

EFEITO DO CONDICIONAMENTO COM EDTA NAS  
PROPRIEDADES ADESIVAS DO ESMALTE  
FLUORÓTICO

Luana Paraiso Muniz

2020

LUANA PARAISO MUNIZ

EFEITO DO CONDICIONAMENTO COM EDTA NAS  
PROPRIEDADES ADESIVAS DO ESMALTE  
FLUORÓTICO

Trabalho de dissertação apresentado  
ao Programa de Pós-Graduação em  
Odontologia da Universidade CEUMA  
como pré-requisito para obtenção do  
título de Mestre em Odontologia.  
Área de concentração: Odontologia  
Integrada

Orientadora: Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Fabiana Suelen  
Figuerêdo de Siqueira  
Co-orientador: Prof. Dr. Andres Felipe  
Millan Cardenas

Nome: Luana Paraiso Muniz

Título: Efeito do condicionamento com EDTA nas propriedades adesivas do esmalte fluorótico.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade CEUMA como pré-requisito para obtenção do título de Mestre.

Aprovado em: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

Banca Examinadora

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Fabiana Suelen Figuerêdo de Siqueira

Instituição: Universidade Ceuma

Assinatura: \_\_\_\_\_

Prof.Dr<sup>a</sup>. Alessandro Dourado Loguercio

Instituição: Universidade Estadual de Ponta Grossa

Assinatura: \_\_\_\_\_

Prof.Dr. Ceci Carvalho Nunes

Instituição: Universidade Ceuma

Assinatura: \_\_\_\_\_

## AGRADECIMENTOS

A Deus porque sem nada Ele, nada sou. Esse é o meu Deus que me guia e me fortalece e me trouxe até aqui e me levará para onde continuarei honrando seu nome.

Aos meus pais, Sônia e Adolfo. Obrigada por tudo! Obrigada por sempre estenderem a mão, por estarem de braços abertos e por acreditarem em mim. Que bênção a minha os ter como meus pais. O amor de vocês me tornou forte e confiante. Toda minha gratidão e meu amor eterno.

Ao meu marido João, tão fundamental na minha caminhada. Obrigada por todo amor, por ser além da minha melhor companhia, um dos meus maiores e melhores exemplos de profissional, aprendo todos os dias com você.

Aos amores da minha vida: meus filhos Vinicius e Luísa. Vocês são a razão de tudo, não existem palavras para tanto amor!

A minha irmã Lorena por ser tão presente, por ser essa tia tão fundamental que me ajuda, que ama meus filhos como se fossem dela. Obrigada pelo amor e cumplicidade!

À minha vó Zizi que é uma estrelinha que brilha no céu. Sei que se tivesse entre nós estaria orgulhosa e vibrando por essa conquista! Jamais te esquecerei!

Aos meus amigos que o mestrado me deu: Letícia, Camila, Isabel, Lays, Thaysa, Dyele, Gustavo, Oswaldo e Samuel. Vocês

foram fundamentais para tornar o nosso processo de aprendizagem uma experiência prazerosa e divertida. Muito obrigada por tudo!

Às minhas amigas irmãs Ana Cláudia e Rossana. São verdadeiros anjos na Terra. Vocês são as melhores amigas que um ser humano pode ter, vocês são proteção, carinho, segurança, parceria, amor e cuidado, sem vocês jamais conseguiria chegar até aqui. Obrigada, amigas! Meu eterno amor e gratidão!

A minha querida professora e orientadora Fabiana. Você chegou como luz na minha vida! Obrigada por sua dedicação, por ser de verdade, por orientar com amor, por ser excelente naquilo que se propõe a fazer. Que seja apenas o início de uma grande parceria acadêmica. Obrigada, professora!

Ao meu querido orientador Andres que com toda sua inteligência, calma, paciência e segurança foi fundamental no meu aprendizado e conhecimento. Obrigada por sua dedicação, suas orientações e sua nobreza em dividir seu conhecimento.

“O conhecimento nos faz responsáveis”. (Che Guevara)

MUNIZ, LP. Efeito do condicionamento com EDTA nas propriedades adesivas do esmalte fluorótico [dissertação]. São Luís. Universidade CEUMA; 2020.

## RESUMO

### RESUMO

**Objetivo:** O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do condicionamento com EDTA na resistência de união ao esmalte por microcissalhamento (RU), grau de conversão (GC) *in situ* da interface adesiva esmalte e o padrão de condicionamento em esmalte sadio e fluorótico. **Materiais e métodos:** Molares humanos (60 sem fluorose e 60 com fluorose) foram seccionados em quatro partes (bucal, lingual, mesial e distal) e divididos em 24 grupos de acordo com: (1) esmalte (esmalte sadio e esmalte fluorótico); (2) sistema adesivo (Clearfil Universal Bond, Futurabond U, IBond Universal e Scotchbond Universal); (3). Condicionamento da superfície: sistema adesivo autocondicionante (SE), condicionamento com ácido fosfórico (ER) e condicionamento com EDTA aplicado por 30s. Após a preparo dos espécimes de acordo com os grupos experimentais, foram realizados os testes de RU, GC *in situ* da interface adesiva esmalte, padrão de condicionamento do esmalte sadio e fluorótico. Os valores de RU e GC *in situ* foram submetidos a análise de variantes três fatores e pós-teste de Tukey com um nível de significância 5%. A avaliação do padrão de condicionamento foi realizada de forma qualitativa. **Resultados:** As médias de RU foram

estatisticamente maiores para o esmalte sadio ( $p=0,001$ ) quando comparada ao esmalte fluorótico exceto quando o condicionamento com EDTA foi aplicado antes do sistema adesivo SBU. Para todos os adesivos universais, o uso do EDTA foi tão eficaz quanto o condicionamento com ácido fosfórico em esmalte sadio e fluorótico ( $p= 0,001$ ). Além disso, no esmalte sadio e fluorótico, a média de RU foi significativamente maior para CUB e SBU quando comparada à FBU e IBU em todas as condições experimentais ( $p<0,05$ ). A maioria das amostras (96,8%-100%) apresentaram falhas adesivas/mistas.

**Conclusão:** O condicionamento com EDTA proporcionou maiores valores de RU quando comparado a aplicação dos sistemas adesivos no modo autocondicionante, podendo ser considerado uma alternativa para adesão em esmalte fluorótico sem comprometer o GC.

Palavras-chave: Fluorose Dental; EDTA; Esmalte dentário; Análise spectral Raman.



MUNIZ, LP. Effect of conditioning with EDTA on the adhesive properties of fluorotic enamel [dissertation]. São Luís. CEUMA University; 2020.

## **ABSTRACT**

**Objective:** The objective of this study was to evaluate the effect of conditioning with EDTA on enamel bond strength by microcalibration (UK), degree of conversion (GC) in situ of the adhesive interface and the conditioning pattern in healthy and fluorotic enamel. **Materials and methods:** 120 human molars (60 without fluorosis - TFI 0 and 60 with fluorosis - TFI 4) were divided into four parts (buccal, lingual, mesial and distal) and divided into 24 groups according to: (1) Enamel (healthy enamel and fluorotic enamel); (2) adhesive system (Clearfil Universal Bond, Futurabond U, IBond Universal and Scotchbond Universal); (3) Surface conditioning: self-etching adhesive system (SE), conditioning with fossil acid (ER) and conditioning with EDTA actively applied for 30s. After preparing the examples according to the group of experiments, the tests performed in the UK, the GC in situ of the adhesive interface, the conditioning pattern of the healthy and fluorotic enamel. The values of RU and GC in situ were submitted to ANOVA three factors and Tukey's post-test with a significance level of 5%. An evaluation of the conditioning pattern was performed only qualitatively. **Results:** As the RU media were statistically higher for the radio enamel ( $p = 0.001$ ) when compared to the fluorotic enamel excluded when EDTA conditioning was applied before the SBU

adhesive system. For all universal adhesives, the use of EDTA was as effective as conditioning with phosphoric acid in healthy and fluorotic enamel ( $p = 0.001$ ). In addition, no healthy and fluorotic results, with an average of RU, were greater for CUB and SBU when compared to FBU and IBU in all experimental conditions ( $p < 0.05$ ). Most colors (96.8% -100%) have adhesive flaws / errors. **Conclusion:** The conditioner with EDTA provides higher values of RU when a self-etching systems application is applied, and can be considered an alternative for adhesion to a fluorotic enamel without compromising the GC.

Key words: Fluorotic enamel; EDTA; Dental enamel; Raman spectral analysis.

## LISTA DE TABELAS E FIGURAS

<b>Tabela 1:</b> Sistemas Adesivos, composição e modo de aplicação.....	38
<b>Tabela 2:</b> Número de amostras (%) de acordo com o modo de fratura para todos os grupos experimentais * .....	40
<b>Tabela 3:</b> Médias e desvios padrões dos valores da resistência de união por Microshear ( $\mu$ SBS em MPa) dos diferentes grupos experimentais(*). .....	41
<b>Tabela 4:</b> Média e desvios padrões dos valores do grau de conversão <i>In-situ</i> (%) dos diferentes grupos experimentais ..	42
<b>Figura 1:</b> Desenho experimental do estudo.....	43
<b>Figura 2 A e B:</b> Morfologia representativa do esmalte sadio e fluorótico tratado de acordo com os grupos experimentais.....	44

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

RU.....	Resistência de união ao microcisalhamento
EDTA.....	Ácido etilenodiamino tetra-acético
MPa.....	Unidade de medida de pressão: Mega Pascal
PVC .....	Policloreto de vinil
Nm.....	Nanometro
um.....	Micrometro
MEV.....	Microscopia eletrônica de varredura
GC.....	Grau de conversão
HEMA.....	2-Hidroxi-etil-metacrilato
MDP.....	Metacriloxietil dihidrogênio fosfato
TEGDMA.....	Trietilenoglicoldimetacrilato
UDMA.....	Uretano dimetacrilato

## SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO</b> .....	16
<b>RESUMO</b> .....	17
<b>1- INTRODUÇÃO</b> .....	19
<b>2- METODOLOGIA</b> .....	21
2.1- Seleção e preparo dos dentes.....	21
2.2- Desenho experimental.....	23
2.3- Resistência de união ao esmalte por microcislhamento (RU) .....	24
2.4- Grau de conversão <i>in-situ</i> (GC).....	31
2.5- Padrão de condicionamento em esmalte.....	31
<b>3- RESULTADOS</b> .....	30
<b>4- DISCUSSÃO</b> .....	32
<b>5- CONCLUSÃO</b> .....	36
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	45
<b>ANEXO</b> .....	52

# ***CAPÍTULO 1***

MUNIZ, LP. Efeito do condicionamento com EDTA nas propriedades adesivas do esmalte fluorótico [dissertação]. São Luís. Universidade CEUMA; 2020.

## RESUMO

### RESUMO

**Objetivo:** O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do condicionamento com EDTA na resistência de união ao esmalte por microcisalhamento (RU), grau de conversão (GC) *in situ* da interface adesiva e o padrão de condicionamento em esmalte sadio e fluorótico. **Materiais e métodos:** Molares humanos (60 sem fluorose e 60 com fluorose) foram seccionados em quatro partes (bucal, lingual, mesial e distal) e divididos em 24 grupos de acordo com: (1) Esmalte (esmalte sadio e esmalte fluorótico); (2) sistema adesivo (Clearfil Universal Bond, Futurabond U, IBond Universal e Scotchbond Universal); (3). Condicionamento da superfície: sistema adesivo autocondicionante (SE), condicionamento com ácido fosfórico (ER) e condicionamento com EDTA. Após o preparo dos espécimes de acordo com os grupo experimentais, foram realizados os testes de RU, GC *in situ* da interface adesiva esmalte, padrão de condicionamento do esmalte sadio e fluorótico. Os valores de RU e GC *in situ* foram submetidos a análise de variantes três fatores e pós-teste de Tukey com um nível de significância 5%. A avaliação do padrão de condicionamento foi realizada apenas de forma qualitativa. **Resultados:** As médias de RU foram estatisticamente

maiores para o esmalte sadio ( $p=0,001$ ) quando comparada ao esmalte fluorótico exceto quando o condicionamento com EDTA foi aplicado antes do sistema adesivo SBU. Para todos os adesivos universais, o uso do EDTA foi eficaz em esmalte sadio e fluorótico ( $p= 0,001$ ). Além disso, no esmalte sadio e fluorótico, a média de RU foi significativamente maior para CUB e SBU quando comparada à FBU e IBU em todas as condições experimentais ( $p<0,05$ ). A maioria das amostras (96,8%-100%) apresentaram falhas adesivas/mistas.

**Conclusão:** O condicionamento com EDTA proporcionou maiores valores de RU quando comparado a aplicação dos sistemas adesivos no modo autocondicionante, podendo ser considerado uma alternativa para adesão em esmalte fluorótico sem comprometer o GC.

Palavras-chave: Fluorosis Dental; EDTA; Esmalte dentário; Análise spectral Raman



## 1. INTRODUÇÃO

Embora o elemento químico flúor desempenhe um papel fundamental na prevenção da doença cárie <sup>1</sup> e tenha promovido uma redução na sua incidência nas últimas três décadas <sup>1, 2</sup> o seu uso excessivo durante períodos críticos da formação dental pode resultar em fluorose dentária. <sup>1, 3, 4</sup>

A fluorose é um distúrbio no desenvolvimento do esmalte causada pelo excesso de flúor <sup>5</sup> que resulta em um esmalte sub-superficial poroso, com menor conteúdo mineral, além de alterações físicas e ópticas. <sup>6, 7</sup> Clinicamente, estas mudanças estruturais no esmalte são caracterizadas por áreas brancas ou opacas que variam do amarelo claro a marrom escuro. <sup>8-11</sup>

Diferentes técnicas com mínima intervenção como microabrasão, infiltração do esmalte por resina composta, restaurações ou clareamento têm sido propostas para melhorar a aparência estética das manchas dentárias causadas pela fluorose. <sup>12-14</sup> No entanto, a preferência entre esses tratamentos depende da severidade da doença. <sup>7</sup> Logo, em muitos casos, o tratamento restaurador é uma excelente alternativa para reverter os danos causados pela fluorose. <sup>7</sup>

O sucesso das restaurações depende substancialmente do embricamento micromecânico obtido pelo sistema adesivo no esmalte. <sup>15</sup>

Sabe-se que devido as mudanças físicas e morfológicas promovidas pela fluorose,<sup>9</sup> a adesão a este substrato é um desafio clínico,<sup>18-20</sup> uma vez que a fluorapatita é mais resistente à dissolução do ácido fosfórico do que a hidroxiapatita.<sup>21</sup>

Por outro lado, nos últimos anos, sistemas adesivos “universais” ou “multimodos” foram introduzidos no mercado. Esta nova geração de adesivos consiste essencialmente em adesivos autocondicionantes de um passo (self-etch) que podem ser ou não associados ao condicionamento ácido,<sup>22,23,24</sup> com a vantagem que o dentista pode decidir qual tipo de estratégia adesiva utilizar em cada situação clínica específica.

Uma abordagem promissora previamente testada no esmalte sadio e que pode aumentar a resistência de união de adesivos autocondicionantes ao esmalte fluorótico é o condicionamento com ácido etilenodiamino tetra-acético (EDTA).<sup>25-27</sup>

O EDTA promove bons resultados uma vez que ele atua como um agente quelante, além de produzir uma desmineralização superficial,<sup>28,29</sup> resultando no aumento na resistência de união imediata de adesivos autocondicionantes.<sup>28,30</sup> No esmalte, o EDTA deixa o substrato mais limpo e retentivo facilitando a infiltração pelos sistemas adesivos.<sup>25</sup>

Diferentes substratos foram avaliados até o momento em relação ao condicionamento com EDTA, porém, nenhum estudo avaliou o condicionamento do mesmo em relação a adesão dos

adesivos universais no modo autocondicionante em esmalte fluorótico.

Portanto, o objetivo deste estudo foi investigar o efeito do condicionamento com EDTA na resistência de união ao esmalte por microcisalhamento (RU), grau de Conversão (GC) *in situ* da interface adesiva e o padrão de condicionamento em esmalte sadio e fluorótico. As hipóteses nulas testadas foram que condicionamento com EDTA não afetou: 1) a RU dos sistemas adesivos universais ao esmalte fluorótico, (2) o padrão de condicionamento do esmalte fluorótico e (3) o GC *in situ* na interface resina esmalte-fluorótico.

## **2. METODOLOGIA**

### **2.1 SELEÇÃO E PREPARO DOS DENTES**

Esse trabalho foi aprovado pelo comitê de ética em Pesquisa da Universidade Ceuma sob o protocolo nº 3.183.007. Os dentes foram coletados após a obtenção do termo de consentimento livre e esclarecido dos pacientes. Um total de 120 terceiros molares humanos livres de cárie foram utilizados neste estudo, sessenta dentes sem fluorose (TIF 0) e sessenta dentes com fluorose TIF 4. Os dentes com fluorose foram obtidos de indivíduos residentes em áreas endêmicas por fluorose no Equador (Chimborazo, 2 ppm de fluoreto na água potável).<sup>31, 32</sup>

O diagnóstico de fluorose dentária foi realizado de acordo com a severidade da fluorose utilizando o índice de Thylstrup e Fejerskov

(TFI).<sup>33</sup> Antes da seleção dos dentes, dois examinadores foram treinados no procedimento exatamente como descrito por Ermis et al.

34

Os molares foram desinfetados com uma solução em timol a 0,1% por uma semana e na sequência armazenados em água destilada em temperatura de 37 °C por até 6 meses após a extração. As raízes de todos os dentes foram removidas pelo seccionamento da junção cimento-esmalte com a ajuda de um disco de corte diamantado (15 HC-4in, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA) sob refrigeração a 300 rpm em uma máquina de corte (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). Em seguida, as coroas dentais foram seccionadas em duas diagonais ao longo eixo dos dentes, obtendo-se assim fragmentos das quatro faces do elemento dental (mesial, distal, vestibular e lingual).

Quatrocentos e oitenta espécimes de esmalte, provenientes de cento e vinte dentes foram obtidos para avaliação da resistência de união ao esmalte por microcisalhamento (RU), para o teste de Grau de Conversão (GC) por Micro-Raman e análise qualitativa da superfície por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

## 2.2 DESENHO EXPERIMENTAL

Os espécimes de esmalte foram distribuídos aleatoriamente em 24 condições experimentais (n = 12 espécimes de esmalte por grupo para os testes de resistência de união (RU); n = 4 para espectroscopia micro-Raman; n = 4 para padrão de condicionamento de

acordo com as combinações das variáveis independentes: (1) Esmalte: Esmalte sadio e Esmalte fluorótico; (2) Sistemas adesivos: Clearfil Universal Bond (CUB; Kuraray Noritake Dental Inc., Tokio, Japão); Futurabond Universal (FBU, VOCO, Cuxhaven, Alemanha); Ibond Universal (IBU, Heraeus Kulzer, Hanau, Alemanha) e Single Bond Universal (SBU, 3M Oral Care, St. Paul, MN, Estados Unidos); (3) Condicionamento da superfície: condicionamento com ácido fosfórico (ER), sistema adesivo autocondicionante (SE) e condicionamento com EDTA com aplicação ativa manual por 30s conforme o desenho experimental (Figura. 1)

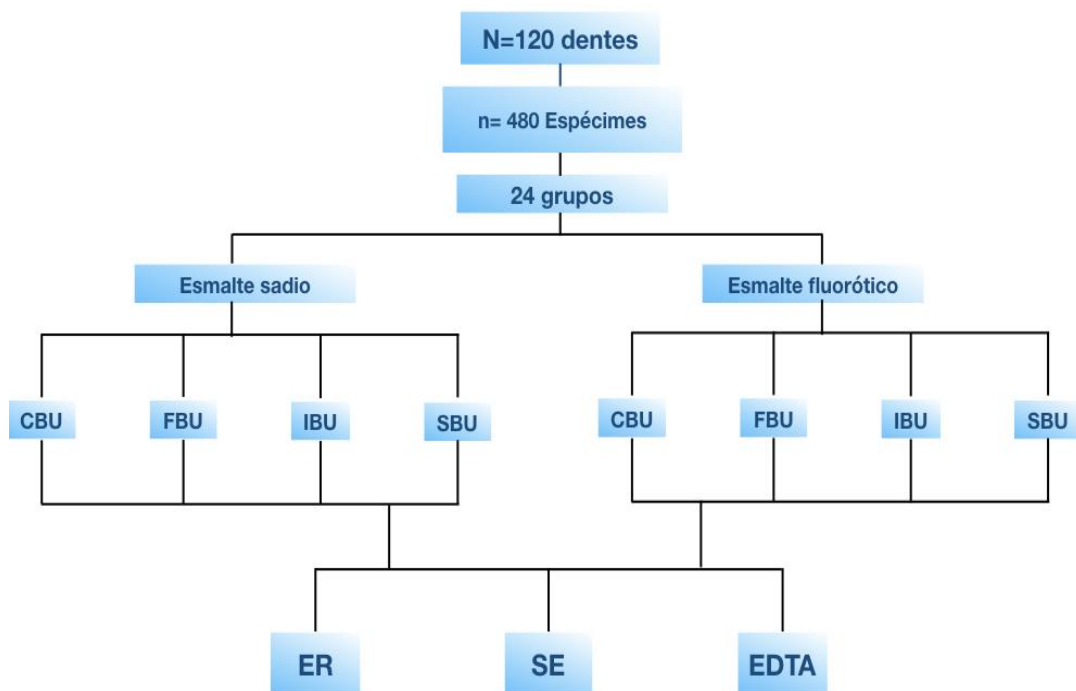


Figura 1. Desenho experimental do estudo.

### 2.3 RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO ESMALTE POR MICROCISALHAMENTO (RU)

Para o teste de resistência de união ao esmalte por microcisalramento (RU), superfície do esmalte foi levemente planificada com uma lixa carbeto de silício de granulação #600 por 60s sob refrigeração com água. A delimitação da área de adesão foi realizada de acordo Shimaoka et al.,<sup>35</sup> 2011. Os espécimes de esmalte foram montados em um anel de PVC contendo resina acrílica (AutoClear, DentBras, Pirassununga, SP, Brasil), de modo que a superfície de esmalte ficasse exposta. Uma fita adesiva dupla face ácido resistente (Adelbras Ind e Com. Adesivos Ltda, São Paulo, SP, Brasil) foi perfurada com um perfurador de Ainsworth (Coltene, Alstatten, Suíça), e após realizada as perfurações a fita foi adaptada na superfície de esmalte. Quatro a seis perfurações por face com um diâmetro interno de 0,8 mm foram feitas na fita adesiva fixada em cada fragmento de esmalte, sendo que a variação no número de perfurações foi devido às diferentes dimensões dos espécimes de esmalte.

Um único operador realizou todos os procedimentos adesivos da superfície dos grupos experimentais de acordo com a descrição abaixo:

- 1- Condicionamento ácido fosfórico (ER): O gel de ácido fosfórico foi aplicado pelo tempo recomendado pelo fabricante. Em seguida, as superfícies foram lavadas com água em abundância por 60 segundos.
- 2- Modo Autocondicionante (SE): Cada adesivo foi aplicado ativamente na superfície do esmalte pelo tempo

recomendado por cada fabricante. A pressão manual exercida no microbrush (Microbrush International, Grafton, WI, EUA) durante a aplicação foi equivalente a 35g.<sup>36, 37</sup>

- 3- Condicionamento com EDTA (EDTA): uma solução de EDTA a 17% foi aplicada ativamente por 30 segundos. Após aplicação, as superfícies foram lavadas com jato de ar-água por 20 segundos.

Para os grupos do condicionamento com ácido fosfórico ou EDTA, os adesivos universais foram aplicados posteriormente na superfície do esmalte de acordo com as instruções do fabricante (Tabela 1).

Após a aplicação do sistema adesivo, foram colocados de quatro a seis tubos de polietileno transparente *tygon* (Tygon Medical Tubing Formulações 54-HL, Saint-Gobain Performance Plastics, Akron, OH, EUA), com o mesmo diâmetro interior das perfurações e uma altura de 0,5 mm e foram posicionados sobre a fita dupla face, garantindo que o lúmen do túbulo coincidissem com as áreas circulares expostas pelas perfurações.

Logo após posicionamento dos tubos *tygon*, a resina composta (Opallis, FGM, Joinville, SC, Brasil) foi cuidadosamente inserida dentro de cada tubo, que foi preenchido e pressionado suavemente em posição. A resina foi fotoativada por 40s usando um aparelho fotoativador LED com intensidade de 1200 mW/cm<sup>2</sup> (Radiical, SDI Limited, Bayswater, Victoria, Austrália).

Após armazenamento das amostras em água destilada durante 24 h a 37°C, os tubos *tygon* foram cuidadosamente removidos com uma lâmina de bisturi, expondo os cilindros de resina composta. Cada espécime foi examinado sob microscópio estereoscópico com ampliação de 40x (DI-115B, Digilab, Florianópolis, SC, Brasil) e eram descartados se houvesse evidência de bolhas, porosidades ou lacunas na interface.<sup>38</sup>

Os espécimes foram levados a um dispositivo específico para teste de microcisalhamento (Odeme Biotechnology, Joaçaba, SC, Brasil) e acoplado na máquina de ensaios universais (INSTRON, São José dos Pinhais, PR, Brasil). Cada amostra foi posicionada na máquina de ensaio e foi envolvida com por um fio ortodôntico fino (0,2 mm de diâmetro) em torno da base de cada cilindro de resina.

O alinhamento foi mantido (interface resina-esmalte, o fio ortodôntico e o centro da célula de carga) para assegurar a orientação correta das forças de cisalhamento.<sup>39</sup> A velocidade foi ajustada a 1 mm/min até rompimento da interface. Os valores de resistência de união (MPa) foram calculados dividindo a carga no momento da falha pela área da superfície (mm<sup>2</sup>). A análise do modo de falha foi realizada sob um estereomicroscópio com a ampliação 100x (Olympus SZ40, Tóquio, Japão) e classificadas como coesiva em esmalte (C/E) ou em resina composta (C/R), adesiva ou mista (A/M), que incluía falha adesiva e falha coesiva de um dos substratos.

#### 2.4 GRAU DE CONVERSÃO *IN-SITU* (GC)

Os espécimes de esmalte foram preparados de acordo com



estudos prévios.<sup>40, 41</sup> Quatro espécimes de esmalte foram aleatoriamente alocados para cada grupo, conforme descrito anteriormente para RU. As superfícies foram tratadas de acordo com cada grupo experimental como previamente mencionado, os sistemas adesivos foram aplicados e blocos de resina composta foram construídos e polimerizados por 40s usando um aparelho fotoativador LED com intensidade de 1200 mW/cm<sup>2</sup> (Radiical, SDI Limited, Bayswater, Victoria, Austrália).

Após armazenamento dos dentes restaurados em água destilada 37°C por 24 horas, os espécimes de resina-esmalte foram seccionados longitudinalmente através da interface adesiva com um disco diamantado em uma máquina de corte de baixa velocidade, obtendo fatias de resina-esmalte.

As fatias de resina-esmalte foram polidas com papel de carvão de silício de 1500, 2000 e 2500 por 15 segundos cada. Em seguida, lavadas em cuba ultrassônica por 20 segundos em água destilada e levadas para o equipamento micro-Raman (microscópio Xplora Raman, HORIBA Scientific, New Jersey, NY, EUA), que foi primeiro calibrado para zero e depois para valores de coeficientes usando uma amostra de silício. As amostras foram analisadas utilizando um laser de diodo de 638 nm através de uma objetiva de 100 x. O sinal de Raman foi adquirido utilizando uma grade de 600-linhas/mm, utilizando parâmetros a 100 mW, resolução espacial de 3 µm, resolução espectral 5 cm<sup>-1</sup>, tempo de acumulação de 30 segundos com 5 coadições. Os espectros foram obtidos na interface resina-

esmalte por fatia em três locais: o primeiro ao centro, e os outros dois a 0,3mm para a direita e esquerda a partir da primeira mensuração.

Espectros dos adesivos não polimerizados foram tomados como referências. A proporção de conteúdo de ligação dupla do monômero para polímero no adesivo foi calculada de acordo com a seguinte fórmula:  $GC (\%) = (1 - [R \text{ polimerizado} / R \text{ não polimerizado}]) \times 100$ , em que 'R' é a relação de da intensidade de picos alifáticos e aromáticos a  $1639 \text{ cm}^{-1}$  e  $1609 \text{ cm}^{-1}$  em adesivos polimerizados e não polimerizados.

## 2.5 PADRÃO DE CONDICIONAMENTO EM ESMALTE

O padrão de condicionamento foi avaliado na superfície do esmalte sob microscopia eletrônica de varredura (MIRA3 LM, TESCAN ORSAY HOLDING, Warrendale, PA, EUA). Para isto os espécimes de esmalte foram tratados de acordo a cada grupo experimental. No grupo do condicionamento ácido, o ácido fosfórico foi aplicado por 30 segundos, lavado por 60 segundos e seco e no grupo com condicionamento com EDTA este foi aplicado ativamente por 30 segundos, lavado por 30 segundos e seco. Os sistemas adesivos foram aplicados, porém, não foram fotopolimerizados.

Em seguida, a superfície de esmalte foi imersa em acetona por 24 horas para dissolver os monômeros resinosos dos sistemas adesivos na superfície do esmalte.<sup>42</sup> Após 24 horas, os espécimes foram lavados em água deionizada e álcool 96% por 5 minutos para promover a completa dissolução e remoção dos monômeros dos sistemas adesivos.

Todas as amostras foram coladas em *stubs* metálico com cianocrilato em gel e deixadas em um dessecador contendo sílica coloidal por 12h para, então, serem metalizadas em paládio/ouro (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein). Todas as superfícies de esmalte foram examinadas sob microscopia eletrônica de varredura e fotomicrografias das respectivas superfícies tomadas a 5000x de magnificação.

## **2.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA**

Os valores de RU dos palitos provenientes do mesmo dente foram utilizados para fins estatísticos, de modo que a unidade experimental neste estudo foi o dente. Amostras com falhas coesivas e prematuras não foram incluídas na análise dos dados. Os dados de RU e grau de conversão foram analisados separadamente usando ANOVA três fatores (Tipo de esmalte vs. condicionamento da superfície vs. sistemas adesivos) e pós teste de Tukey em  $\alpha = 0,05$  pelo programa de análise SPSS 14.0 (SPSS Inc.)

## **3.RESULTADOS**

### **3.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO**

A maioria das amostras (96,8% -100%) apresentaram falhas adesivas/mistas (Tabela 2). Os dados de resistência de união ao microcissalhamento são apresentadas na Tabela 3. As variáveis tipo de esmalte ( $p < 0,001$ ); sistema adesivo ( $p < 0,01$ ); condicionamento

da superfície ( $p < 0,001$ ) foram estatisticamente significantes e houve interação entre as variáveis tipo de esmalte e o sistema adesivo ( $p < 0,001$ ; Tabela 3).

As médias de RU foram estatisticamente maiores para o esmalte sadio ( $p = 0,001$ ; Tabela 3) quando comparado ao esmalte fluorótico para todos adesivos e condicionamentos das superfícies, exceto quando o condicionamento com EDTA foi aplicado antes do sistema adesivo SBU, apresentando valores de RU semelhante ao esmalte sadio. Para todos os adesivos universais, o uso do EDTA como agente condicionante resultou em valores de RU estatisticamente semelhantes quando comparamos com condicionamento com ácido fosfórico em esmalte sadio e fluorótico ( $p > 0,05$ ; Tabela 3), porém com valores superiores quando comparado ao modo SE.

Além disso, no esmalte sadio e fluorótico, a média de RU foi significativamente maior para CUB e SBU quando comparada à FBU e IBU em todas as condições experimentais ( $p < 0,05$ ; tabela 3). Entretanto, SBU apresentou valores de RU significativamente maiores que o CUB em esmalte fluorótico independente do condicionamento da superfície ( $p < 0,05$ ; tabela 3).

### 3.2 GRAU DE CONVERSÃO *IN SITU*

As variáveis esmalte ( $p < 0,001$ ); sistema adesivo ( $p = 0,01$ ); condicionamento da superfície ( $p < 0,001$ ) foram estatisticamente significantes; houve interação entre o tipo de esmalte e o sistema adesivo ( $p < 0,001$ ); e entre o tipo de esmalte e condicionamento da

superfície ( $p < 0,001$ ).

Após o condicionamento com EDTA, os valores das médias do GC de todos os sistemas adesivos foram estatisticamente semelhantes aos valores obtidos quando comparados a ER e SE em esmalte sadio e em esmalte fluorótico ( $p > 0,05$ ; Tabela 4). Quando comparado as estratégias adesivas, esmalte sadio apresentou valores de GC estatisticamente maiores ao esmalte fluorótico. ( $p < 0,001$ ).

### 3.3 PADRÃO DE CONDICIONAMENTO DE ESMALTE

Imagens em MEV de superfícies de esmalte sob diferentes condições experimentais são mostradas na Figura 1. Independente da superfície do esmalte, o condicionamento ER e EDTA removeu completamente o *smear layer* do esmalte sadio e fluorótico, promovendo um padrão de condicionamento mais visível acentuado quando comparado ao SE (Figura 1). Quando um adesivo universal foi aplicado no modo SE no esmalte sadio e fluorótico, foram observados sinais de condicionamento leve. Quando comparamos esmalte fluorótico e sadio, no geral há um aumento na micro-irregularidade e porosidade ao longo de toda a superfície do esmalte fluorótico.

## 4. DISCUSSÃO

No geral, maiores médias de resistência de união foram obtidas para o esmalte sadio quando comparado ao esmalte fluorótico. Sabe-se que o esmalte fluorótico é mais resistente à dissolução ácida

devido à presença de fluorapatita<sup>5, 21</sup> o que afeta de maneira negativa a adesão dos sistemas adesivos a esse substrato.<sup>43-45</sup>

Adicionalmente, além da fluorapatita é mais resistente ao condicionamento ácido, a camada hipermineralizada externa do esmalte fluorótico associada com uma subsuperfície hipomineralizada promove uma baixa energia superficial, prejudicando o molhamento do sistema adesivo no esmalte dental, resultando em uma diminuição da resistência da união.<sup>46</sup> Recentemente foi demonstrado que após diferentes modos e tempos de aplicação, os adesivos universais demonstraram uma performance inferior no que se referia a RU quando comparado ao esmalte sadio. A quantidade de flúor na superfície do esmalte fluorótico é maior, além de apresentar uma redução substancial na quantidade de cálcio e fósforo o que foi comprovado quando analisado por Espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX- MEV).<sup>47</sup> Além disso, o esmalte fluorótico apresenta uma maior alteração superficial com dissolução da parede do prisma de esmalte, o que poderia afetar a adequada infiltração dos sistemas adesivos universais em esmalte fluorótico.<sup>47, 48</sup>

Já a aplicação do EDTA melhorou a RU dos sistemas adesivos universais quando comparado com o modo SE no esmalte sadio e fluorótico, o que nos faz rejeitar parcialmente a primeira hipótese nula. Sabe-se que os sistemas adesivos universais quando aplicados no modo SE se comportam como adesivos autocondicionantes de um passo e não contêm a quantidade suficiente de monômeros ácidos para produzir um padrão de condicionamento semelhante ao

produzido pelo ácido fosfórico. <sup>49-51</sup> De fato, já foi demonstrado uma deficiente e superficial infiltração inter-cristalina dos sistemas adesivos autocondicionantes no esmalte. <sup>49, 51</sup>

Por outro lado, o EDTA é um potente agente quelante que apresenta uma molécula com quatro grupos de ácidos carboxílicos que produzem o sequestro de íons metálicos na superfície dentária e causa a dissolução seletiva da hidroxiapatita. <sup>28</sup> Além disso, o EDTA é capaz de remover a camada de *smear layer*, aumentar o padrão de condicionamento e conseqüentemente melhorar a infiltração dos *primers* acídicos presentes nos sistemas adesivos. <sup>27, 52</sup>

Esse padrão de condicionamento pode ser observado na Figura 2 A e B, onde após a aplicação do EDTA, um padrão de condicionamento mais evidente foi produzido quando comparado ao grupo SE sem condicionamento com o EDTA, levando-nos a rejeitar parcialmente a segunda hipótese nula. Assim hipotetizamos que esse padrão de condicionamento mais evidente, associado a uma melhor infiltração do sistema adesivo permitiu valores RU estatisticamente semelhantes quando comparamos com o condicionamento com ácido fosfórico em esmalte sadio e fluorótico.

Em contrapartida, quando o condicionamento com EDTA foi aplicado antes do sistema adesivo SBU foram obtidas médias de resistência de união semelhantes ao esmalte sadio. O SBU é o único sistema adesivo desse estudo que apresenta o copolímero de ácido polialquenoico (VCP). O VCP tem potencial para aderir quimicamente a hidroxiapatita, pois a abundância de grupos carboxílicos polares

fornece uma alta afinidade de adesão através de uma troca de íons  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{PO}_4^{3+}$ .<sup>53, 54</sup> Assim, nós especulamos que após a aplicação do EDTA que atua como um quelante e produz uma desmineralização superficial da dentina, a hidroxiapatita ficou mais disponível para aderir ao VCP presente no sistema adesivo melhorando os valores de resistência de união.

Embora o condicionamento com EDTA tenha melhorado a resistência de união em esmalte fluorótico quando comparado com o modo SE, o EDTA não afetou os valores de GC dos sistemas adesivos universais, levando-nos a aceitar a segunda hipótese nula. Sabe-se que a aplicação ativa dos adesivos melhora a difusão e interação dos monômeros ácidos presentes na composição destes sistemas adesivos.<sup>55, 56</sup>

De fato, já foi demonstrado que a aplicação ativa dos sistemas adesivos melhora o GC em esmalte sadio<sup>40</sup> e fluorótico<sup>48</sup> uma vez que esta aplicação pode aumentar a difusão externa de solventes, principalmente para adesivos compostos por solventes com baixa pressão de vapor como água/etanol.<sup>57</sup> A melhor evaporação do solvente pode facilitar as alterações na topologia do polímero, reduzindo a fração intrínseca dos nanoporos, promovendo assim o aumento da reticulação e melhores propriedades do polímero dentro da camada adesiva.<sup>36, 58</sup>

Além disso, no esmalte sadio e fluorótico, a média de RU e GC foi significativamente menor para FBU e IBU quando comparada SBU e CUB em todas as condições experimentais. E isso pode estar



relacionada as diferentes composições dos adesivos universais utilizados no presente estudo.

Embora a composição exata de cada adesivo universal seja reservada ao fabricante, o CUB e SBU é um adesivo que contém 10-MDP e, de acordo com o MSDS do FBU, o mesmo não contém 10-MDP. O MDP é um monômero ácido responsável pela interação química com a hidroxiapatita e forma uma nanocamada hidroliticamente estável com cálcio, <sup>59</sup> aumentando a resistência mecânica <sup>60</sup> e protegendo contra a hidrólise. <sup>61</sup>

O sistema adesivo IBU apesar de ter 10-MDP em sua composição, apresenta um pH ácido (1,6) o mais baixo de todos os adesivos universais utilizados neste estudo e é um adesivo que não apresenta HEMA na sua composição. Embora tenham sido relatados resultados promissores em termos de resistência de união para adesivos sem HEMA <sup>56</sup> os mesmos são mais propensos à separação de fases na interface adesiva. <sup>41</sup> Além disso, a IBU contém acetona como solvente e a aplicação ativa desse sistema adesivo pode acelerar a evaporação do solvente e prejudicar a eficiência da penetração do adesivo na interface esmalte-resina. <sup>62</sup>

Os resultados desse estudo promoveram o conhecimento de um agente condicionador capaz de melhorar o desempenho dos sistemas adesivos universais em esmalte fluorótico em relação a estratégia SE, entretanto, teste de resistência de união e grau de conversão para o Micro Raman pode fornecer apenas informações limitadas, relacionadas ao efeito de EDTA em esmalte fluorótico.

Assim, são necessárias mais pesquisas para elucidar as reais vantagens do condicionamento do com EDTA em esmalte fluorótico, principalmente em situações clínicas.

## **5. CONCLUSÃO**

O condicionamento com EDTA antes da aplicação do sistema adesivo universal pode ser considerado uma alternativa para melhorar a adesão em esmalte fluorótico, pois a RU teve valores maiores quando comparados a aplicação dos sistemas adesivos no modo auto condicionante além de não comprometer o GC.



Tabela 1- Sistemas Adesivos, composição e modo de aplicação.

ADESIVOS	COMPOSIÇÃO	AUTOCONDICIONANTE	MODO DE APLICAÇÃO	
			CONDICIONAMENTO ÁCIDO	EDTA
CLEARFIL UNIVERSAL BOND	HEMA, MDP, Bis-GMA, etanol, canforquinona, alifático hidrofílico dimetacilato, acoplamento de silano agente, sílica coloidal, água e aceleradores	1. Aplicar adesivo ativamente por 20s; 2. Jato de ar por 5s; 3. Fotopolimerizar por 10s (1200Mv/cm <sup>2</sup> )	1. Condicionar com ácido fosfórico por 30s; 2. Lavar por 30s; 3. Jato de ar por 5s; 4. Aplicar ativamente o adesivo por 10s; 5. Jato de ar por 5s; 6. Fotopolimerizar por 10s (1200Mv/cm <sup>2</sup> )	1. Aplicar EDTA ativamente por 30s; 2. Lavar por 30 s 3. Jato de ar por 5s 4. Aplicar ativamente o adesivo por 10s; 5. Jato de ar por 5s; 6. Fotopolimerizar por 10s (1200Mv/cm <sup>2</sup> )
FUTURABOND U UNIVERSAL	Líquido1: Adesivo ácido monômero HEMA BISGMA, HEDMA, Catalisador UDMA. Líquido 2: Iniciador de etanol, catalisador.	4. Aplicar o adesivo ativamente por 20s.; 5. Jato de ar por 5s; 6. Fotopolimerizar por 10s (1200Mw/cm <sup>2</sup> )	1. Condicionar com ácido fosfórico por 30s; 2. Lavar por 30s; 3. Jato de ar por 5s; 4. Aplicar o adesivo ativamente por 20s.; 5. Jato de ar por 5s; 6. Fotopolimerizar por 10s (1200Mw/cm <sup>2</sup> )	1. Aplicar EDTA ativamente c por 30s; 2. Lavar por 30 s 3. Jato de ar por 5s 4. Aplicar o adesivo ativamente por 20s.; 5. Jato de ar por 5s; 6. Fotopolimerizar por 10s (1200Mw/cm <sup>2</sup> )
IBOND UNIVERSAL	Acetona, UDMA, TEGDMA, anidro 4-metacriloxietil-trimetilico, fotoiniciador	1. Aplicar com <i>microbrush</i> o adesivo ativamente por 20s; 2. Jato de ar por 5s; 3. Aplicar uma segunda camada de sistema adesivo; 4. Repetir o passo de evaporação do solvente;	1. Condicionar com ácido fosfórico por 30s; 2. Lavar por 30s; 3. Jato de ar por 5s; 4. Aplicar com <i>microbrush</i> o adesivo ativamente por 10s; 5. Jato de ar por 5s;	1. Aplicar EDTA ativamente por 30s; 2. Lavar por 30 s 3. Jato de ar por 5s 4. Aplicar com <i>microbrush</i> o adesivo ativamente por 10s; 5. Jato de ar por 5s; 6. Aplicar outra camada do sistema adesivo;

		5.Fotopolimerizar durante 20s (1200Mw/cm <sup>2</sup> .)	6.Aplicar outra camada do sistema adesivo; 7.Repetir o passo de evaporação do solvente; 8.Fotopolimerizar durante 20s (1200Mw/cm <sup>2</sup> )	7.Repetir o passo de evaporação do solvente; 8.Fotopolimerizar durante 20s (1200Mw/cm <sup>2</sup> )
SINGLE BOND UNIVERSAL	Fosfato de MDP resinas de monômero, dimetacrilato, Bis-GMA, HEMA, metacrilato modificado, ácido Polialenoico, copolímero, canforquina, etanol, água, iniciadores e silano.	1. Aplicar com <i>microbrush</i> o adesivo ativamente por 20s; 2. Jato de ar por 5s; 3. Fotopolimerizar por 10s (1200mW/cm <sup>2</sup> )	1. Condicionar com ácido fosfórico o esmalte por 15s; 2. Jato de água por 15 s; 3. Remover o excesso de água utilizando uma bolinha de algodão ou um papel absorvente; 4. Aplicar com <i>microbrush</i> o adesivo ativamente por 20s; 5. Jato de ar por 5s; 6. Fotopolimerizar por 10s (800mW/cm <sup>2</sup> );	1. Aplicar EDTA ativamente por 30s; 2. Jato de água por 10s; 1. Aplicar com <i>microbrush</i> o adesivo ativamente por 20s; 2. Jato de ar por 5s; 3. Fotopolimerizar por 10s (1200mW/cm <sup>2</sup> )

Abreviações: HEMA, metacrilato de 2-hidroxi-etil; MDP, fosfato de metacrilato de 10-hidroxi-3-(3-dimetilamino)propil carbodiimidil; bis-GMA, metacrilato de bisfenol glicidil; UDMA, uretanodimetacrilato; HEDMA, hexametileno dimetacrilato.

Tabela 2- Número de amostras (%) de acordo com o modo\* de fratura para todos os grupos experimentais

Adesivos	Pré- condicionamento	Esmalte sadio				Esmalte fluorotico			
		A/M	CE	CR	PF	A/M	CE	CR	PF
CUB	ER	50 (100)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	56 (100)	0 (0)	0 (0)	0 (0)
	SE (**)	55 (98)	0 (0)	0 (0)	1 (2)	50 (100)	0 (0)	0 (0)	0 (0)
	EDTA	50 (100)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	52 (100)	0 (0)	0 (0)	0 (0)
FBU	ER	61 (98)	0 (0)	1 (2)	0 (0)	50 (96)	0 (0)	0 (0)	2 (4)
	SE	47 (96)	0 (0)	0 (0)	2 (4)	48 (96)	0 (0)	0 (0)	2 (4)
	EDTA	56 (100)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	55 (98)	0 (0)	0 (0)	1 (2)
IBU	ER	52 (100)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	48 (96)	1 (2)	0 (0)	1 (2)
	SE	57 (98)	0 (0)	0 (0)	1 (2)	54 (96)	0 (0)	0 (0)	2 (4)
	EDTA	57 (98)	0 (0)	1 (2)	0 (0)	52 (96)	0 (0)	0 (0)	2 (4)
SBU	ER	55 (100)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	54 (100)	0 (0)	0 (0)	0 (0)
	SE	50 (96)	0 (0)	0 (0)	2(4)	49 (100)	0 (0)	0 (0)	0 (0)
	EDTA	58(96)	0 (0)	1 (2)	1 (2)	58 (98)	1 (2)	0 (0)	0 (0)

\* A / M - adesivoa/mista; CE – coesiva em esmalte; CR – coesiva em resina; PF - falha prematura.

Tabela 3 – Médias e desvios padrões dos valores da resistência de união por Microcisalhamento (RU em MPa) dos diferentes grupos experimentais\*.

Adesivos	Esmalte sadio			Esmalte fluorotico		
	ER	SE	EDTA	ER	SE	EDTA
CUB	20,48 ± 1,2 A	19,69 ± 1,1 A	20,42 ± 1,2 A	15,61 ± 1,5 C	13,17 ± 0,5 D	15,90 ± 2,0 C
FBU	17,04 ± 1,5 B	14,42 ± 1,2 C	16,08 ± 1,5 B,C	13,90 ± 0,9 D	11,04 ± 0,8 E	13,69 ± 0,5 D
IBU	15,95 ± 1,9 C	14,33 ± 1,1 C	16,19 ± 1,0 B,C	11,26 ± 1,0 E	10,10 ± 0,8 E	12,18 ± 1,0 E
SBU	18,88 ± 1,2 A	16,91 ± 1,3 B	18,04 ± 1,1 A,B	16,47 ± 1,2 B	14,50 ± 1,2 C	16,95 ± 0,7 B

\* Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos (ANOVA três fatores; teste de Tukey, p <0,05)

Tabela 4– Média e desvios padrões dos valores do grau de conversão *In-situ* (%) dos diferentes grupos experimentais\*.

Adesivo	Esmalte sadio			Esmalte fluorotico		
	ER	SE	EDTA	ER	SE	EDTA
CUB	66,18 ± 3,2 B	63,00 ± 2,3 B,C	64,44 ± 1,9 B,C	57,99 ± 3,0 D	56,44 ± 1,6 D	56,21 ± 1,9 D
FBU	61,58 ± 2,6 C	58,57 ± 2,5 D	60,40 ± 2,7 C,D	52,51 ± 1,4 E	51,19 ± 2,1 E	50,49 ± 3,0 E
IBU	59,67 ± 3,1 D	58,59 ± 2,1 D	60,11 ± 2,7 C,D	46,06 ± 3,9 F	47,71 ± 1,2 F	47,70 ± 3,1 F
SBU	72,05 ± 1,7 A	70,78 ± 1,0 A	71,85 ± 2,8 A	61,92 ± 2,4 C	60,55 ± 1,5 C,D	60,97 ± 2,6 D,C

\* Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos (ANOVA três fatores; teste de Tukey, p <0,05)



## ESMALTE SÁDIO

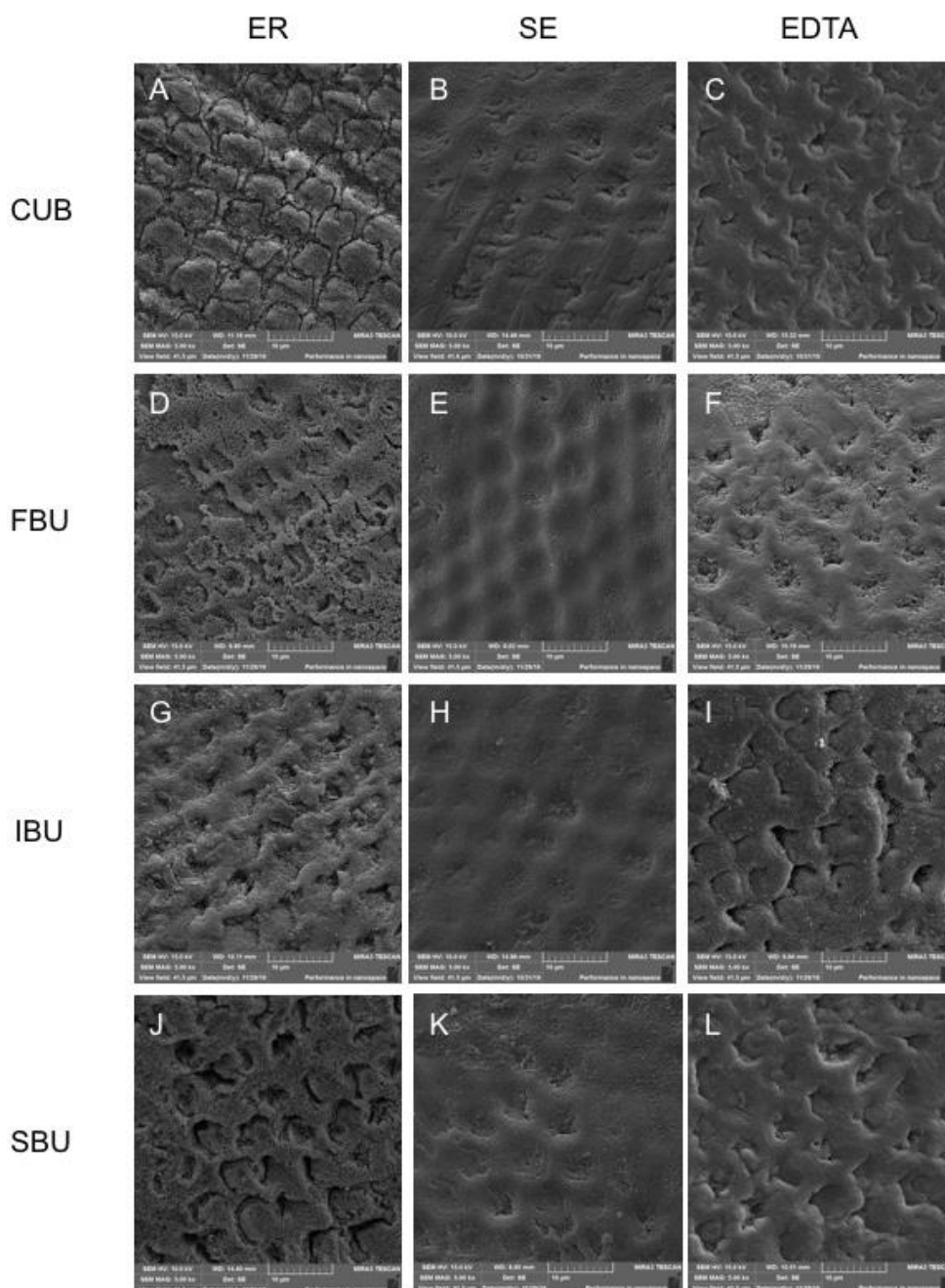


Figura 2 A. Morfologia representativa do esmalte sadio tratado com quatro adesivos universais com diferentes condicionamentos. Observou-se uma maior dissolução dos prismas para o condicionamento ER em esmalte sadio (A, D, G, J) e esmalte fluorótico (a, d, c,f ). Por outro lado, foi observada uma menor dissolução do esmalte par SE em ambos os substratos (B, E, H, K] e fluorótico (b, e, h, k). O condicionamento com EDTA resultou em um padrão de ataque mais evidente com a exposição do esmalte subsuperficial para o esmalte sadio (C, F, I, L) e esmalte fluorótico (c, f, i, l), principalmente quando comparado ao SE .

## ESMALTE FLUORÓTICO

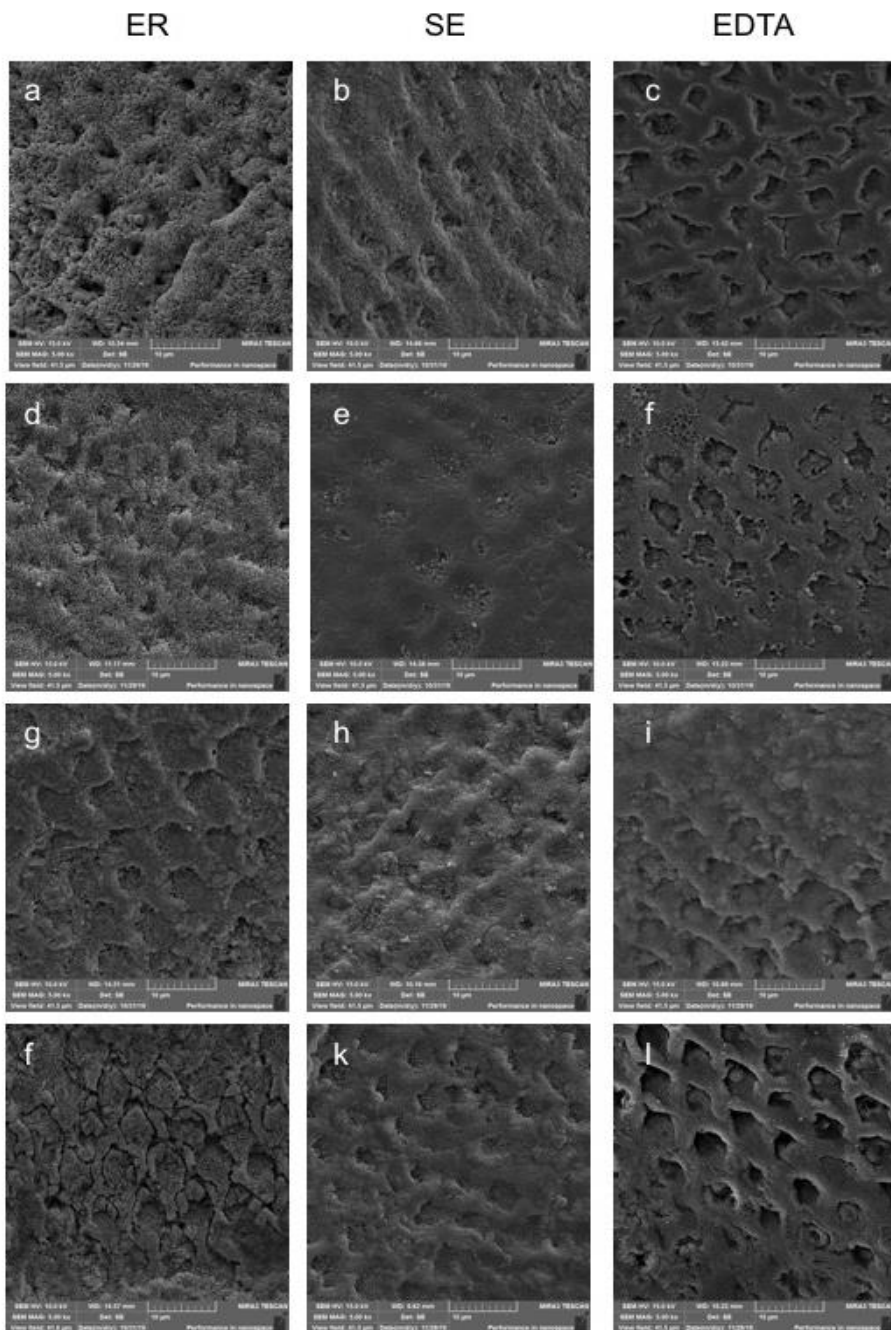


Figura 2.B. Morfologia representativa do esmalte fluorótico tratado com quatro adesivos universais com diferentes condicionamentos. Observou-se uma maior dissolução dos prismas para o pré-condicionamento ER em esmalte sadio (A, D, G, J) e esmalte fluorótico (a, d, c,f ). Por outro lado, foi observada uma menor dissolução do esmalte par SE em ambos os substratos (B, E, H, K] e fluorótico (b, e, h, k). O condicionamento com EDTA resultou em um padrão de ataque mais visível com a exposição do esmalte subsuperficial para o esmalte sadio (C, F, I, L) e esmalte fluorótico (c, f, i, l), principalmente quando comparado ao SE.

## REFERÊNCIAS

1. Buzalaf MA & Levy SM (2011) Fluoride intake of children: considerations for dental caries and dental fluorosis *Monogr Oral Sci* **22** 1-19.
2. Kukleva MP, Kondeva VK, Isheva AV & Rimalovska SI (2009) Comparative study of dental caries and dental fluorosis in populations of different dental fluorosis prevalence *Folia Med (Plovdiv)* **51(3)** 45-52.
3. Pretty IA (2016) High Fluoride concentration toothpastes for children and adolescents *Caries Res* **50 Suppl 1** 9-14.
4. McDonagh MS, Whiting PF, Wilson PM, Sutton AJ, Chestnutt I, Cooper J, Misso K, Bradley M, Treasure E & Kleijnen J (2000) Systematic review of water fluoridation *BMJ* **321(7265)** 855-859.
5. Fejerskov O, Larsen MJ, Richards A & Baelum V (1994) Dental tissue effects of fluoride *Adv Dent Res* **8(1)** 15-31.
6. Thylstrup A & Fejerskov O (1978) Clinical appearance of dental fluorosis in permanent teeth in relation to histologic changes *Community Dent Oral Epidemiol* **6(6)** 315-328.
7. Akpata ES (2001) Occurrence and management of dental fluorosis *Int Dent J* **51(5)** 325-333.
8. Fomon SJ, Ekstrand J & Ziegler EE (2000) Fluoride intake and prevalence of dental fluorosis: trends in fluoride intake with special attention to infants *J Public Health Dent* **60(3)** 131-139.
9. Horowitz HS, Driscoll WS, Meyers RJ, Heifetz SB & Kingman A (1984) A new method for assessing the prevalence of dental fluorosis-the Tooth Surface Index of Fluorosis *J Am Dent Assoc* **109(1)** 37-41.
10. Yildiz G & Celik EU (2013) A minimally invasive technique for the management of severely fluorosed teeth: A two-year follow-up *Eur J Dent* **7(4)** 504-508.
11. Chankanka O, Levy SM, Warren JJ & Chalmers JM (2010) A literature review of aesthetic perceptions of dental fluorosis and relationships with psychosocial aspects/oral health-related quality of life *Community Dent Oral Epidemiol* **38(2)** 97-109.

12. Perdigao J, Lam VQ, Burseth BG & Real C (2017) Masking of enamel fluorosis discolorations and tooth misalignment with a combination of at-home whitening, resin infiltration, and direct composite restorations *Oper Dent* **42(4)** 347-356.
13. Pontes DG, Correa KM & Cohen-Carneiro F (2012) Re-establishing esthetics of fluorosis-stained teeth using enamel microabrasion and dental bleaching techniques *Eur J Esthet Dent* **7(2)** 130-137.
14. Munoz MA, Arana-Gordillo LA, Gomes GM, Gomes OM, Bombarda NH, Reis A & Loguercio AD (2013) Alternative esthetic management of fluorosis and hypoplasia stains: blending effect obtained with resin infiltration techniques *J Esthet Restor Dent* **25(1)** 32-39.
15. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P & Vanherle G (2003) Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges *Oper Dent* **28(3)** 215-235.
16. Swift EJ, Jr., Perdigao J & Heymann HO (1995) Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995 *Quintessence Int* **26(2)** 95-110.
17. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M & Van Meerbeek B (2005) A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results *J Dent Res* **84(2)** 118-132.
18. Fejerskov O, Manji F & Baelum V (1990) The nature and mechanisms of dental fluorosis in man *J Dent Res* **69 Spec No** 692-700; discussion 721.
19. Torres-Gallegos I, G AM-C, Loyola-Rodriguez JP, Patino-Marin N, Encinas A, Ruiz F & Anusavice K (2012) Effectiveness of bonding resin-based composite to healthy and fluorotic enamel using total-etch and two self-etch adhesive systems *Dent Mater J* **31(6)** 1021-1027.
20. Ertugrul F, Turkun M, Turkun LS, Toman M & Cal E (2009) Bond strength of different dentin bonding systems to fluorotic enamel *J Adhes Dent* **11(4)** 299-303.
21. Christensen GJ (1992) Clinical factors affecting adhesion *Oper Dent Suppl* **5** 24-31.

22. Perdigao J, Sezinando A & Monteiro PC (2013) Effect of substrate age and adhesive composition on dentin bonding *Oper Dent* **38(3)** 267-274.
23. Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B & De Munck J (2012) Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine *J Dent* **40(6)** 475-484.
24. Munoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD & Bombarda NH (2013) Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine *J Dent* **41(5)** 404-411.
25. Martini EC, Parreiras SO, Gutierrez MF, Loguercio AD & Reis A (2017) Effect of different protocols in preconditioning with EDTA in sclerotic dentin and enamel before universal adhesives applied in self-etch mode *Oper Dent* **42(3)** 284-296.
26. Ibrahim IM, Elkassas DW & Yousry MM (2010) Effect of EDTA and phosphoric acid pretreatment on the bonding effectiveness of self-etch adhesives to ground enamel *Eur J Dent* **4(4)** 418-428.
27. Imbery TA, Kennedy M, Janus C & Moon PC (2012) Evaluating EDTA as a substitute for phosphoric acid-etching of enamel and dentin *Gen Dent* **60(2)** e55-61.
28. Osorio R, Erhardt MC, Pimenta LA, Osorio E & Toledano M (2005) EDTA treatment improves resin-dentin bonds' resistance to degradation *J Dent Res* **84(8)** 736-740.
29. Kasraei S, Azarsina M & Khamverdi Z (2013) Effect of Ethylene diamine tetra acetic acid and sodium hypochlorite solution conditioning on microtensile bond strength of one-step self-etch adhesives *J Conserv Dent* **16(3)** 243-246.
30. Kwong SM, Cheung GS, Kei LH, Itthagarun A, Smales RJ, Tay FR & Pashley DH (2002) Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique *Dent Mater* **18(5)** 359-369.
31. Armas-Vega ADC, Gonzalez-Martinez FD, Rivera-Martinez MS, Mayorga-Solorzano MF, Banderas-Benitez VE & Guevara-Cabrera OF (2019) Factors associated with dental fluorosis in three zones of Ecuador *J Clin Exp Dent* **11(1)** e42-e48.
32. Basantes EFB, Falconí PRP & Yungan RGA (2018) Estudio toxicológico de las fuentes de agua de las comunidades Atapo

Culebrillas y Santa Teresa por presencia de fluorosis dental *Revista Caribeña de Ciencias Sociales* **abril 2018**.

33. Rozier RG (1994) Epidemiologic indices for measuring the clinical manifestations of dental fluorosis: overview and critique *Adv Dent Res* **8(1)** 39-55.

34. Ermis RB, De Munck J, Cardoso MV, Coutinho E, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2007) Bonding to ground versus unground enamel in fluorosed teeth *Dent Mater* **23(10)** 1250-1255.

35. Shimaoka AM, de Andrade AP, Cardoso MV & de Carvalho RC (2011) The importance of adhesive area delimitation in a microshear bond strength experimental design *J Adhes Dent* **13(4)** 307-314.

36. Reis A, Ferreira SQ, Costa TR, Klein-Junior CA, Meier MM & Loguercio AD (2010) Effects of increased exposure times of simplified etch-and-rinse adhesives on the degradation of resin-dentin bonds and quality of the polymer network *Eur J Oral Sci* **118(5)** 502-509.

37. Reis A, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, Gones OM, Patzlaff R & Loguercio AD (2007) Impact of adhesive application to wet and dry dentin on long-term resin-dentin bond strengths *Oper Dent* **32(4)** 380-387.

38. Muñoz MA, Baggio R, Emilio Mendes YB, Gomes GM, Luque-Martinez I, Loguercio AD & Reis A (2014) The effect of the loading method and cross-head speed on resin–dentin microshear bond strength *International Journal of Adhesion and Adhesives* **50** 136-141.

39. Shimada Y, Yamaguchi S & Tagami J (2002) Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics *Dent Mater* **18(5)** 380-388.

40. Cardenas AM, Siqueira F, Rocha J, Szesz AL, Anwar M, El-Askary F, Reis A & Loguercio A (2016) Influence of conditioning time of universal adhesives on adhesive properties and enamel-etching pattern *Oper Dent* **41(5)** 481-490.

41. Loguercio AD, Munoz MA, Luque-Martinez I, Hass V, Reis A & Perdigao J (2015) Does active application of universal adhesives to enamel in self-etch mode improve their performance? *J Dent* **43(9)** 1060-1070.

42. Perdigao J, Lopes MM & Gomes G (2008) In vitro bonding performance of self-etch adhesives: II--ultramorphological evaluation *Oper Dent* **33(5)** 534-549.
43. Adanir N, Turkkahraman H & Yalcin Gungor A (2009) Effects of adhesion promoters on the shear bond strengths of orthodontic brackets to fluorosed enamel *Eur J Orthod* **31(3)** 276-280.
44. Ateyah N & Akpata E (2000) Factors affecting shear bond strength of composite resin to fluorosed human enamel *Oper Dent* **25(3)** 216-222.
45. Gungor AY, Turkkahraman H, Adanir N & Alkis H (2009) Effects of fluorosis and self etching primers on shear bond strengths of orthodontic brackets *Eur J Dent* **3(3)** 173-177.
46. Torres-Mendez F, Martinez-Castanon GA, Torres-Gallegos I, Zavala-Alonso NV, Patino-Marin N, Nino-Martinez N & Ruiz F (2017) Effects of silver nanoparticles on the bonding of three adhesive systems to fluorotic enamel *Dent Mater J* **36(3)** 266-274.
47. Cardenas AFM, Armas-Veja A, Rodriguez Villarreal JP, Siqueira FSF, Muniz LP, Campos VS, Reis A & Loguercio AD (2019) Influence of the mode of application of universal adhesive systems on adhesive properties to fluorotic enamel *Braz Oral Res* **33** e120.
48. Siqueira FSF, Armas-Vega A, Izquierdo-Bucheli A, Pinto TF, Hanzen TA, Bauer J, Cardenas AFM & Loguercio AD (2019) Does the conditioning mode and duration of universal adhesives affect the bonding effectiveness to fluorotic enamel? *J Adhes Dent* **21(6)** 525-536.
49. Hannig M, Bock H, Bott B & Hoth-Hannig W (2002) Inter-crystallite nanoretention of self-etching adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy *Eur J Oral Sci* **110(6)** 464-470.
50. Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomez N, Tancredo Lde L, Filho LE, Nogueira FN & Loguercio AD (2005) Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin *J Adhes Dent* **7(2)** 117-126.
51. Perdigao J & Geraldeli S (2003) Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel *J Esthet Restor Dent* **15(1)** 32-41; discussion 42.

52. Sauro S, Mannocci F, Toledano M, Osorio R, Pashley DH & Watson TF (2009) EDTA or H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>/NaOCl dentine treatments may increase hybrid layers' resistance to degradation: a microtensile bond strength and confocal-micropermeability study *J Dent* **37(4)** 279-288.
53. Vaidyanathan J, Vaidyanathan TK & Schulman A (1984) Demineralization and ion binding action of polycarboxylate cement liquid on human dental enamel *J Biomed Mater Res* **18(8)** 871-880.
54. Matsuya S, Maeda T & Ohta M (1996) IR and NMR analyses of hardening and maturation of glass-ionomer cement *J Dent Res* **75(12)** 1920-1927.
55. Perdigao J, Gomes G & Lopes MM (2006) Influence of conditioning time on enamel adhesion *Quintessence Int* **37(1)** 35-41.
56. Van Landuyt KL, Snauwaert J, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2008) The role of HEMA in one-step self-etch adhesives *Dent Mater* **24(10)** 1412-1419.
57. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2007) Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives *Biomaterials* **28(26)** 3757-3785.
58. Cadenaro M, Breschi L, Rueggeberg FA, Suchko M, Grodin E, Agee K, Di Lenarda R, Tay FR & Pashley DH (2009) Effects of residual ethanol on the rate and degree of conversion of five experimental resins *Dent Mater* **25(5)** 621-628.
59. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J & Van Meerbeek B (2004) Comparative study on adhesive performance of functional monomers *J Dent Res* **83(6)** 454-458.
60. Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Torii Y, Osaka A, Suzuki K, Minagi S, Van Meerbeek B & Van Landuyt KL (2011) Self-etch monomer-calcium salt deposition on dentin *J Dent Res* **90(5)** 602-606.
61. Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A & Van Meerbeek B (2006) Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite *J Dent Res* **85(10)** 941-944.
62. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, Inoue S, Peumans M, Suzuki K, Lambrechts P & Van



Meerbeek B (2005) Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives *J Dent Res* **84(2)** 183-188.

# ***ANEXO***

## **ANEXO 1: METODOLOGIA DETALHADA**

### **SELEÇÃO E PREPARO DOS DENTES**

Esse trabalho foi aprovado pelo comitê de ética da Universidade Ceuma sob o protocolo nº 3.183.007. Os dentes foram coletados após a obtenção do termo de consentimento livre e esclarecido dos pacientes. Um total de 120 terceiros molares humanos livres de cárie foram utilizados neste estudo, sessenta dentes sem fluorose (TIF 0) e sessenta dentes com fluorose (TIF 4). Os dentes com fluorose foram obtidos de indivíduos residentes em áreas endêmicas por fluorose no Equador (Chimborazo, 2 ppm de fluoreto na água potável).<sup>31, 32</sup>

O diagnóstico de fluorose dentária foi realizado de acordo com a severidade da fluorose utilizando o índice de Thylstrup e Fejerskov (TFI).<sup>33</sup> Antes da seleção dos dentes, dois examinadores foram treinados no procedimento de calibração exatamente como descrito por Ermis et al.<sup>34</sup>

Os molares foram desinfetados com uma solução em timol a 0,1% por uma semana e na sequência armazenados em água destilada em temperatura de 37 °C por até 6 meses após a extração. As raízes de todos os dentes foram removidas pelo seccionamento da junção cimento-esmalte com a ajuda de um disco de corte diamantado (15 HC-4in, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA) sob refrigeração a 300 rpm em uma máquina de corte (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). Em seguida, as coroas dentais foram

seccionadas em duas diagonais ao longo eixo dos dentes, obtendo-se assim fragmentos das quatro faces do elemento dental (mesial, distal, vestibular e lingual) conforme figura 1.



Figura 1. Coroas dentais seccionadas em duas diagonais ao longo eixo dos dentes, obtendo-se assim 4 partes (mesial, distal, vestibular e lingual). Fonte: Andres Felipe Millan Cardenas

Quatrocentos e oitenta espécimes de esmalte, provenientes de cento e vinte dentes foram obtidos para avaliação da resistência de união ao esmalte por microcissalhamento (RU), para o teste de Grau de Conversão (GC) por Micro-Raman e análise qualitativa da superfície por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

## DESENHO EXPERIMENTAL

Os espécimes de esmalte foram distribuídos aleatoriamente em 24 condições experimentais (n = 12 espécimes de esmalte por grupo para os testes de resistência de união (RU); n = 4 para espectropia micro-Raman; n= 4 para padrão de condicionamento de acordo com as combinações das variáveis independentes: (1) Esmalte: Esmalte sadio e Esmalte fluorótico; (2) Sistemas adesivos:

Clearfil Universal Bond (CUB; Kuraray Noritake Dental Inc., Tokio, Japão); Futurabond Universal (FBU, VOCO, Cuxhaven, Alemanha); Ibond Universal (IBU, Heraeus Kulzer, Hanau, Alemanha) e Single Bond Universal (SBU, 3M Oral Care, St. Paul, MN, Estados Unidos); (3) Condicionamento da superfície: condicionamento com ácido fósfórico (ER), sistema adesivo autocondicionante (SE) e condicionamento com EDTA com aplicação ativa manual por 30s conforme o desenho experimental (Figura. 1)

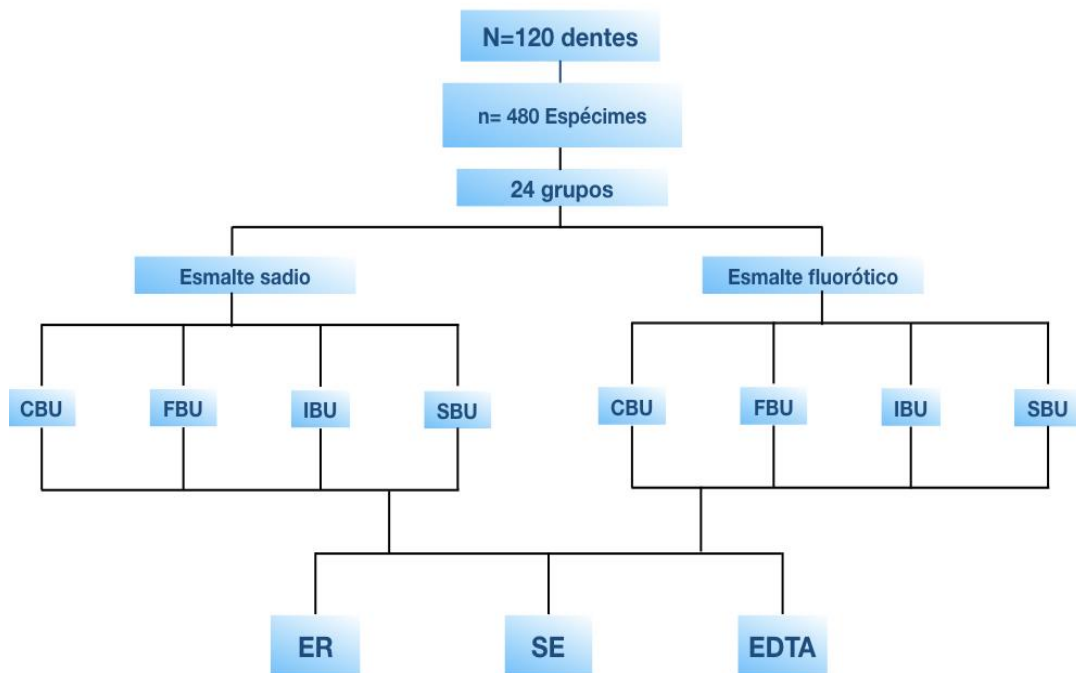


Figura 1. Desenho experimental do estudo.

RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO ESMALTE POR  
MICROCISALHAMENTO (RU)

Para o teste de resistência de união ao esmalte por microcissalhamento (RU), superfície do esmalte foi levemente planificada com uma lixa carbeto de silício de granulação #600 por 60s sob refrigeração com água. A delimitação da área de adesão foi realizada de acordo Shimaoka et al.,<sup>35</sup> 2011. Os espécimes de esmalte foram montados em um anel de PVC contendo resina acrílica (AutoClear, DentBras, Pirassununga, SP, Brasil), de modo que a superfície de esmalte ficasse exposta. Uma fita adesiva dupla face ácido resistente (Adelbras Ind e Com. Adesivos Ltda, São Paulo, SP, Brasil) foi perfurada com um perfurador de Ainsworth (Coltene, Alstatten, Suíça), e após realizada as perfurações a fita foi adaptada na superfície de esmalte. Quatro a seis perfurações por face com um diâmetro interno de 0,8 mm foram feitas na fita adesiva fixada em cada fragmento de esmalte, sendo que a variação no número de perfurações foi devido às diferentes dimensões dos espécimes de esmalte conforme a figura 2.

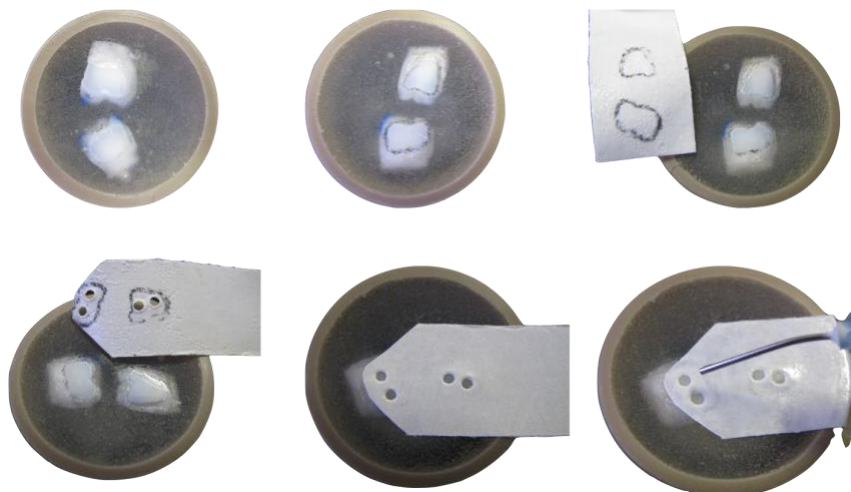


Figura 2. Sequencia de delimitação da área de adesão, posicionamento e perfuração da fita dupla face no esmalte para posterior pré-condicionamento. Fonte: Andres Felipe Millan Cardenas

Um único operador realizou todos os procedimentos adesivos da superfície dos grupos experimentais de acordo com a descrição abaixo:

- 4- Condicionamento ácido fosfórico (ER): O gel de ácido fosfórico foi aplicado pelo tempo recomendado pelo fabricante (30 seg.). Em seguida, as superfícies foram lavadas com água em abundância por 60 segundos.
- 5- Modo Autocondicionante (SE): Cada adesivo foi aplicado ativamente na superfície do esmalte pelo tempo recomendado por cada fabricante. A pressão manual exercida no microbrush (Microbrush International, Grafton, WI, EUA) durante a aplicação foi equivalente a 35g.<sup>36, 37</sup>
- 6- Condicionamento com EDTA (EDTA): uma solução de EDTA a 17% foi aplicada ativamente por 30 segundos. Após aplicação, as superfícies foram lavadas com jato de ar-água por 20 segundos.

Para os grupos do condicionamento com ácido fosfórico ou EDTA, os adesivos universais foram aplicados posteriormente na superfície do esmalte de acordo com as instruções do fabricante (Tabela 1).

Após a aplicação do sistema adesivo, foram colocados de quatro a seis tubos de polietileno transparente *tygon* (Tygon Medical Tubing

Formulações 54-HL, Saint- Gobain Performance Plastics, Akron, OH, EUA), com o mesmo diâmetro interior das perfurações e uma altura de 0,5 mm e foram posicionados sobre a fita dupla face, garantindo que o lúmen do túbulo coincidissem com as áreas circulares expostas pelas perfurações.

Logo após posicionamento dos tubos *tygon*, a resina composta (Opallis, FGM, Joinville, SC, Brasil) foi cuidadosamente inserida dentro de cada tubo, que foi preenchido e pressionado suavemente em posição. A resina foi fotoativada por 40s usando um aparelho fotoativador LED com intensidade de 1200 mW/cm<sup>2</sup> (Radiical, SDI Limited, Bayswater, Victoria, Austrália).

Após armazenamento das amostras em água destilada durante 24 h a 37°C, os tubos *tygon* foram cuidadosamente removidos com uma lâmina de bisturi, expondo os cilindros de resina composta. Cada espécime foi examinado sob microscópio estereoscópico com ampliação de 40x (DI-115B, Digilab, Florianópolis, SC, Brasil) e eram descartados se houvesse evidência de bolhas, porosidades ou lacunas na interface.<sup>38</sup>



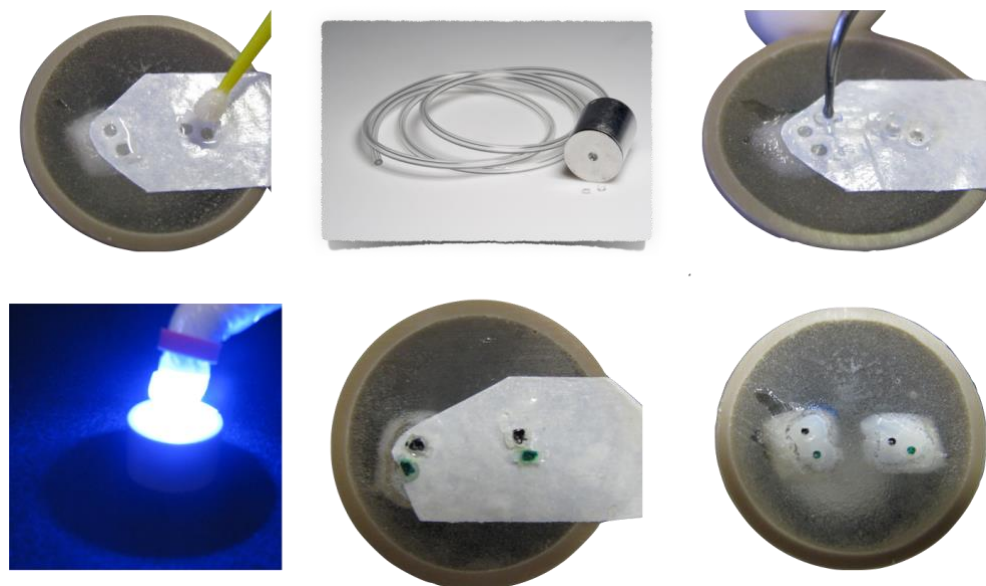


Figura 3. Aplicação do sistema adesivo e confecção dos corpos de prova em resina composta. Fonte: Andres Felipe Millan Cardenas

Os espécimes foram levados a um dispositivo específico para teste de microcisalhamento (Odeme Biotechnology, Joaçaba, SC, Brasil) e acoplado na máquina de ensaios universais (INSTRON, São José dos Pinhais, PR, Brasil). Cada amostra foi posicionada na máquina de ensaio e foi envolvida com por um fio ortodôntico fino (0,2 mm de diâmetro) em torno da base de cada cilindro de resina.

O alinhamento foi mantido (interface resina-esmalte, o fio ortodôntico e o centro da célula de carga) para assegurar a orientação correta das forças de cisalhamento.<sup>39</sup> A velocidade foi ajustada a 1 mm/min até rompimento da interface. Os valores RU (MPa) foram calculados dividindo a carga no momento da falha pela área da superfície (mm<sup>2</sup>). A análise do modo de falha foi realizada sob um estereomicroscópio com a ampliação 100x (Olympus SZ40, Tóquio, Japão) e classificadas como coesiva em esmalte (C/E) ou em resina

composta (C/R), adesiva ou mista (A/M), que incluía falha adesiva e falha coesiva de um dos substratos.

#### GRAU DE CONVERSÃO *IN-SITU* (GC)

Os espécimes de esmalte foram preparados de acordo com estudos prévios.<sup>40, 41</sup> Quatro espécimes de esmalte foram aleatoriamente alocados para cada grupo, conforme descrito anteriormente para RU. As superfícies foram tratadas de acordo com cada grupo experimental como previamente mencionado, os sistemas adesivos foram aplicados e blocos de resina composta foram construídos e polimerizados por 40s usando um aparelho fotoativador LED com intensidade de  $1200 \text{ mW/cm}^2$  (Radiical, SDI Limited, Bayswater, Victoria, Austrália).

Após armazenamento dos dentes restaurados em água destilada 37°C por 24 horas, os espécimes de resina-esmalte foram seccionados longitudinalmente através da interface adesiva com um disco diamantado em uma máquina de corte de baixa velocidade, obtendo fatias de resina-esmalte.

As fatias de resina-esmalte foram polidas com papel de carbetto de silício de 1500, 2000 e 2500 por 15 segundos cada. Em seguida, lavadas em cuba ultrassônica por 20 segundos em água destilada e levadas para o equipamento micro-Raman (microscópio Xplora Raman, HORIBA Scientific, New Jersey, NY, EUA), que foi primeiro calibrado para zero e depois para valores de coeficientes usando uma amostra de silício. As amostras foram analisadas utilizando um laser

de diodo de 638 nm através de uma objetiva de 100 x. O sinal de Raman foi adquirido utilizando uma grade de 600-linhas/mm, utilizando parâmetros a 100 mW, resolução espacial de 3 µm, resolução espectral 5 cm<sup>-1</sup>, tempo de acumulação de 30 segundos com 5 coadições. Os espectros foram obtidos na interface resina-esmalte por fatia em três locais: o primeiro ao centro, e os outros dois a 0,3mm para a direita e esquerda a partir da primeira mensuração.

Espectros dos adesivos não polimerizados foram tomados como referências. A proporção de conteúdo de ligação dupla do monômero para polímero no adesivo foi calculada de acordo com a seguinte fórmula:  $GC (\%) = (1 - [R \text{ polimerizado} / R \text{ não polimerizado}]) \times 100$ , em que 'R' é a relação de da intensidade de picos alifáticos e aromáticos a 1639 cm<sup>-1</sup> e 1609 cm<sup>-1</sup> em adesivos polimerizados e não polimerizados.

#### PADRÃO DE CONDICIONAMENTO EM ESMALTE

O padrão de condicionamento foi avaliado na superfície do esmalte sob microscopia eletrônica de varredura (MIRA3 LM, TESCAN ORSAY HOLDING, Warrendale, PA, EUA). Para isto os espécimes de esmalte foram tratados de acordo a cada grupo experimental. No grupo do condicionamento ácido, o ácido fosfórico foi aplicado por 30 segundos, lavado por 60 segundos e seco e no grupo com condicionamento com EDTA este foi aplicado ativamente por 30 segundos, lavado por 30 segundos e seco. Os sistemas adesivos foram aplicados, porém, não foram fotopolimerizados.

Em seguida, a superfície de esmalte foi imersa em acetona por 24 horas para dissolver os monômeros resinosos dos sistemas adesivos na superfície do esmalte. <sup>42</sup> Após 24 horas, os espécimes foram lavados em água deionizada e álcool 96% por 5 minutos para promover a completa dissolução e remoção dos monômeros dos sistemas adesivos.

Todas as amostras foram coladas em *stubs* metálico com cianocrilato em gel e deixadas em um dessecador contendo sílica coloidal por 12h para, então, serem metalizadas em paládio/ouro (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein). Todas as superfícies de esmalte foram examinadas sob microscopia eletrônica de varredura e fotomicrografias das respectivas superfícies tomadas a 5000x de magnificação.

## ANEXO 2 – PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES ADESIVAS EM ESMALTE FLUORÓTICO

**Pesquisador:** Andrés Felipe Millan Cardenas

**Área Temática:**

**Versão:** 1

**CAAE:** 04507418.0.0000.5084

**Instituição Proponente:** CEUMA-ASSOCIACAO DE ENSINO SUPERIOR

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 3.183.007

#### Apresentação do Projeto:

O objetivo do presente trabalho será avaliar as propriedades adesivas e padrão de condicionamento de sistemas adesivos universais em esmalte sadio e fluorótico. 64 molares humanos serão seccionados em quatro partes (bucal, lingual, mesial e distal) e divididos em 16 grupos de acordo com: Superfície do esmalte (esmalte sadio e esmalte fluorótico) vs. Sistema adesivo (Clearfil Universal Bond, Futurabond U, IBond Universal e Scotchbond Universal) vs. Estratégia adesiva (condicionamento total ou autocondicionante). Após a preparação de cada espécime para cada grupo experimental, serão feitos os testes de resistência de união do esmalte por microcissalhamento e o padrão de falhas. Além disso, será realizado o grau de conversão in-situ da interface adesiva produzido pelos sistemas adesivos e o padrão de condicionamento do esmalte sadio e fluorótico. Os valores de resistência de união por microcissalhamento e grau de Conversão serão submetidos a análise ANOVA três fatores e pós-teste de Tukey com um nível de significância 5%. A avaliação do padrão de condicionamento será avaliada qualitativamente.

#### Objetivo da Pesquisa:

Objetivo Primário:

Avaliar as propriedades da interface adesivo-esmalte e padrão de condicionamento de sistemas adesivos universais em esmalte sadio e fluorótico.

Objetivos Secundários:

**Endereço:** DOS CASTANHEIROS  
**Bairro:** JARDIM RENASCENCA **CEP:** 65.075-120  
**UF:** MA **Município:** SAO LUIS  
**Telefone:** (98)3214-4212 **E-mail:** cep@ceuma.br



Continuação do Parecer: 3.183.007

Comparar a resistência de união de sistemas adesivos universais em esmalte sadio e fluorótico por meio do teste de microcisalhamento.

Comparar o grau de conversão in-situ da interface da interface adesivo-esmalte produzida por sistemas adesivos universais em esmalte sadio e fluorótico por meio do teste de micro-raman

**Avaliação dos Riscos e Benefícios:**

**Riscos:**

Como esta pesquisa será realizada em dentes extraídos por indicação terapêutica, os riscos a sua saúde, são os mesmos que você teria se não consentisse com a participação/doação do elemento dental, ou seja os mesmos riscos da exodontia terapêutica (Utilização de anestésico local e infecção localizada).

**Benefícios:**

Além de da contribuição a ciência pela procura de novos materiais e técnicas que melhorem a adesão no esmalte sadio e fluorótico, a realização do procedimento cirúrgico do paciente, eliminará a formação de cistos, tumores ou surgimento de infecções decorrentes do acúmulo de bactérias nos dentes que estão com indicação prévia para extração.

**Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:**

A pesquisa tem relevância e tem metodologia adequada aos objetivos propostos, será de grande contribuição para a área de estudo

**Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:**

Foram apresentados todos os documentos necessários para apreciação ética e estão adequados com a resolução n° 466/12 do CNS.

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

Sem Pendências

**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_BÁSICAS_DO_P ROJETO_1269732.pdf	07/12/2018 17:43:30		Aceito

Endereço: DOS CASTANHEIROS

Bairro: JARDIM RENASCENÇA

CEP: 65.075-120

UF: MA

Município: SAO LUIS

Telefone: (98)3214-4212

E-mail: cep@ceuma.br



Continuação do Parecer: 3.183.007

Outros	clinica.pdf	07/12/2018 17:41:57	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	tcle.pdf	07/12/2018 17:41:35	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	projeto.pdf	07/12/2018 17:41:21	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Declaração de Pesquisadores	pesquisador.pdf	07/12/2018 17:41:04	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Declaração de Pesquisadores	pequisador.pdf	07/12/2018 17:40:51	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	anu.pdf	07/12/2018 17:40:35	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito
Folha de Rosto	folha_de_rosto_luana.pdf	07/12/2018 09:12:55	Andrés Felipe Millan Cardenas	Aceito

**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Apreciação da CONEP:**

Não

SAO LUIS, 06 de Março de 2019

---

**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

## ANEXO 3 – NORMAS DA REVISTA

### Manuscript Submission (Author Guidelines)

General Requirements **Operative Dentistry** requires electronic submission of all manuscripts. All submissions must be sent to Operative Dentistry using the Allen Track upload site. A mandatory and nonrefundable \$50.00 fee is required at submission. Your manuscript will only be considered officially submitted after it has been approved through our initial quality control check, and any quality problems have been resolved. You will have 6 days from when you start the process to submit and approve the manuscript. After the 6 day limit, if you have not finished the submission, your submission may be removed from the server. You are still able to submit the manuscript, but you must start from the beginning. Be prepared to submit the following manuscript files in your upload: • A Laboratory or Clinical Research Manuscript file must include: o a title o a running (short) title o a clinical relevance statement o a concise summary (abstract) o introduction, methods & materials, results, discussion and conclusion o references (see Below)

- The manuscript body **MUST NOT** include any: o Author identifying information such as:
  - ♣ Authors names or titles
  - ♣ Acknowledgements
  - ♣ Correspondence information
  - ♣ Response to reviewer files should also **NOT** include any author identifying information, such as a signature at the end, etc. o Figures o Graphs o Tables
- An acknowledgement, disclaimer and/or recognition of support (if Current as of: 1-Oct-18 18 applicable) must be uploaded as a separate file and uploaded as miscellaneous material.



- Appendix material that you would like us to publish electronically with your article, but not as part of your printed manuscript (such as indices, supplemental tables, etc.), should be submitted as supplemental material. It will not be typeset, and will appear exactly as you provide to Operative Dentistry. References submitted as part of supplemental material should appear in our preferred reference format. Supplemental material is viewable by the reviewers, and so SHOULD NOT contain any author identifiable information.
- All figures, illustrations, graphs and tables must also be provided as individual files. Figures should be submitted without figure letters or numbers within the image itself, these designations will be added by the journal staff as needed. All Figures should be high-resolution images, which are used by the editor in the actual typesetting of your manuscript. Please refer to the instructions below for acceptable formats and sizes.
- All other manuscript types use this template, with the appropriate changes as listed below.
- When figures of identifiable individuals are submitted, the author must verify that they have received releases from the individual or guardian to use said figure. Eye blocks are no longer sufficient to anonymize an individual. Eye blocks may still be used, but a release will still be required.
- ALL studies using human tissue must have an accompanying Institutional Review Board (IRB) statement – it must indicate that either the board has approved the study, or that the study is exempted from approval. There are no exceptions to this policy.
- All studies using animal tissue must have an accompanying approval from the appropriate ethics board.
- All manuscripts reporting on a Clinical Trial must indicate that the trial information was submitted to a public Clinical Trial Registry. A URL of where the trial appears in a registry is required to be submitted with the manuscript.

Complete the online form (which includes complete author information, copyright release and conflict of interest), and select the files you would like to send to Operative Dentistry. Manuscripts that do not meet our formatting and data requirements listed below will be sent back to the corresponding author for correction. Important Information

- All materials submitted for publication must be submitted exclusively to Operative Dentistry.
- The editor reserves the right to make literary corrections.
- Currently, color will be provided at no cost to the author if the editor deems it essential to the manuscript. However, we reserve the right to convert to gray scale if color does not contribute significantly to the quality and/or information content of the paper.
- The author(s) retain(s) the right to formally withdraw the paper from consideration and/or publication for any reason up to the submission of the final paper to our press vendor for publication.
- International authors whose native language is not English must have their work reviewed by a native English speaker prior to submission. o Manuscripts that are rejected before peer-review for English correction should be entered as a new manuscript upon resubmission. In the manuscript comments box the comment, “this is a resubmission of manuscript number XX-XXX” should be noted. o Manuscripts that are rejected after peer-review are not eligible for resubmission. o Manuscripts that have major revisions requested (i.e. For English correction) are entered as a resubmission of the original article.
- Spelling must conform to the American Heritage Dictionary of the English Language, and SI units for scientific measurement are preferred.
- While we do not currently have limitations on the length of manuscripts, we expect papers to be concise; authors are also encouraged to be selective in their use of figures and tables, using only those that contribute significantly to the understanding of the research.

- Acknowledgement of receipt is sent automatically upon acceptance through Current as this may take up to 7 days. If you do not receive such an acknowledgement, please check your author homepage at <http://jopdent.allentrack.net> if the paper does not appear there please resend your paper.

IMPORTANT: Please add our e-mail address to your address book on your server to prevent transmission problems from spam and other filters. Also make sure that your server will accept larger file sizes. This is particularly important since we send page-proofs for review and correction as .pdf and/or .doc(x) files.

### **Manuscript Type Requirements:**

All Manuscripts CORRESPONDING AUTHOR must provide a WORKING / VALID e-mail address which will be used for all communication with the journal. \*NOTE: Corresponding authors MUST update their profile if their e-mail or postal address changes. If we cannot contact authors within seven days, their manuscript will be removed from our publication queue.

AUTHOR INFORMATION must include: • full name of all authors • complete mailing address for each author • valid email address for each author • degrees (e.g. DDS, DMD, PhD) • affiliation (e.g. Department of Dental Materials, School of Dentistry, University of Michigan)

MENTION OF COMMERCIAL PRODUCTS/EQUIPMENT must include:

- full name of product
- full name of manufacturer
- city, state and country of manufacturer

MANUSCRIPTS must be provided as Word for Windows files. Files with the .doc and .docx extensions are accepted. TABLES may be submitted as either Word (.doc and .docx) or Excel (.xls and .xlsx) files. All tables must be legible, with fonts being no smaller than 7 Current as of:

Tables have the following size limitations: In profile view a table must be no larger than 7 x 9 inches; landscape tables should be no wider than 7 inches. It is the Editor's preference that tables not need to be rotated in order to be printed, as it interrupts the reader's flow. ILLUSTRATIONS, GRAPHS AND FIGURES must be provided as TIFF or high resolution JPEG files with the following parameters: • line art (and tables that are submitted as a graphic) must be sized with the short edge being no shorter than 5 inches. It should have a minimum resolution of 600 dpi and a maximum resolution of 1200 dpi. This means the shortest side should be no smaller than 3000 pixels. • gray scale/black & white figures must be sized with the short edge being no shorter than 5 inches. It should have a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.

This means the shortest side should be no smaller than 1500 pixels.

- color figures and photographs must be sized with the short edge being no shorter than 3.5 inches. It should have a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi. This means that the shortest side should be no smaller than 1050 pixels.

Other Manuscript Type – Additional Requirements CLINICAL TECHNIQUE/CASE STUDY MANUSCRIPTS must include as part of the narrative:

- a running (short) title
- purpose
- description of technique
- list of materials used
- potential problems
- summary of advantages and disadvantages
- references (see below)

**LITERATURE AND BOOK REVIEW MANUSCRIPTS** must include as part of the narrative:

- a running (short) title

- a clinical relevance statement based on the conclusions of the review
- conclusions based on the literature review...without this, the review is just an exercise and will not be published
- references (see below) References REFERENCES must be numbered (superscripted numbers) consecutively as they appear in the text and, where applicable, they should appear after punctuation.

The reference list should be arranged in numeric sequence at the end of the manuscript and should include:

1. Author(s) last name(s) and initial (ALL AUTHORS must be listed) followed by the date of publication in parentheses.
2. Full article title.
3. Full journal name in italics (no abbreviations), volume and issue numbers and first and last page numbers complete (i.e. 163-168 NOT attenuated 163-68).
4. Abstracts should be avoided when possible but, if used, must include the above plus the abstract number and page number.
5. Book chapters must include chapter title, book title in italics, editors' names (if appropriate), name of publisher and publishing address.
6. Websites may be used as references, but must include the date (day, month and year) accessed for the information.
7. Papers in the course of publication should only be entered in the references if they have been accepted for publication by a journal and then given in the standard manner with "In press" following the journal name.
8. DO NOT include unpublished data or personal communications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date.
9. References that contain Crossref.org's DOIs (Digital Object Identifiers) should always be displayed at the end of the reference as permanent. The prefix <http://dx.doi.org/> can be appended to the listed DOI to create this URL. i.e. <http://dx.doi.org/10.1006/jmbi.1995.0238>

## Reference Style Guide :

- Journal article-two authors: Evans DB & Neme AM (1999) Shear bond strength of composite resin and amalgam adhesive systems to dentin American Journal of Dentistry 12(1) 19-25.
- Journal article-multiple authors: Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH & Robinson SJ (1997) Current concepts on adhesion to dentin Critical Review of Oral and Biological Medicine 8(3) 306-335.
- Journal article: special issue/supplement: Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P & Vanherle G (2001) Adhesives and cements to promote preservation dentistry Operative Dentistry (Supplement 6) 119-144.
- Abstract: Yoshida Y, Van Meerbeek B, Okazaki M, Shintani H & Suzuki K (2003) Comparative study on adhesive performance of functional monomers Journal of Dental Research 82(Special Issue B) Abstract #0051 p B-19.
- Corporate publication: ISO-Standards (1997) ISO 4287 Geometrical Product Specifications Surface texture: Profile method – Terms, definitions and surface texture parameters Geneve: International Organization for Standardization 1st edition 1-25.
- Book-single author: Mount GJ (1990) An Atlas of Glass-ionomer Cements Martin Duntz Ltd, London.
- Book-two authors: Nakabayashi N & Pashley DH (1998) Hybridization of Dental Hard Tissues Quintessence Publishing, Tokyo.
- Book-chapter: Hilton TJ (1996) Direct posterior composite restorations In: Schwarts RS, Summitt JB, Robbins JW (eds) Fundamentals of Operative Dentistry Quintessence, Chicago 207-228.
- Website-single author: Carlson L (2003) Web site evolution; Retrieved online July 23, 2003 from: <http://www.d.umn.edu/~lcarlson/cms/evolution.html>
- Website-corporate publication: National Association of Social Workers (2000) NASW Practice research survey 2000. NASW

Practice Research Current as of: 1-Oct-18 24 Network, 1. 3. Retrieved  
online September 8, 2003 from:

**<http://www.socialworkers.org/naswprn/default>**

• Journal Article with DOI: SA Feierabend, J Matt & B Klaiber (2011) A Comparison of Conventional and New Rubber Dam Systems in Dental Practice. *Operative Dentistry* 36(3) 243-250, <http://dx.doi.org/10.2341/09-283-C> Author Rights Authors of accepted manuscripts will be given access to a .pdf of their published version. Author acceptance letters give the right to the author to make unlimited prints of the manuscript. Authors may not share the electronic file. Those authors who are required to post a copy of their manuscript to a University, or Government repository due to professional or funding contract stipulations, may do so after receipt of the article as stated above; and after notifying Operative Dentistry, Inc. (at [editor@jopdent.org](mailto:editor@jopdent.org)) of their intent to post, and to what repository it will be posted, as well as the URL at which it will appear. Authors may post their articles to their own professional website as well. Any electronic postings should contain the appropriate copyright statements as listed in this manual (under "copyright"). Reviewers and the Reviewer Board The list of current Reviewer Board Members will be printed in issue 6 of each volume in a manner that will allow the reviewer to remove the pages for use in professional folders. Reviewer Board members serve as the primary source for peer review of submitted manuscripts, and are invaluable to us. In order to be as efficient as possible for everyone, Reviewers are required to update the online review system with current email address, areas of interest, and dates when unavailable for review. Every effort is made to limit review requests of new manuscripts. It will be assumed that members who repeatedly fail to respond with acceptance or regrets to requests for review will be removed from the Reviewer Board. Should a reviewer's circumstance change to where they are no longer able or willing to review, we request that a notice be sent to our offices at [editor@jopdent.org](mailto:editor@jopdent.org). Reviewer Board Members can expect to be asked to review to

completion no more than 6 (original) manuscripts a year, and to participate in the annual Reviewer Board Meeting, whether in person, or by proxy.

The following items apply to all reviewers for Operative Dentistry:

- Jopdent must have a CV and current email address on file – the CV is due by the last day of September in the year in which the reviewer completed a review (in order to be recognized in issue 6). It should be updated by the reviewer upon any significant change.
- To be considered for the RB, a reviewer must have 3 or more published articles in internationally recognized journals in which the reviewer was either a corresponding author or 1st author on at least one article.
- A reviewer with “no response” for every request made in a calendar year will be released from the RB.
- A reviewer who completed 0 reviews in a calendar year citing, “time constraints” will be released from the Reviewer Board. Inopportune requests can be prevented by having reviewer availability dates current.
- A reviewer who cites, “conflict of interest” to either decline or withdraw from a review will not be charged for a declined review.

Reviewer Instructions Review Process The manuscript submission and peer review process is broken down into the following 5 steps:

1. The author submits a manuscript.
2. The editor/associate editor assigns reviewers to the manuscript.
3. The reviewers review the manuscript.
4. The editor makes the final decision.
5. The staff contacts the author with the decision.

As a reviewer, you are responsible for step #3. Review Manuscript After logging into the system and pressing on a manuscript link preceded by a red arrow, you will be presented with a "Manuscript" screen. At the bottom of this screen under "Manuscript Tasks" will be displayed a "Review Manuscript" link.



Clicking on this link will display the "Review Manuscript" Screen. This screen is broken into 4 parts as follows:

1. Manuscript background information.
2. A review drop-down selection.
3. Remarks to the author.
4. Remarks to the editor.

Once you have submitted your review, we will e-mail you an acknowledgment that we have received your review. This e-mail will contain a copy of your review that you can save for your records, if you wish.

When submitting a review, please evaluate the suitability of the manuscript you have reviewed for publication in Operative Dentistry. Rate the manuscript in one of the following four categories:

- ACCEPT (no corrections necessary)
- CONDITIONAL ACCEPT (minor corrections/revisions necessary)
- RECONSIDER AFTER MAJOR REVISIONS
- REJECT

Please provide as many specific comments and suggestions as possible. REMARKS TO THE AUTHOR ARE REQUIRED, and are extremely helpful to the editor in the final decision-making process and to the authors in possibly improving the quality of their paper.

The following should be considered in formulating your comments:

- interest to our readership
  - overall contribution to the knowledge base
  - validity of the clinical relevance statement
  - acceptability of research methods and design
  - appropriateness of sample selection and size
  - adequacy of figures, tables and references
  - accuracy of statistical treatment
  - consistency of conclusions with reported results
- You are not asked to make a thorough English edit of the manuscript. However,

identifying English errors that make it difficult to understand the meaning of the writing is entirely appropriate. If significant English editing is required, please make that clear in your comments and a request will be made to the authors to obtain that editing. The journal has the option of accepting a manuscript for e-publication only. This will allow publication without displacing other manuscripts that should go to press. A recommendation to "accept for e-publication only" or "conditional acceptance for e-publication only" or "reconsider after major revision for epublication only" are appropriate reviewer recommendations and are best placed in the confidential comments to the editor. When you first log into the system, you will be taken to your "Home" page. It will have different categories of tasks. If you are required to perform a pending action item, there will be a red arrow next to a manuscript link.

After clicking on this link, you will be presented with a "Manuscript" screen containing:

- Detailed information about a specific manuscript.
- A link to the merged PDF file containing the manuscript text, figures and tables.
- Links to the original manuscript file and associated figures/images and supplemental data, if any.
- A list of "Manuscript Tasks" or links allowing you to:
  - o Accept/Decline Reviewer Position.
  - o Check Status
  - o Review Manuscript (Not all links will be present all the time. Only the applicable links will be visible.)If there are no red arrows visible on the "Home" page, then you are finished. There is no pending work you need to worry about. Getting Help If you need additional help, you can click on the help signs spread throughout the system.

A help dialog will pop up with context sensitive help. Manuscript Status You can get the status of your assigned manuscript(s) by:

1. Logging into the system with your password.
2. Clicking on the link represented by the manuscript tracking number and abbreviated title.

3. Clicking on the "Check Status" link at the bottom of the displayed page. This procedure will display detailed tracking information about where the manuscript is in the submission/peer review process.

Conflicts of Interest OpDent believes in the free market and that it is in the best interest of the profession for the market to give back generously to those groups who promote continuing education of those professionals. There must be clear guidelines and expectations however, so that the goodwill and generosity of the Market do not taint the educational activities with bias, real or imagined. To this end we have adopted the following policies and guidelines. Commercialism To those who advertise in any medium at any activity where Operative Dentistry, Inc. is acting as the administrative authority for continuing education, whether as sole authority, or in joint sponsorship, the following guidelines must be observed:

1. Program topic selection will be based on perceived needs for professional information and not for the purpose of endorsing specific commercial drugs, materials, products, treatments, or services.
2. Funds received from commercial sources in support of any educational programs shall be unrestricted and the planning committee of said program shall retain exclusive rights regarding selection of presenters, instructional materials, program content and format, etc.
3. Promotional material or other sales activities are not allowed in the area of instruction, neither in the lecture hall/operatorary nor in close proximity to the doors of said areas.

Commercial Support To those who provide monetary support for any activity where Operative Dentistry, Inc. is acting as the administrative authority for continuing education, whether as sole authority, or in joint sponsorship, the following guidelines must be observed:

1. Program topic selection will be based on perceived needs for professional information and not for the purpose of endorsing specific commercial drugs, materials, products, treatments, or services.

2. Funds received from commercial sources in support of any educational programs shall be unrestricted and the planning committee of said program shall retain exclusive rights regarding selection of presenters, instructional materials, program content and format, etc.

3. Any and all commercial support received shall be acknowledged in program announcements, brochures, and in the on-site program book. This announcement may not be located on any page, or facing page, of the book announcing program speakers, or program evaluations.

4. Commercial support shall be limited to: a. The payment of reasonable honoraria; b. Reimbursement of presenters' out-of-pocket expenses; and The payment of the cost of modest meals or social events held as part of an educational activity.

5. When the Provider supports presenters, support shall be limited to:  
a. The payment of reasonable honoraria;  
and b. Reimbursement of presenters' out-of-pocket expenses.

Full Disclosure To those who present at any activity where Operative Dentistry, Inc. is acting as the administrative authority for continuing education, whether as sole authority, or in joint sponsorship, the following guidelines must be observed:

1. All presentations should promote improvements in oral healthcare and not specific drugs, devices, services, or techniques.

2. Any media shown to the participants should be free from advertising, trade names, or product messages (except as applies in guideline #3).

3. Presenters shall avoid recommending or mentioning any specific product by its trade name, using generic terms whenever possible.

When reference is made to a specific product by its trade name, reference shall also be made to competitive products. Conflict of Interest A Conflict of interest may be considered to exist if a presenter, author or reviewer for an OpDent CDE activity is directly affiliated with or has a direct financial interest in any organization(s) that may be co-

supporting a course/manuscript, or may have a direct interest in the subject matter of the presentation/manuscript. The intent of this policy is not to prevent a speaker with an affiliation or financial interest from making a presentation, or submitting a manuscript. It is intended that any potential conflict be identified openly so that the participants in the CDE have the full disclosure of the facts so that they may form their own judgments about the presentation/manuscript.

Current as of: 1-Oct-18 31 To those who participate at any activity where Operative Dentistry, Inc. is acting as the administrative authority for continuing education, whether as sole authority, or in joint sponsorship, the following guidelines should be understood: Presenter Speakers/presenters at any CE activity will be required to disclose any potential bias towards commercial supporters, or any other commercial entity that will be mentioned in their presentation. Author Authors of every accepted manuscript will be required to disclose any potential bias towards commercial supporters, or any other commercial entity that will be mentioned in their manuscript. Reviewer Reviewers of manuscripts will be required to disclose any potential bias towards commercial supporters, or any other commercial entity that is mentioned in the manuscripts they are asked to review. Should a conflict arise, the reviewer is obligated to withdraw themselves as reviewers of the manuscript, and OpDent will select a new reviewer.

Faculty Posting: Faculty postings are available from OpDent for a \$175.00USD flat fee which covers up to 250 words and free logo placement if one is provided. Each additional 50 words is charged at \$50.00USD per unit, and each additional issue for which you would like the posting to run is charged at \$50.00USD as well. OpDent reserves the right to refuse any posting. Honoraria: ADA CERP STANDARDS require written policies and procedures governing honoraria and reimbursement of out-of-pocket expenses for all Continuing Education Events. Additionally, the provider, the joint provider, or designated educational partner must pay directly any

instructor/presenter honoraria or reimbursement of out-of-pocket expenses in compliance with the provider's written policies and procedures. Joint providers have the option of using Operative Dentistry, Inc's (OpDent) policy (outlined below) or another policy. If using another policy, a copy must be provided with the application for Joint-Sponsorship. As a subscription supported, non-profit organization, OpDent requests a speaker's expenses be covered by their own organization. If expenses are not covered by the speaker's organization, prior approval must be received by OpDent. If an activity receives commercial support, OpDent enforces the ADA CERP STANDARDS on commercial support to verify commercial support funds designated for honoraria and expenses, as outlined in the "Commercial Supporter Agreement." OpDent must maintain/receive a detailed reconciliation of the commercial support funds at the conclusion of the activity. Honoraria and expenses are paid from the net revenue of the activity. If a joint sponsor organization does not have its own policy, it is encouraged to use OpDent's policy. The Editor must approve any changes or deviation to the following for OpDent Board of Directors.

The Managing Editor must approve any changes or deviation to the following for OpDent staff. Tier 1 – For Board of Directors (as approved by Editor), Editorial and Office Staff of Operative Dentistry

1. Airfare a. Reimbursable expenses i. 21-day advance purchase ii. Coach airfare b. Non-reimbursable expenses i. Less than 21-day advance purchase ii. First class airfare iii. Additional\* &/or overweight baggage fees \*Additional applies to more than one standard luggage piece

2. Lodging a. Reimbursable expenses i. Standard room at host hotel ii. Length of stay 1. One night per calendar day containing an invited lecture/presentation 2. One night per calendar day containing any number of required meeting(s) b. Non-reimbursable expenses i. Phone charges ii. Internet charges iii. Movies iv. Alcohol v. Mini-bar items vi. Business center expenses 1. Exception for Office Manager

or Editorial Assistant for reasonable business center charges in performance of official duties.

3. Transportation to/from airport a. Reimbursable expenses i. Personal vehicle – mileage to/from airport (current standard IRS rate) ii. Airport shuttle iii. Hotel shuttle iv. Standard taxi service v. Rental vehicle – economy class only (only applicable for Board & Staff members with prior Editor approval) b. Non-reimbursable expenses i. Limo service ii. Rental vehicle – any other class above economy

4. Meals & Entertainment a. Reimbursable expenses i. Business related (following items must be detailed on the expense report) 1. Where 2. With whom 3. Business purpose ii. \$60/day maximum b. Non-reimbursable expenses i. Alcohol

5. Honoraria a. OPDENT requests speakers to waive all fees b. Prior approval required to pay honorarium

6. Miscellaneous Expenses a. Tips (not to exceed 20% of documented expense) i. Airport ii. Transportation iii. Hotel OPDENT requires all expense reports to be submitted within 10 business days following the activity. Tier 2 – For Joint-Sponsor presenters that are not eligible for Tier 1 reimbursement.

1. Airfare a. Reimbursable expenses i. 21-day advance purchase ii. Coach airfare b. Non-reimbursable expenses i. Less than 21-day advance purchase ii. First class airfare iii. Additional\* &/or overweight baggage fees \*Additional applies to more than one standard luggage piece

2. Other Expenses a. Per Diem i. Should pay for hotel, food, travel and reasonable incidentals ii. Paid per calendar day containing an invited lecture/presentation plus one day b. Based on the Globalization and World Cities Research Network (GaWC) list of city tiers i. Rates 1. Alpha Cities - USD400/day 2. Beta Cities - USD325/day

3. Gamma Cities - USD275/day 4. High Sufficiency cities - USD225/day 5. Sufficiency Cities - USD200/day ii. Unlisted Cities 1. Unlisted cities will be categorized by the Editor