenas

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 31162620.8.0000.5084

Instituição Proponente: CEUMA-ASSOCIACAO DE ENSINO SUPERIOR

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 4.071.409

Apresentação do Projeto:

Avaliar o efeito da aplicacao de um primer a base de dimetilsulfoxido, bem como o efeito sinergico de primers a base de dimetilsulfoxido associado a agentes reticuladores de colageno na dentina erosionada, em relacao as propriedades adesivas e mecanicas. Adicionalmente, avaliar as propriedades quimicas/estrutural da dentina erosionada utilizando microscopia Micro-Raman. O projeto esta dividido em dois experimentos. No experimento 1, 96 molares serao aleatoriamente divididos em 16 condicoes experimentais de acordo com: (1) Substrato dentinario: Dentina sadia ou dentina erosionada; (2) Aplicacao do primer de DMSO: Sem aplicacao do primer ou com aplicacao do primer e (3) Estrategia adesiva: Condicionamento acido ou auto-condicionante. Apos erosao, os primers contendo DMSO serao aplicados e em seguida os dentes serao restaurados incrementalmente e cortados em palitos. Em seguida, o teste de resistencia de uniao, nanoinfiltraao, grau de conversao e avaliacao das caracteristicas morfologicas da interface adesiva serao realizados. Para o experimento 2, 78 dentes serao alocados em 12 condicoes experimentais de acordo com a combinacao das variaveis: (1) Agente de tratamento: Controle (Dentina Erosionado - DE), Primer de proantocianidina (DE + DMSO- PA), primer de rivo flavina (DE + DMSO-RI); (2) Dois sistemas adesivos universais (Ibond Universal e Single Bond Universal); e (3) estrategia adesiva: Condicionamento acido ou auto-condicionante. Apos a realizacao da ciclagem erosiva com coca cola, os primers serao aplicados e os dentes restaurados para confeccao dos

Endereço: DOS CASTANHEIROS

Bairro: JARDIM RENASCENCA

UF: MA

Município: SAO LUIS

CEP: 65.075-120

Telefone: (98)3214-4212

E-mail: cep@ceuma.br

corpos de prova para os respectivos testes de resistencia de uniao, nanoinfiltracao, grau de conversao e perda de massa da matriz de colageno. Adicionalmente analise vibracional da dentina erosionada por espectroscopia raman sera realizada. Para a analise estatistica, a unidade experimental sera o dente e os dados serao submetidos a analise de variancia e teste de Tukey para comparacao das medias ($\alpha = 0,05$) para ambos os experimentos.

Objetivo da Pesquisa:

Objetivo Primario:

Avaliar o efeito da aplicacao de um primer a base de dimetilsulfoxido, bem como o efeito sinergico de primers a base de dimetilsulfoxido associado a agentes reticuladores de colageno na dentina erosionada, em relacao as propriedades adesivas e mecanicas. Adicionalmente, avaliar as propriedades quimicas/estrutural da dentina erosionada utilizando microscopia Micro-Raman

Objetivo Secundario:

- Avaliar o efeito de um primer a base de dimetilsulfoxido nas propriedades adesivas da interface resina-dentina erosionada por meio do teste de resistencia de uniao, nanoinfiltracao e grau de conversao in-situ.
- Analisar as caracteristicas morfologicas da interface adesiva resina-dentina erosionada apos aplicacao de um primer a base de dimetilsulfoxido
- Avaliar o efeito sinergico do uso de primers contendo agentes reticuladores de colageno (proantocianidina e riboflavina) em associacao com o dimetilsulfoxido nas propriedades da interface resina-dentina erosionada por meio de resistencia de uniao, nanoinfiltracao e graude conversao in-situ.
- Avaliar as propriedades quimicas do efeito sinergico na biomodificacao do primer de DMSO e de primers contendo DMSO e agentes reticuladores de colageno por meio da analise vibracional em microscopia Micro-Raman na superficie de dentina erosionada. Avaliar de forma indireta a degradacao proteolitica da matriz de dentina erosionada apos a aplicacao de primers contendo agentes reticuladores de colageno utilizando o teste de perda de massa seca.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Criterio de Exclusao:

Pacientes que relatar diabetes nao controlada, doencas cardiacas severas, leucemia/linfomas, coagulopatias severas ou que estejam em estado de gravidez serao excluidos.

Riscos:

- Como esta pesquisa sera realizada com dentes extraidos por indicacao terapeutica, os riscos a saude do paciente sao os mesmos ainda que o paciente nao consentisse com a participacao/doacao do elemento dental, ou seja os mesmos riscos da exodontia terapeutica

(Utilização de anestésico local e infecção localizada).

Riscos do pesquisador:

- Por se tratar de um estudo laboratorial, os riscos seriam oriundos das etapas laboratoriais durante manipulação dos dentes e confecção dos espécimes. No entanto, medidas como a utilização de equipamentos de proteção individual como jaleco, gorro, máscara, luvas e óculos são importantes e serão utilizadas em todas as etapas

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Trata-se de uma pesquisa laboratorial, a ser desenvolvida com dentes extraídos de pacientes que realizaram a doação dos dentes necessários para a mesma. A pesquisa tem relevância científica e esta estruturada com metodologia científica que responde aos objetivos propostos.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Todos os documentos necessários para apreciação ética da pesquisa foram apresentados estando adequados às resoluções e normativas do sistema CEP CONEP

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Mediante a análise do projeto de pesquisa e a documentação apresentada decide-se pela aprovação deste protocolo de pesquisa

Considerações Finais a critério do CEP:

O pesquisador deverá apresentar a este CEP relatório final da pesquisa

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BASICAS_DO_PROJETO_1546056.pdf	27/04/2020 18:30:00		Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	Projeto_CEP.pdf	27/04/2020 18:29:37	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	cartaanuenciadeclinica.pdf	27/04/2020 18:26:45	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento /	TERMO_DE_CONSENTIMENTO_LIVRE_E_ESCLARECIDO.docx	27/04/2020 18:25:42	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito

Continuação do Parecer: 4.071.409

Justificativa de Ausência	TERMO_DE_CONSENTIMENTO_LIVR E_E_ESCLARECIDO.docx	27/04/2020 18:25:42	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Declaração de Pesquisadores	ANUENCIA_Equipe.pdf	27/04/2020 18:25:07	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	cartaAnuencialES.pdf	27/04/2020 18:24:47	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Folha de Rosto	flhaDeRostroAssinada.pdf	27/04/2020 18:06:06	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

SAO LUIS, 05 de Junho de 2020

Assinado por:
RUDYS RODOLFO DE JESUS TAVAREZ
(Coordenador(a))

Endereço: DOS CASTANHEIROS

Bairro: JARDIM RENASCENCA

UF: MA **Município:** SAO LUIS

Telefone: (98)3214-4212

CEP: 65.075-120

E-mail: cep@ceuma.br

PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Avaliação da degradação da interface adesiva submetida a desafios erosivos in-vitro e in-situ.

Pesquisador: Andrés Felipe Millan Cardenas

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 40051520.9.0000.5084

Instituição Proponente: CEUMA-ASSOCIACAO DE ENSINO SUPERIOR

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 4.464.345

Apresentação do Projeto:

Avaliar as propriedades mecânicas e adesivas da interface resina-dentina erosionada quando submetidos a desafio erosivo in vitro e in situ. Oitenta molares humanos serão alocados de acordo com: Sistema adesivo (Optibond FL; Clearfill SE bond; Single Bond Universal; Prime & Bond Universal e Gluma Bond Universal) e tipo de erosão (In-vitro; In-situ). Os sistemas adesivos serão aplicados de acordo com as especificações do fabricante e restaurados incrementalmente com resina composta. Os dentes serão seccionados em forma de "palitos" e divididos de acordo com o tipo de erosão. Para a erosão in-situ, os palitos serão colados a um dispositivo intraoral, que será utilizado por 20 voluntários durante 15 dias em um ambiente erosivo. No caso da erosão in-vitro, os palitos serão submetidos a uma erosão em um ambiente erosivo por 15 dias, sem envolver voluntários. Após este período, os palitos serão esterilizados e testados pelos testes de resistência de união, nanoinfiltração e grau de conversão para avaliar as propriedades adesivas. A Avaliação da nanodureza e modulo de Young e à análise morfológica da interface adesiva serão realizados para avaliar as propriedades mecânicas da interface adesiva. Para a análise estatística, a unidade experimental será o dente e os dados serão submetidos à ANOVA 2 fatores e teste de Tukey para comparação das médias ($\alpha = 0,05$).

Objetivo da Pesquisa:

Objetivo Primário:

Avaliar as propriedades mecânicas e adesivas da interface resina-dentina erosionada quando submetidos a desafio erosivo in vitro e in situ.

Objetivo Secundário:

- Avaliar as propriedades mecânicas da interface resina-dentina erosionada quando submetidos a desafio erosivo in vitro e in situ por meio do teste de nanodureza e modulo de Young e análise morfológica da camada híbrida - Avaliar as propriedades adesivas da interface resina-dentina erosionada quando submetidos a desafio erosivo in vitro e in situ por meio dos testes de resistência de união, nanoinfiltração e grau de conversão.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Riscos:

- Possível desmineralização dos dentes durante o desafio erosivo pela imersão em coca-cola. Para isto, os voluntários serão instruídos e monitorados durante toda a pesquisa para que suas atividades de higiene oral sejam potencializadas no período de 15 dias e após este período os voluntários não utilizarão mais o dispositivo intra-oral.- Dispositivo intra-oral causar incômodo ao voluntário. Todos os voluntários da pesquisa receberão instruções de como proceder com sua utilização. Os aparelhos serão testados e todos os ajustes para evitar este desconforto serão realizados. Caso o desconforto persista, os voluntários poderão suspender o seu uso e estarão cientes que poderão abandonar a pesquisa a qualquer momento, sem que isto cause danos ou prejuízos ao voluntário.- Há riscos para os pesquisadores de contaminação, ferimento com instrumentos cortantes e alergia a materiais utilizados, que devem ser minimizados com a utilização de equipamento de proteção individual (EPI).

Benefícios:

- A pesquisa contribuirá para um melhor entendimento sobre a degradação da interface adesiva quando submetido a desafios erosivos in vitro e in situ e consequentemente, na preservação de estrutura dental em detrimento da necessidade de troca de restaurações. Os benefícios para os voluntários pesquisados são:
- Os voluntários serão acompanhados e receberão esclarecimentos do pesquisador responsável sobre eventuais dúvidas durante toda a pesquisa;
- Receberão uma profilaxia prévia a colocação do dispositivo intra-oral e outra profilaxia após a retirada deste dispositivo (este procedimento será realizado pelos demais pesquisadores juntamente com o pesquisador responsável);
- Os voluntários receberão tratamento odontológico quando necessário durante todo o período da pesquisa.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Trata-se de uma pesquisa inicialmente laboratorial e posteriormente em pacientes, a pesquisa tem relevância científica está bem delineada e tem equipe competente para o desenvolvimento da mesma.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Sobre os termos apresentados:

1- Projeto de pesquisa:

- a. A metodologia não deixa claro como será esse processo de desmineralização a partir do aparelho que os pacientes utilizaram. Isto é importante porque podemos ter o estabelecimento de um processo de desmineralização e necessidade de restauração. Assim sugere-se um detalhamento desse processo, sempre lembrando que devemos evitar danos irreversíveis aos participantes e que deveremos ter um equilíbrio entre os riscos e benefícios pela participação.
- b. Deverá ser explicado como os 80 molares extraídos serão obtidos e se necessário deverá ser apresentado termo de doação de dentes.

2- Termo de consentimento livre e esclarecido:

- a. Com o objetivo de garantir a integridade do documento, solicita-se que sejam inseridos os numeros de cada pagina, bem como a quantidade total delas, como por exemplo: "1 de X" e assim sucessivamente ate a pagina "X de X".
- b. O TCLE deve ser conciso e de facil compreensao por um individuo LEIGO, nao sendo desejavel a utilizacao de construcoes gramaticais complexas. Diante do exposto, solicita-se que o TCLE seja revisado, utilizando-se linguagem CLARA E ACESSIVEL. Salienta-se que e necessario substituir os termos tecnicos por palavras de facil entendimento ou adicionar breve explicacao sobre o termo empregado no texto (Resolucao CNS no 466 de 2012, itens II.23 e IV.1.b).
- c. Solicita-se que seja expreso, de modo claro e afirmativo no TCLE, o direito a assistencia integral gratuita devido a danos diretos/ indiretos e imediatos/ tardios, pelo tempo que for necessario ao participante da pesquisa (Resolucao CNS no 466 de 2012, itens II.3.1 e II.3).
- d. solicita-se inserir no TCLE a explicitacao do direito do participante de buscar indenizacao diante de eventuais danos decorrentes da pesquisa (Resolucao CNS no 466 de 2012, item IV.3.h).
- d. Solicita-se que conste no TCLE que todas as paginas deverao ser rubricadas pelo pesquisador responsavel/pessoa por ele delegada e pelo participante/responsavel legal (Resolucao CNS no 466 de 2012, item IV.5.d).
- e. . Solicita-se que tambem conste em ambas as vias do TCLE o horario de funcionamento do CEP

responsável pelo estudo, assim como seu endereço (Resolução CNS no 466 de 2012, item IV.5.d). Para melhor informar o participante da pesquisa, solicita-se incluir no TCLE uma breve descrição do que é o CEP e qual sua função no estudo.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Mediante a análise do projeto de pesquisa e a documentação apresentada decide-se pela pendência deste protocolo de pesquisa, sendo necessária a apresentação das seguintes pendências:

- 1- Adequar Projeto de pesquisa seguindo as orientações acima especificadas
- 2- Adequar TCLE
- 3- Apresentar termo de doação de dentes
- 4- Atualizar cronograma de pesquisa para nova submissão

Considerações Finais a critério do CEP:

O pesquisador deverá apresentar as pendências enumeradas neste parecer em 30 dias

Apresentar carta resposta identificando as alterações acima especificadas

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BASICAS_DO_PROJETO_1658444.pdf	09/11/2020 18:50:08		Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	Carta_de_anuencia_ceuma.pdf	09/11/2020 18:49:10	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Folha de Rosto	Folha_de_rostro.pdf	09/11/2020 18:48:47	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	TERMO_DE_CONSENTIMENTO_LIVRE_E_ESCLARECIDO.docx	03/11/2020 20:36:26	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Declaração de Pesquisadores	CARTA_DE_ANUENCIA_Equipe.pdf	03/11/2020 20:35:58	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Cronograma	CRONOGRAMA_DE_EXECUCAO.docx	03/11/2020 20:35:34	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	projeto_final_detalhado.docx	03/11/2020 20:34:52	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito

Situação do Parecer:

Pendente

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

SAO LUIS, 15 de Dezembro de 2020

Assinado por:

RUDYS RODOLFO DE JESUS TAVAREZ
(Coordenador(a))

Endereço: DOS CASTANHEIROS

Bairro: JARDIM RENASCENCA

CEP: 65.075-120

UF: MA

Município: SAO LUIS

Telefone: (98)3214-4212

E-mail: cep@ceuma.br