

Universidade de São Paulo FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO DEPARTAMENTO DE MATERIAIS DENTÁRIOS E PRÓTESE PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM REABILITAÇÃO ORAL



TATIANE CRISTINA DOTTA

EFEITO DE NANOPARTÍCULAS DE CARBONATO DE ESTRÔNCIO E CARBONATO DE CÁLCIO PARCIALMENTE SUBSTITUÍDO POR ESTRÔNCIO NA REMINERALIZAÇÃO E OBLITERAÇÃO TUBULAR DA DENTINA

RIBEIRÃO PRETO 2019

TATIANE CRISTINA DOTTA

EFEITO DE NANOPARTÍCULAS DE CARBONATO DE ESTRÔNCIO E CARBONATO DE CÁLCIO PARCIALMENTE SUBSTITUÍDO POR ESTRÔNCIO NA REMINERALIZAÇÃO E OBLITERAÇÃO TUBULAR DA DENTINA

Versão corrigida

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, para obtenção do Título de Mestre em Ciências no programa de Odontologia.

Área de concentração: Reabilitação Oral

Orientadora: Profa. Dra. Alma Blásida Concepción Elizaur Benitez Catirse AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO DO TEOR TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca Central do Campus USP - Ribeirão Preto

Dotta, Tatiane Cristina

Efeito de nanopartículas de carbonato de estrôncio de carbonato de cálcio parcialmente substituído por estrôncio na remineralização e obliteração tubular da dentina, 2019.

154p.: il.; 30 cm

Dissertação de Mestrado, apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo. Área de concentração: Reabilitação Oral.

Versão corrigida da Dissertação. A versão original se encontra disponível na Unidade que aloja o Programa.

Orientadora: Catirse, Alma Blásida Concepción Elizaur Benitez.

1. Dentifrícios. 2. Dentina. 3. Hipersensibilidade da Dentina. 4. Estrôncio. 5. Análise Química.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Tatiane Cristina Dotta. Efeito de nanopartículas de carbonato de estrôncio e carbonato de cálcio parcialmente substituído por estrôncio na remineralização e obliteração tubular da dentina.

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, para obtenção do Título de Mestre.

Área de Concentração: Reabilitação Oral.

Aprovada em: ____/___/____

Banca Examinadora

Prof. Dr		
Instituição:		
Julgamento:	Assinatura:	
Prof. Dr		
Instituição:		
Julgamento:	Assinatura:	
Prof. Dr		
Instituição:		
Julgamento:	Assinatura:	

A vida é uma peça de teatro que não permite ensaios. Por isso, cante, chore, dance, ria e viva intensamente, antes que a cortina se feche e a peça termine sem aplausos.

(Charlie Chaplin)

Dedico Este Trabalho

À **Deus**, fonte de luz e sabedoria. Obrigada Senhor por guiar meus passos e pensamentos, dando-me conhecimento suficiente a fim de alcançar e concretizar tal mérito.

Aos meus amados pais José Ricardo Dotta e Maria Cristina Simões Dotta. Vocês são meus verdadeiros heróis, exemplos de postura, profissionalismo, humanidade e amor. Pessoas em quem me espelho todos os dias. Obrigada por todos os incentivos e apoio depositados em prol de minha formação profissional. Vocês me ensinaram os verdadeiros valores da vida: responsabilidade, respeito, educação e dedicação. Sou muito grata por sempre estarem ao meu lado, me amparando nos momentos felizes e tristes e por compreenderem os motivos da minha constante ausência. Sei o quanto se sacrificaram abdicando dos seus próprios sonhos para tornar realidade os meus. Sem vocês não seria possível alcançar tal mérito. Serei eternamente grata. Amo muito vocês!

> Ao meu irmão **Tales Ricardo Dotta** por toda força, ajuda, amizade, compreensão e companheirismo. Por transformar momentos simples em grandes lembranças inesquecíveis e por tornar esta caminhada mais fácil, divertida e prazerosa. Sem você a vida seria muito mais sem graça. Muito obrigada por fazer parte de tudo, te amo muito maninho.

Às minhas avós Antônia Canela Simões e Nair Dezena Dotta *(in memoriam)*. Por todo incentivo e preocupação, e por todas as orações que fizeram por mim durante minha caminhada.

À Gisele Alves da Silva. Por todo apoio, companheirismo e incentivo nesta nova etapa. Por fazer parte da minha vida, sempre me amparando nos momentos mais difíceis me dando força para prosseguir. Por transformar momentos simples em grandes lembranças inesquecíveis e por tornar esta caminhada mais fácil, divertida e prazerosa. Eu te amo muito!

Agradecimentos Especiais

À professora, doutora e orientadora Alma Blásida Concepción Elizaur Benitez Catirse por toda dedicação, orientação, confiança e ensinamentos imprescindíveis para a elaboração desta dissertação. Muito obrigada por acreditar em meu potencial e abrir novas portas para meu futuro profissional, me ensinando e orientando da melhor forma possível. Agradeço por ser esse ser humano tão iluminado, me mostrando que é possível associar humanidade, amor, carinho, amizade, competência e profissionalismo. Espero levar sua amizade e carinho por toda minha vida. Muito obrigada!

À professora, doutora e também co-orientadora **Ana Paula Ramos**, por todos os conhecimentos, ensinamentos e confiança depositados em prol dessa nova conquista. Com certeza sem a senhora nada disso seria possível se concretizar. Muito obrigada por permitir a vivência e a chance de trabalhar com esta linha de pesquisa. Meus sinceros e eternos agradecimentos!

MEUS AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, na pessoa da atual Diretora Profa. Dra. **Léa Assed Bezerra da Silva** e do Vice-Diretor Dr. **Arthur Belém Novaes Júnior.**

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro para realização desta pesquisa.

Aos **professores** da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – USP, por seus ensinamentos e exemplos de dedicação.

Aos **professores do curso de pós-graduação em Reabilitação Oral** da FORP – USP, por todo ensinamento, paciência, dedicação e encorajamento em toda minha caminhada.

Aos **docentes e funcionários do Departamento de Materiais Dentários e Prótese** na pessoa da Profa. Dra. **Valéria Oliveira Pagnano de Souza**, chefe do departamento onde foi realizado este trabalho e que sempre viabilizaram nossas pesquisas.

Aos **docentes e funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora** na pessoa do Prof. Dr. **Manoel Damião de Sousa Neto**, chefe do departamento onde foi realizado este trabalho e que sempre viabilizaram nossas pesquisas.

Aos docentes e funcionários do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto na pessoa do Prof. Dr. Paulo Olivi, chefe do departamento onde foi realizado este trabalho e que sempre viabilizaram nossas pesquisas.

Aos **funcionários da Seção de Pós-Graduação** da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo pela cordialidade e atenção. Ao Dr. **Rodrigo Ferreira Silva** responsável do Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto – USP, por toda ajuda, conhecimento, ensinamento e paciência na realização das análises viabilizando a realização desta pesquisa.

Ao Dr. **Cláudio Roberto Neri** responsável do Laboratório de Bioinorgânica do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto – USP, por toda ajuda, ensinamento, paciência na realização das análises viabilizando a realização desta pesquisa.

Ao **Lourivaldo dos Santos Pereira** responsável do Laboratório de Difração de Raio X do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto – USP, pela realização das análises viabilizando a realização desta pesquisa.

À **Patrícia Marchi** responsável do Laboratório de Pesquisa em Dentística do Departamento de Odontologia Restauradora da FORP – USP, por toda ajuda e paciência na utilização dos equipamentos presentes no laboratório e por viabilizar a realização desta pesquisa.

À **Milena Martelli Tosi** do Departamento de Engenharia de Alimentos – FZEA da Universidade de São Paulo pela realização das análises viabilizando a realização desta pesquisa.

Aos meus maravilhosos e inseparáveis amigos Leonardo de Pádua Andrade Almeida, Mayara Manfrin Arnez e Raísa Castelo Bessa Nogueira, pelo carinho, amizade, companheirismo, ajuda, apoio, disponibilidade e colaboração durante todo o mestrado. Foi um imenso prazer e honra trabalhar com esta equipe tão incrível e sensacional. Vocês foram essenciais na conquista de tal mérito. Muito obrigada por sempre estarem presentes, me amparando, ajudando, ouvindo e dando forças para prosseguir nesta caminhada. Muito obrigada por serem pessoas tão especiais e importantes na minha vida, me ajudando nos momentos mais difíceis dessa jornada. Que nossa amizade perpetue por todas as nossas vidas. Meus sinceros agradecimentos.

À todos os meus amigos e companheiros dessa jornada, em especial Allan Oliveira da Silva, Andrezza Cristina Moura dos Santos, Balter Sergio Toro Pinchulef, Carla Larissa Vidal, Monalisa Barbosa Pereira e Thaisa Theodoro de Oliveira, por toda amizade, carinho e companheirismo, vocês foram essenciais nessa caminhada. E aos demais pós-graduandos do Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral pelas conversas e convivência agradável.

À todos os amigos e colegas do Laboratório de Físico-Química de Superfícies e Colóides do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto – USP, em especial **João Pedro Pereira de Rezende, Larissa Tomazela, Lucas Fabricio Bahia Nogueira , Marcos Antônio Eufrazio Cruz e Tamires Maia Oliveira** por toda ajuda e paciência depositada em prol da realização desta pesquisa.

À minha querida amiga **Tamires Lopez Camargo** por toda amizade e companheirismo, sempre me ouvindo, aconselhando e ajudando nos momentos mais difíceis e por sempre estar presentes em todos os momentos.

À minha incrível ex professora e orientadora e eterna amiga **Ana Paula Terossi de Godoi** por todo incentivo na realização deste mestrado, muito obrigada por sempre estar presente, acompanhando meu crescimento e amadurecimento profissional e pessoal. Você é e sempre será meu espelho na vida. Te admiro muito!

À todos que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho, meus sinceros agradecimentos.

Não existe um caminho para a felicidade. A felicidade é o caminho.

(Thich Nhat Hanh)

RESUMO

Dotta, TC. Efeito de nanopartículas de carbonato de estrôncio e carbonato de cálcio parcialmente substituído por estrôncio na remineralização e obliteração tubular da dentina. [Dissertação]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo; 2019.

O objetivo deste estudo foi avaliar a capacidade de remineralização e obliteração tubular da dentina submetida a tratamento com agentes dessensibilizantes de carbonato de estrôncio e carbonato de cálcio parcialmente substituído por estrôncio, por meio da análise das propriedades químicas e morfológicas da dentina. Foram utilizados os seguintes agentes dessensibilizantes: D₁ - SrCO₃ (Carbonato de Estrôncio); D₂ - Sr_xCa_{1-x}CO₃ (Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio); D₃ – CaCO₃ (Carbonato de Cálcio), D₄ – Acetato de Estrôncio (Sensodyne® Rápido Alívio) (controle positivo) e D₅ – Colgate® My First (controle negativo). Inicialmente, foram feitas as sínteses de partículas de SrCO₃, Sr_xCa_{1-x}CO₃ e CaCO₃ que fazem parte das formulações que foram testadas. A fim de caracterizar as nanopartículas produzidas, realizou-se análises de Difração de Raio X, Diâmetro hidrodinâmico, Carga superficial e Microscopia Eletrônica de Varredura. Na sequência, preparou-se o gel de nanopartículas, partindo-se da mistura de cada nanopartícula com gel de Poli (Álcool Vinílico) (PVA), e a fim de caracterizar o gel conforme sua viscosidade, realizou-se tal análise utilizando um Reômetro. Para análises química e morfológica da dentina, foram utilizados 30 terceiros molares humanos hígidos extraídos, seccionados acima da junção amelocementária, obtendo-se 30 discos de dentina de 1mm de espessura. Dentre os 30 discos, 25 foram selecionados para serem escovados de acordo com os grupos experimentais propostos, e 5 para verificação complementar da escovação associada com o efeito do desafio ácido. O tratamento dessensibilizante consistiu de dois ciclos de escovação por dia, onde os espécimes foram levados à máquina de simulação de escovação mecânica, fixados e escovados por 10 segundos. Uma hora após, os espécimes selecionados para o desafio ácido foram condicionados em refrigerante de cola (Coca® Cola) sob agitação por 2 minutos, com auxílio de mesa agitadora. Os espécimes foram submetidos à análise de Composição Química da dentina por meio de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) nos tempos experimentais de T₀ (inicial), T₁ (01 dia), T₂ (07 dias) e T₃ (14 dias), e Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS) nos tempos de Inicial e 14 dias, e à análise de Percentual e Profundidade de obliteração dos túbulos dentinários por meio de um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) nos tempos Inicial e 14 dias. Resultados: As análises de FTIR mostraram variações de composição relacionadas

ao aumento da quantidade de grupos carbonatos sobre a superfície dentinária. Os espectros de EDS indicaram a presença de estrôncio nas amostras escovadas com D₁ e D₂, e considerável aumento após desafio ácido, em comparação aos demais grupos. E as imagens de MEV mostraram que a presença dos grupos carbonatos estavam relacionados com a deposição das nanopartículas que não foram removidas após o desafio ácido. Conclui-se que as nanopartículas experimentais de S_rCO₃ (D₁) e Sr_xCa_{1-x}CO₃ (D₂) foram eficazes na obliteração e remineralização parcial da dentina, com recobrimento estável após desafio ácido.

Palavras-chave: Dentifrícios, Dentina, Hipersensibilidade da Dentina, Estrôncio, Análise Química.

ABSTRACT

Dotta, TC. Effect of strontium carbonate and calcium carbonate nanoparticles partially substituted by strontium on remineralization and tubular obliteration of dentin. [Dissertation]. Ribeirão Preto: Ribeirão Preto School of Dentistry, University of São Paulo; 2019.

The aim of this study was to evaluate the remineralization and tubular obliteration capacity of dentin submitted to treatment with desensitizing agents of strontium carbonate and calcium carbonate partially substituted by strontium by analyzing the chemical and morphological properties of dentin. Were used the following desensitizing agents: $D_1 - SrCO_3$ (Strontium Carbonate); $D_2 - Sr_xCa_{1-x}CO_3$ (Calcium) Carbonate partially substituted by Strontium); D₃ – CaCO₃ (Calcium Carbonate), D₄ – Strontium Acetate (Sensodyne[®] Rapid Relief) (positive control) and D_5 – Colgate[®] My First (negative control). Initially, were made the syntheses of SrCO₃, Sr_xCa_{1-x}CO₃ and CaCO₃ particles that are part of the formulations that were tested. In order to characterize the nanoparticles produced, analyzes were performed of X-ray Diffraction, Hydrodynamic Diameter, Surface Load and Scanning Electron Microscopy. Subsequently, the nanoparticle gel was prepared, starting from the mixture of each nanoparticle with Polyvinyl Alcohol (PVA) gel, and in order to characterize the gel according to its viscosity, such analysis was performed using a Rheometer. For chemical and morphological analysis of dentin, 30 extracted healthy human third molars were sectioned above the cementoenamel junction, obtaining 30 dentin discs of 1mm thickness. Of the 30 discs, 25 were selected to be brushed according to the proposed experimental groups, and 5 to further check brushing associated with the effect of acid challenge. The desensitizing treatment consisted of two brushing cycles per day, where the specimens were taken to the mechanical brushing simulation machine, fixed and brushed for 10 seconds. One hour later, the specimens selected for the acid challenge were conditioned in cola soda (Coca® Cola) under agitation for 2 minutes, with the aid of a shaker table. The specimens were submitted to dentin chemical composition analysis by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) at the experimental times of T_0 (initial), T_1 (01 day), T_2 (07 days) and T₃ (14 days) and X-ray Dispersion Spectroscopy (EDS) at the Initial and 14 days times, and the Percentage and Depth of Obliteration analysis of the dentinal tubules by means of a Scanning Electron Microscope (SEM) at the Initial and 14 days. Results: FTIR analyzes showed composition variations related to the increase in the number of carbonate groups on the dentin surface. The EDS spectra indicated the presence of strontium in the brushed samples with D₁ and D₂, and considerable increase after acid challenge, compared to the other groups. And SEM

images showed that the presence of carbonate groups was related to the deposition of nanoparticles that were not removed after the acid challenge. It was concluded that experimental $SrCO_3$ (D₁) and $Sr_xCa_{1-x}CO_3$ (D₂) nanoparticles were effective in obliteration and partial remineralization of dentin, with stable coating after acid challenge.

Keywords: Dentifrices, Dentin, Dentin Hypersensitivity, Strontium, Chemical Analysis.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 –	Acrilização dos dentes com resina acrílica	59
Figura 2 –	Corte dos discos. A: Máquina de corte; B: Posicionamento do dente	
	acrilizado para posterior corte	59
Figura 3 –	Politriz para polimento dos discos	60
Figura 4 –	Secção dos discos	60
Figura 5 –	Lavadora ultrassônica para sonicação dos	
	discos	60
Figura 6 –	Estufa para armazenamento dos discos	61
Figuras 7–	Fluxograma do preparo dos espécimes	62
Figuras 8 e 9 –	Preparo das soluções	64
Figuras 10 –	Mistura das soluções sob agitação de 20000 rpm	64
Figura 11 –	Filtração do precipitado	64
Figuras 12 –	Maceração do precipitado	64
Figura 13–	Aparelho Difratômetro de Raios X	65
Figura 14 –	Aparelho ZetaSizer Nano	66
Figura 15 –	Sistema de recobrimento com carbono e ouro	67
Figura 16 –	Microscópio Eletrônico de Varredura (Shimadzu SS-550)	67
Figura 17 –	Preparo do PVA	68
Figura 18 –	Intumescimento do PVA	68
Figura 19 –	Aspecto final do PVA como gel	68
Figura 20 –	Preparo do gel de nanopartícula com PVA	68
Figura 21 –	Reômetro Modular Compact MCR 52	69
Figura 22 –	Fluxograma da síntese e caracterização das nanopartículas, bem	
	como o preparo do gel de nanopartículas e sua caracterização	70
Figura 23 –	Máquina de escovação	71
Figura 24 –	Posicionamento das escovas dentais sobre os espécimes com	
	carga de 200g	72
Figura 25 –	A: Refrigerante de cola utilizado; B: Béquer com corpo de prova	
	imerso em solução	73
Figura 26–	Corpos de prova imersos em refrigerante de cola submetido em	
	mesa agitadora	73
Figura 27 –	Fluxograma do tratamento dessensibilizante, e do tratamento	
	dessensibilizante seguido do desafio ácido	74
Figura 28 –	Espectrofotômetro de FTIR	75

Figura 29 –	Análise de FTIR	75
Figura 30–	Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS) associada ao	
	Microscópio Eletrônico de Varredura (Zeis EVO 50)	76
Figura 31 –	Fluxograma das análises realizadas nos espécimes	78
Figura 32 –	Fotomicrografias em MEV de Carbonato de Estrôncio (SrCO ₃) (D1).	
-	As barras de escala correspondem a 10 µm (A) e 5 µm	
	(B)	85
Figura 33 –	Fotomicrografias em MEV de Carbonato de Cálcio parcialmente	
0	substituído por Estrôncio (Sr _v Ca _{1.v} CO ₃) (D2). As barras de escala	
	correspondem a 10 μ m (A) e 5 μ m (B)	87
Figura 34 –	Entomicrografias em MEV de Carbonato de Cálcio (CaCO $_2$) (D3)	•
i igula o i	As barras de escala correspondem a 10 μ m (A) e 5 μ m (B)	90
Figura 35 -	Fotomicrografias em MEV da região superficial A: Espécime	00
rigura 55 –	controle (sem anlicação do produto): B: Espécime escovado com	
	Carbonato de Estrôncio (SrCO ₂) (D1) por 14 dias: C: Espécime	
	escovado com Carbonato de Estrôncio $(SrCO_2)$ (D1) por 14 dias	
	seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 um	
	para as imagens A B e C 5 µm para as imagens D E e E e 2 µm	
	para as imagens G. H e I	96
Figura 36 –	Fotomicrografias em MEV da região superficial. A: Espécime	
C	controle (sem aplicação do produto); B: Espécime escovado com	
	Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio	
	(Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D2) por 14 dias; C: Espécime escovado com	
	Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio	
	(Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D2) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de	
	escala corresponde a 10 μm para as imagens A, B e C, 5 μm para	
	as imagens D, E e F e 2 μ m para as imagens G, H e	
	I	97
Figura 37 –	Fotomicrografias em MEV da região superficial. A: Espécime	
	controle (sem aplicação do produto); B: Espécime escovado com	
	Carbonato de Cálcio (CaCO ₃) (D3) por 14 dias; C: Espécime	
	escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO3) (D3) por 14 dias	
	seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm	
	para as imagens A, B e C, 5 μ m para as imagens D, E e F e 2 μ m	
F ' 65	para as imagens G, H e I	98
⊢ıgura 38 –	Fotomicrografias em MEV da região superficial. A: Espécime	
	controle (sem aplicação do produto); B: Espécime escovado com	
	Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alivio) (D4) por 14 dias; C:	

Espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D4) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 μ m para as imagens A, B e C, 5 μ m para as imagens D, E e F e 2 μ m para as imagens G, H e

I.....

99

- Figura 40 Fotomicrografias em MEV da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A: Espécime controle (sem aplicação do produto); B: Espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D1) por 14 dias; C: Espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D1) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para
- - túbulos). A: Espécime controle (sem aplicação do produto); B: Espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D4) por 14 dias; C: Espécime escovado com Acetato de Sr

(Sensodyne® Rápido Alívio) (D4) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para as imagens D, E e F e 2 µm para as imagens G, 105 H e I..... Figura 44 – Fotomicrografias em MEV da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A: Espécime controle (sem aplicação do produto); B: Espécime escovado com Colgate® My First (Controle) (D5) por 14 dias; C: Espécime escovado com Colgate® My First (Controle) (D5) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para as imagens D, E e F e 2 µm para as imagens G, H e I.... 106 Figura 45 -Mapa dos elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D1) da região superficial..... 109 Figura 46 -Elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D1) seguido do desafio ácido da região superficial..... 109 Figura 47 – Elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D1) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)..... 111 Figura 48 – Elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D1) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)...... 111 Figura 49 -Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D2) da região superficial..... 112 Figura 50 -Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D2) seguido do desafio ácido da região superficial..... 113 Figura 51 -Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D2) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)..... 114 Figura 52 -Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D2) seguido do desafio

	ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)	114
Figura 53 –	Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
	espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO3) (D3) da	
	região superficial	116
Figura 54 –	Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
	espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO ₃) (D3)	
	seguido do desafio ácido da região superficial	116
Figura 55 –	Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
	espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO3) (D2) da	
	região tubular (corte longitudinal aos túbulos)	117
	Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
Figura 56 –	espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO ₃) (D2)	
	seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos	
	túbulos)	117
Figura 57 –	Mapa dos elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
	espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido	
	Alívio) (D4) da região superficial	119
Figura 58 –	Mapa dos elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
	espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido	
	Alívio) (D4) seguido do desafio ácido da região superficial	119
Figura 59–	Mapa dos elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
	espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido	
	Alívio) (D4) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)	120
Figura 60 –	Mapa dos elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
	espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido	
	Alívio) (D4) seguido do desafio ácido da região tubular (corte	
	longitudinal aos túbulos)	121
Figura 61–	Mapa dos elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
	espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D5) da	
	região superficial	122
Figura 62 –	Mapa dos elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
	espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D5) seguido	
	do desafio ácido da região superficial	122
Figura 63 –	Mapa dos elementos químicos presentes em imagem de EDS de	
	espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D5) da	
	região tubular (corte longitudinal aos túbulos)	123
Figura 64–	Mapa dos elementos químicos presentes em imagem de EDS de	

do desano acido da região lubular (conte longitudinal a

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 –	Viscosidade para ambos os géis de nanopartículas	90
Tabela 2 –	Razão Ca+Sr/P de espécime controle (sem aplicação do	
	produto) da região superficial	107
Tabela 3 –	Razão Ca+Sr/P de espécime controle (sem aplicação do	
	produto) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)	108
Tabela 4 –	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
	Estrôncio (SrCO ₃) (D1) da região superficial	108
Tabela 5 –	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
	Estrôncio (SrCO3) (D1) seguido do desafio ácido da região	
	superficial	109
Tabela 6 –	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
	Estrôncio (SrCO ₃) (D1) da região tubular (corte longitudinal aos	
	túbulos)	110
Tabela 7 –	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
	Estrôncio (SrCO ₃) (D1) da região tubular (corte longitudinal aos	
	túbulos) seguido do desafio ácido	110
Tabela 8 –	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
	Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D2)	
	da região superficial	112
Tabela 9 –	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
	Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D2)	
	seguido do desafio ácido da região superficial	112
Tabela 10 –	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
	Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D2)	
	da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)	113
Tabela 11 –	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
	Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D2)	
	seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal	
	aos túbulos)	114
Tabela 12 –	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
	Cálcio (CaCO ₃) (D3) da região superficial	115
Tabela 13 –	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
	Cálcio (CaCO3) (D3) seguido do desafio ácido da região	
	superficial	115

Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
Cálcio (CaCO3) (D3) da região tubular (corte longitudinal aos	
túbulos)	116
Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de	
Cálcio (CaCO ₃) (D3) seguido do desafio ácido da região tubular	
(corte longitudinal aos túbulos)	117
Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Acetato de Sr	
(Sensodyne® Rápido Alívio) (D4) da região superficial	118
Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Acetato de Sr	
(Sensodyne® Rápido Alívio) (D4) seguido do desafio ácido da	
região superficial	118
Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Acetato de Sr	
(Sensodyne® Rápido Alívio) (D4) da região tubular (corte	
longitudinal aos túbulos)	120
Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Acetato de Sr	
(Sensodyne® Rápido Alívio) (D4) seguido do desafio ácido da	
região tubular (corte longitudinal aos túbulos)	120
Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Colgate® My First	
(controle) (D5) da região superficial	121
Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Colgate® My First	
(controle) (D5) seguido do desafio ácido da região	
superficial	122
Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Colgate® My First	
(controle) (D5) da região tubular (corte longitudinal aos	
túbulos)	123
Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Colgate® My First	
(controle) (D5) seguido do desafio ácido da região tubular (corte	
longitudinal aos túbulos)	123
	Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO ₃) (D3) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 –	Difratograma obtido para $SrCO_3$ (D1). A linha vermelha se refere ao	
	padrão de difração desse mineral obtido a partir do banco de dados	
	Crystallography Open Database (COD)	83
Gráfico 2 –	Diâmetro hidrodinâmico das partículas de Carbonado de Estrôncio	
	(SrCO ₃) (D1)	84
Gráfico 3 –	Potencial Zeta de Carbonado de Estrôncio (SrCO ₃) (D1)	84
Gráfico 4 –	Difratograma obtido para $Sr_xCa_{1-x}CO_3$ (D2). As linhas vermelha e	
	azul se referem ao padrão de difração de carbonato de cálcio	
	substituído por estrôncio obtido a partir do banco de dados	
	Crystallography Open Database (COD)	86
Gráfico 5 –	Diâmetro hidrodinâmico das partículas de Carbonado de Cálcio	
	parcialmente substituído por Estrôncio (Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D2)	86
Gráfico 6 –	Potencial Zeta de Carbonado de Cálcio parcialmente substituído	
	por Estrôncio (Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D2)	87
Gráfico 7 –	Difratograma obtido para $CaCO_3$ (D3). A linha vermelha se refere	
	ao padrão de difração desse mineral obtido a partir do banco de	
	dados Crystallography Open Database (COD)	88
Gráfico 8 –	Diâmetro hidrodinâmico das partículas de Carbonado de Cálcio	
	(CaCO ₃) (D3)	89
Gráfico 9 –	Potencial Zeta de Carbonado de Cálcio (CaCO ₃) (D3)	89
Gráfico 10 –	Espectros de FTIR de espécime escovado com Carbonado de	
	Estrôncio (SrCO3) (D1) nos diferentes tempos experimentais: T0 -	
	inicial; T1 – 01 dia; T2 – 07 dias e T3 – 14 dias	91
Gráfico 11 –	Espectros de FTIR de espécime escovado com Carbonado de	
	Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (SrxCa1-xCO3) (D2)	
	nos diferentes tempos experimentais: T0 – inicial; T1 – 01 dia; T2 –	
• (1) (0)	07 dias e T3 – 14 dias	92
Gráfico 12 –	Espectros de FTIR de espécime escovado com Carbonado de	
	Cálcio (CaCO3) (D3) nos diferentes tempos experimentais: T0 –	
- /// /-	inicial; $T1 - 01$ dia; $T2 - 07$ dias e $T3 - 14$ dias	93
Gratico 13 –	Espectros de FTIR de especime escovado com Acetato de Sr	
	(Sensodyne® Rapido Alivio) (D4) nos diferentes tempos	
	experimentais: T0 – inicial; T1 – 01 dia; T2 – 07 dias e T3 – 14	
	dias	94

- Gráfico 26 Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D3) seguido do desafio ácido da região superficial.
 A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular.... 115

- Gráfico 34 Espectros de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D5) seguido do desafio ácido da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular....... 121

LISTA DE QUADROS

Quadro 1-	Especificações dos materiais utilizados	55
Quadro 2-	Variáveis de estudo e métodos de análise	56
	39	
--	----------	
PROPOSIÇÃO	49	
MATERIAL E MÉTODOS	53 55	
3.2 Delineamento Experimental	55	
3.3 Métodos	58	
3.3.1 Preparo dos espécimes	58	
3.3.2 Armazenamento dos espécimes	60	
3.3.3 Obtenção das nanopartículas experimentais	63	
3.3.3.1 Síntese de partículas de Carbonato de Estrôncio (SrCO ₃)	63	
3.3.3.2 Síntese de partículas de Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôno	io	
(Sr _x Ca _{1-x} CO ₃)	63	
3.3.3.3 Síntese de partículas de Carbonato de Cálcio (CaCO ₃)	63	
3.3.4 Métodos de análises para caracterização das nanopartículas experimentais	65	
3.3.4.1 Difração de Raio X (DRX)	ô5	
3.3.4.2 Diâmetro hidrodinâmico das partículas	66	
3.3.4.3 Carga Superficial (Potencial ζ)	66	
3.3.4.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	67	
3.3.5 Obtenção do gel de Poli (Álcool Vinílico) (PVA)	67	
3.3.6 Preparo do gel das nanopartículas experimentais	68	
3.3.7 Método de análise de Viscosidade do gel de nanopartículas experimentais	68	
3.3.8 Tratamento dessensibilizante por meio da escovação	71	
3.3.9 Tratamento dessensibilizante por meio da escovação associado ao desafio ácido	72	
3.3.10 Métodos de análises da Composição Química da dentina	75	
3.3.10.1Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	75	
3.3.10.2Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS)	75	
3.3.11 Métodos de análises Morfológicas da dentina	76	
3.3.11.1Percentual de obliteração dos túbulos dentinários	76	
3.3.11.2 Profundidade de obliteração dos túbulos dentinários	77	
RESULTADOS	81 92	
$4.11 \text{ Carbonato de Estrôncio (SrCO_c)}$	ຽວ ຊາ	
4.1.2 Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio ($Sr_{2}Ca_{4}$, CO_{2})	85	

SUMÁRIO

4.1.3 Carbonato de Cálcio (CaCO ₃) (D ₃)	88
4.2 Caracterização do gel de nanopartículas	90
4.2.1 Análise de Viscosidade	90
4.3 Análise de Composição Química da dentina – FTIR	90
4.3.1 Análise de FTIR de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO ₃) (D ₁)	91
4.3.2 Análise de FTIR de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialme	ənte
substituído por Estrôncio ($Sr_xCa_{1-x}CO_3$) (D_2)	91
4.3.3 Análise de FTIR de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO ₃) (D ₃)	92
4.3.4 Análise de FTIR de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Ráp	oido
Alívio) (D4)	93
4.3.5 Análise de FTIR de espécime escovado com Colgate My First (controle) (D_5)	94
4.4 Análise dos resultados de Percentual de obliteração dos túbulos dentinários	95
4.4.1 Carbonato de Estrôncio (SrCO ₃) (D ₁)	96
4.4.2 Carbonato de Cálcio substituído por Estrôncio (Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D ₂)	97
4.4.3 Carbonato de Cálcio (CaCO ₃) (D ₃)	98
4.4.4 Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄)	99
4.4.5 Colgate® My First (controle) (D_5)	100
4.5 Análise dos resultados de Profundidade de obliteração dos túbulos dentinários	.101
4.5.1 Carbonato de Estrôncio (SrCO ₃) (D ₁)	101
4.5.2 Carbonato de Cálcio substituído por Estrôncio (Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D ₂)	103
4.5.3 Carbonato de Cálcio (CaCO ₃) (D ₃)	104
4.5.4 Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄)	105
4.5.5 Colgate® My First (controle) (D_5)	106
4.6 Análise de Composição Química da dentina – EDS	.107
4.6.1 Análise de EDS de espécime controle (sem aplicação de produto)	107
4.6.2 Análise de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO ₃) (D ₁).	108
4.6.3 Análise de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialme	ente
substituído por Estrôncio ($Sr_xCa_{1-x}CO_3$) (D_2)	111
4.6.4 Análise de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO ₃) (D ₃)	114
4.6.5 Análise de EDS de espécime escovado com Aceato de Sr (Sensodyne® Rápido Ali	ívio)
(D ₄)	118
4.6.6 Análise de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D_5)	121
DISCUSSÃO	125
CONCLUSÃO	141
REFERÊNCIAS	145



Introdução

1. INTRODUÇÃO

O tratamento da hipersensibilidade dentinária ainda é considerado um grande desafio na odontologia (ALENCAR et al., 2019), abrangendo cerca de 30% da população, afeta principalmente a região vestibular dos caninos e pré-molares e atinge igualmente homens e mulheres (MANTZOURANI; SHARMA, 2013a; FREITAS et al., 2015). Com o envelhecimento da população e aumento da expectativa de vida, associado às mudanças de hábitos alimentares, técnica incorreta de escovação, desordens oclusais, dentre outros fatores, contribuem para as perdas de estrutura dental (COSTA et al., 2016; ZADO; PILATTI, 2016). Estas estruturas quando perdidas podem dar origem à hipersensibilidade dentinária, caracterizada por um episódio de dor de caráter agudo e localizado, de curta duração, associada a regiões com exposição de tecido dentinário ao meio bucal, podendo ser desencadeada por estímulos osmóticos, térmicos, químicos ou táteis, e que não pode ser caracterizada como nenhuma outra alteração ou doença dentária (AMARASENA et al., 2010; CHEN et al., 2015; SAEKI et al., 2016; ZADO; PILATTI, 2016; ZEOLA; SOARES; HALL; MASON; COOKE, 2017; HU et al., 2018; ALENCAR et al., 2019; CUNHA-CRUZ, 2019). O estímulo provocado pode variar entre um pequeno desconforto até dor extrema. Neste caso, o desconforto pode interferir nos hábitos de alimentação e higiene oral do paciente (CHABANSKI; GILLAM, 1997).

Uma explicação para a ocorrência da hipersensibilidade dentinária baseia-se na Teoria Hidrodinâmica apresentada por Brännström na década de 1960. De acordo com a teoria, quando um estímulo é aplicado na dentina, ocorre o deslocamento de fluido dentro dos túbulos. O movimento do fluido dentinário, em direção à polpa ou em sentido contrário, promove uma deformação mecânica das fibras nervosas que se encontram no interior dos túbulos ou na interface polpa/dentina, que é transmitida como uma sensação dolorosa (MESQUITA et al., 2009; HUGHES et al., 2010; MATIAS et al., 2010; CAMARGO, 2011; PINTO et al., 2012; CHEN et al., 2015; HALL; MASON; COOKE, 2017; HU et al., 2018; ALENCAR et al., 2019).

De acordo com o estudo clássico de Grossman (1935), o material ideal para tratamento de hipersensibilidade dentinária deve ser biocompatível, de fácil aplicação, ter efeito permanente e ação rápida, não ser irritante pulpar, além de não alterar a cor da estrutura dental.

Existem várias formas de tratamento da hipersensibilidade dentináira, como o uso de agentes dessensibilizantes (DAVIES et al., 2011; PINTO et al., 2012; MANTZOURANI; SHARMA, 2013b; PALAZON et al., 2013; VIEIRA JUNIOR et al., 2014; HU et al., 2018), enxaguatórios bucais (MARKOWITZ; PASHLEY, 2007), verniz fluoretado (MANTZOURANI; SHARMA, 2013b; HU et al., 2018), restaurações com resina composta e cimento de ionômero de vidro (MANTZOURANI; SHARMA, 2013b), cirurgias periodontais (PINTO et al., 2010a), adesivos dentinários (MARKOWITZ; PASHLEY, 2007) e aplicação de laser de alta ou baixa intensidade (PALAZON et al., 2013; HU et al., 2018).

Os cremes dentais são os veículos mais comuns para agentes dessensibilizantes e são amplamente indicados, particularmente devido ao seu baixo custo, facilidade de uso e aplicação caseira (GODINHO; GRIPPI; COSTA, 2011; HU et al., 2018). Dentre os agentes dessensibilizantes, podemos encontrar o acetato de estrôncio, arginina, nitrato de potássio, fluoreto de sódio, monofluorfosfato, fluoreto estanoso, dentre outros.

O estrôncio é um elemento naturalmente incorporado aos ossos e dentes ao longo da vida, a partir do consumo de água e alimentos, e devido à sua capacidade de atuar de forma semelhante ao cálcio, substituindo-o na formação de hidroxiapatita (cálcio estrôncio apatita - Ca₆Sr₄(PO₄)₆(OH)₂), pode-se dizer que possui capacidade remineralizadora (PARKINSON; WILLSON, 2011). Compostos à base de estrôncio foram incorporados como ingrediente ativo em dentifrícios comerciais utilizado para o tratamento da hipersensibilidade dentinária desde a década de 1956, descrito pela primeira vez por Pawlowska (UCHIDA et al., 1980; DAVIES et al., 2011).

O cloreto de estrôncio (SrCl₂) foi o primeiro agente dessensibilizante desenvolvido para o tratamento da hipersensibilidade dentinária, introduzido pela marca Sensodyne® aproximadamente há 50 anos atrás (MARKOWITZ, 2009; GJORGIEVSKA et al., 2013). Estudos que fizeram uso de tal produto obtiveram eficácia no controle da hipersensibilidade dentinária, apresentando significativa penetração de íons de estrôncio nos túbulos dentinários (COHEN, 1961; ROSS, 1961; MEFFERT; HOSKINS, 1964; SHAPIRO et al., 1970; UCHIDA et al., 1980; MINKOFFF; AXELRODF, 1987; GILLAM et al., 1992; PEARCE; ADDY; NEWCOMBE, 1994). No entanto, não evidenciaram diferenças significativas no tratamento da hipersensibilidade dentinária quando comparados com fluoretos

convencionais. Desta forma, a fórmula original foi modificada pela incorporação de fluoretos e substituição do cloreto de estrôncio por acetato de estrôncio. (EARL; WARD; LANGFORD, 2010; GJORGIEVSKA et al., 2013; VIEIRA JUNIOR et al., 2014). De ora em diante, pesquisas que utilizaram o acetato de estrôncio, mostraram também significantes resultados contra a hipersensibilidade dentinária (GILLAM et al., 1996; WEST et al., 1997; WEST et al., 2012; ESPINOZA; GONZÁLEZ; RUIZ, 2013; SEONG et al., 2013; OLLEY; MOAZZEZ; BARTLETT, 2015; MOCKDECI et al., 2017).

Gillam et al. (1996), compararam a eficácia de dentifrícios contento acetato de estrôncio/fluoreto de sódio, cloreto de potássio/monofluorofosfato e fluoreto de sódio/monofluorofosfato de sódio. Cinquenta e seis pacientes foram avaliados por 6 semanas através de teste de sensibilidade tátil, sensibilidade ao ar e percepção subjetiva da dor (escores EVA) e conclui-se que ambos os dentifrícios foram eficazes em aliviar a sensibilidade dentinária cervical ao longo do tempo.

West et al. (2012), compararam a eficácia clínica de dois cremes dentais diferentes, um contendo acetato de estrôncio (Sensodyne® Rápido Alívio) e outro arginina (Colgate® Sensitive Pró-Alívio) para reduzir a dor causada pela hipersensibilidade dentinária. O estudo contou com oitenta indivíduos adultos saudáveis , que realizaram escovação por um minuto, duas vezes ao dia por 3 dias. A sensibilidade dentinária foi avaliada através de teste evaporativo, e estímulos táteis, e conclui-se que ambos os cremes dentais oclusivos e dessensibilizantes proporcionaram redução da dor a curto prazo.

Mockdeci al. (2017), avaliaram a eficácia de dentifrícios et dessensibilizantes: Colgate® Sensitive Pró-Alívio; Sensodyne® Rápido Alívio; Sensodyne® Repair & Protect e Colgate® Maximum Cavity Protection (controle). Pré-molares humanos foram escovados por 10 segundos 2 vezes ao dia por 8 Realizou-se as análises de tamanho hidrodinâmico, semanas. índice de polidispersão, potencial zeta, MEV, EDS e perfilometria. Conclui-se que ambos os dentifrícios apresentaram melhores resultados em relação à obliteração dos túbulos dentinários comparados ao grupo controle.

Outras formas de utilização do estrôncio é como carbonato de estrôncio e ranelato de estrôncio, este cujo uso atualmente é restrito devido a evidências clínicas de efeitos sistêmicos, incluindo uma maior incidência de eventos cardiovasculares (DENRY et al., 2018). O carbonato de estrôncio, por sua vez,

mesmo não sendo encontrado em dentifrícios, é muito estudado e utilizado na forma de medicamentos, pois possui grande capacidade de reparação óssea, minimizando os riscos de fraturas, principalmente em casos de osteoporose, e utilizados também na osseointegração de implantes, visando à formação óssea (NASCIMENTO, 2010; SCARDUELI, 2014; SCHOFIELD et al., 2016; LIU et al., 2017a; RUSHDI; ABDEL-FATTAH; SOLIMAN, 2017; GONÇALVES, 2018).

De acordo com Olley et al. (2012), o estrôncio, que é um metal alcalinoterroso encontrado principalmente na forma iônica Sr2+, possui forte capacidade absortiva inerente aos tecidos calcificados e especialmente àqueles com alto teor orgânico, como a dentina. Isso pode ser devido à sua alta permeabilidade e possibilidade de adsorção em tecidos conjuntivos orgânicos, incluindo processos de odontoblasto.

Além disso, o estrôncio possui muitas semelhanças com o cálcio, como absorção intestinal, incorporação ao tecido ósseo, eliminação renal e alta afinidade pela hidroxiapatita. Devido ao seu mimetismo estrutural ao cálcio, o organismo assimila e incorpora estrôncio aos tecidos ósseos e dentes devido às proximidades entre suas relações carga/tamanho, levando a substituições de cálcio na rede de hidroxiapatita (SAEKI et al., 2016; DENRY et al., 2018; MOGHANIAN et al., 2018; AL-KHAFAJI et al., 2019).

Estudos vem mostrando que o estrôncio promove a indução da apoptose de osteoclastos, atuando assim no processo de reabsorção óssea (PEMMER et al., 2011; SCARDUELI, 2014; MA et al., 2016; SCHOFIELD et al., 2016; LAVET et al., 2017; LIU et al., 2017a; SYAZWAN; MARLIANA, 2019). Já no processo de formação óssea, atuam em diferentes receptores distintos ao cálcio, ativando moléculas sinalizadoras que irão promover um aumento do recrutamento e diferenciação de também células pré-osteoblásticas, como promovem um aumento de prostaglandinas E2 (PGE2) que são capazes de estimular a diferenciação de préosteoblastos em osteoblastos (SCARDUELI, 2014; METAB et al., 2015; MA et al., 2016; LAVET et al., 2017; LIU et al., 2017a; SYAZWAN; MARLIANA, 2019).

De acordo com Denry et al. (2018), o estrôncio aumenta a diferenciação de osteoblastos em osteócitos. Os osteócitos influenciam a função dos osteoblastos e osteoclastos produzindo sinais parácrinos acionados por carga mecânica e assumem um papel importante na renovação óssea.

Existem possíveis teorias que explicam o mecanismo de ação dos sais de estrôncio: 1) formação de uma camada contínua compacta na superfície e dentro dos túbulos, devido à troca iônica entre o estrôncio e o cálcio no tecido dentário, seguida pela reprecipitação do cálcio e, finalmente, a formação de uma hidroxiapatita de cálcio com maior teor e densidade de estrôncio (DAVIES et al., 2011; ORSINI et al., 2013; WEST et al., 2013; VIEIRA JUNIOR et al., 2014; SAEKI et al., 2016; MEDVECKY et al., 2018); e 2) precipitação orgânica e desnaturação odontoblástica, formando uma película de vedação que impede a circulação de líquidos no interior dos túbulos dentinários (GODINHO; GRIPPI; COSTA, 2011; VIEIRA JUNIOR et al., 2014; MEDVECKY et al., 2018).

Outro componente presente nos cremes dentais são os abrasivos, como o carbonato de cálcio, alumínio, fosfato de cálcio e silicato, que também podem causar a obliteração dos túbulos por ação abrasiva ou indiretamente pela formação de uma smear layer durante a escovação (ARRAIS et al., 2003; KWON; KIM, 2008; WANG et al., 2010; GRIPPI; COSTA, 2011; LEE; CHEN et al., 2015; SAEKI et al., 2016; GODINHO; MEDVECKY et al., 2018), sendo ótimos aliados no polimento dental e controle de manchas extrínsecas (GILES et al., 2009).

De acordo com Mozafari et al. (2019), o carbonato de cálcio se apresenta de três formas cristalográficas: calcita, aragonita e vaterita. No caso de vidros bioativos em contato com meios fisiológicos, o carbonato de cálcio geralmente é encontrado como cristais de calcita. O carbonato de cálcio vem sido amplamente utilizado também como substituto ósseo por décadas, apresentando boa solubilidade, biocompatibilidade e osteocondução na forma de aragonita ou calcita (LIU et al., 2017b).

Em um estudo de Liu et al. (2017b), teve como objetivo investigar as características e formação óssea in vivo de implantes revestidos com carbonato de cálcio. Tais implantes foram implantados nos côndilos femorais de coelhos, e realizou-se avaliação histomorfométrica em 1, 2, 4, 8 e 12 semanas após a implantação. Conclui-se que o revestimento de carbonato de cálcio pode melhorar e acelerar o crescimento precoce do osso e a osseointegração, podendo reduzir os tempos de cicatrização clínica e, assim, melhorar as taxas de sucesso do implante.

Kobayashi et al. (2018), avaliaram a viabilidade da fabricação de Carbonato de Cálcio revestido com apatita e seu potencial como um novo substituto ósseo usando pré-osteoblastos murinos e animais experimentais e concluíram que tal material tem potencial positivo para engenharia de tecido ósseo baseado na liberação bem controlada de cálcio, na formação óssea e na reabsorção de material.

É necessário levar em consideração que uma etiologia importante na exposição dos túbulos dentinários são os ácidos da dieta, que removem facilmente a camada de esfregaço que cobre a dentina, expõem os túbulos e iniciam a hipersensibilidade dentinária (OLLEY et al., 2012). O consumo de refrigerantes ácidos pode causar desgaste dos dentes e aumentar a permeabilidade da dentina após a exposição a bebidas ácidas. Contudo, tratamentos preventivos são capazes de evitar a perda de estrutura dentária, como o uso de agentes dessensibilizantes (GANDOLGI et al., 2008; SAURO et al., 2009; PINTO et al., 2010b; WANG et al., 2010). De acordo com Hooper et al. (HOOPER et al., 2007), escovar os dentes com creme dental antes das refeições pode fornecer proteção significativa contra a erosão e redução da permeabilidade da dentina.

Davies et al. (2011), avaliaram a eficácia de dentifrícios contendo agentes dessensibilizantes (Colgate® Sensitive Pró-Alívio – Arginina; Sensodyne® Mint – Acetato de Estrôncio; Sensodyne® Original – Cloreto de Estrôncio) em comparação a um controle contendo flúor (Colgate® Cavity Protection). Terceiros molares humanos foram submetidos à escovação manual por 1 minuto e subdivididos e embebidos em ácido cítrico a 0,3% durante 10 segundos, 30 segundos, 2 minutos, 5 minutos e 10 minutos. Análises de MEV e EDS foram computadas, e concluíram que o dentifrício contendo acetato de estrôncio apresentou melhor eficácia na redução da hipersensibilidade dentinária mesmo após o desafio ácido.

Seong et al. (2013), determinaram as habilidades de dois cremes dentais dessensibilizantes (8% Acetato de Estrôncio – Sensodyne® Rápido Alívio; 8% Arginina – Colgate® Sensitive Pró-Alívio) para ocluir os túbulos dentinários seguido do desafio ácido. Voluntários utilizaram aparelhos bucais e os escovaram duas vezes ao dia, por 4 dias consecutivos, onde nos dias 3 e 4 realizou-se desafio ácido com suco de laranja. Concluiu-se que a capacidade de oclusão do creme dental com acetato de estrôncio foi significativamente melhor após o desafio com ácido do que a do creme dental com arginina.

Mesmo presente nos cremes dentais, ainda não se sabe ao certo os efeitos biológicos do estrôncio no complexo dentino-pulpar, bem como seu mecanismo químico de ação e interação com as estruturas dentárias (HANNAS et al., 2016; KRISHNAN; BHATIA; VARMA, 2016). Diante da ação do estrôncio, que apresenta

grande capacidade de substituir o cálcio na rede de hidroxiapatita, há uma probabilidade de que a sintetização de ambos em uma mesma formulação possa garantir uma melhor obliteração e/ou remineralização dos túbulos dentinários, desta forma que se propôs a utilização de nanopartículas de carbonato de cálcio parcialmente substituído por estrôncio. Uma vez que, segundo Arnold, Prange e Naumova (2015), a utilização de nanopartículas possibilitará a fácil penetração no interior dos túbulos, atuando como agentes de mineralização que bloqueiam o movimento de fluidos dentro dos túbulos dentinários.

Espera-se alcançar também grande eficácia na obliteração e/ou remineralização tubular com a utilização do carbonato de estrôncio, visto que, de acordo com Scardueli (2014) e Sternitzke et al. (2014), o carbonato de estrôncio apresenta uma menor solubilidade que o acetato de estrôncio, demonstrando maior estabilidade do material em meio aquoso.

Uma vez verificado e confirmado o real mecanismo de ação do estrôncio na rede de hidroxiapatita e sua atuação com o cálcio, seja este mecanismo a formação de uma camada continua e compacta na superfície devido a troca iônica do estrôncio com o cálcio, ou simplesmente a obliteração dos túbulos, é importante verificar o efeito dos ácidos da dieta sobre a superfície obtida, uma vez que segundo Olley et al. (2012), estes ácidos removem facilmente a camada de esfregaço que cobre a dentina e expõe os túbulos.

Desta forma, tendo em vista todos os fatores que podem promover ou agravar a hipersensibilidade dentinária, bem como o consumo de bebidas ácidas, uma vez que o desconforto e a dor por ela provocada poderem interferir nos hábitos de alimentação e higiene oral do paciente (CHABANSKI; GILLAM, 1997), foi que se propôs a realização deste estudo, a fim de encontrar e aprimorar composições com maior estabilidade, maior adesão à superfície dentinária, e consequente durabilidade do tratamento.



Proposição

2. PROPOSIÇÃO

O objetivo geral deste estudo foi avaliar a capacidade de remineralização e obliteração tubular da dentina submetida a tratamento com agentes dessensibilizantes de nanopartículas de Carbonato de Estrôncio e Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio, e após o desafio ácido, por meio da análise das propriedades químicas e morfológicas da dentina, em diferentes tempos.

Os objetivos específicos foram:

- Obtenção e caracterização das nanopartículas, bem como os géis de Carbonato de Estrôncio (SrCO₃), Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃), e Carbonato de Cálcio (CaCO₃) pelo processo de síntese;
- Avaliar a Composição Química da dentina tratada com os agentes dessensibilizantes por meio de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) nos tempos Inicial (T₀), 01 (T₁), 07 (T₂) e 14 (T₃) dias e Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS) nos tempos Inicial e 14 dias;
- Analisar o Percentual de túbulos dentinários obliterados (corte transversal aos túbulos) e Profundidade de obliteração (corte longitudinal aos túbulos), por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) nos tempos Inicial e 14 dias;
- Avaliar a Composição Química da dentina tratada com os agentes dessensibilizantes e posteriormente submetida a desafio ácido, por meio de Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS) nos tempos Inicial e 14 dias;
- Analisar o Percentual e Profundidade de obliteração dos túbulos dentinários da dentina tratada com os agentes dessensibilizantes e posteriormente submetida a desafio ácido, por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) nos tempos Inicial e 14 dias;

A hipótese nula deste estudo é que não haveria efeito dos agentes dessensbilizantes de nanopartículas de Carbonato de Estrôncio e Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio na remineralização e obliteração tubular da dentina.



Material e Métodos

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Materiais

Para o presente estudo foram selecionados os materiais descritos a seguir. A composição dos produtos utilizados encontra-se no quadro 1.

Quadro 1	Especificad	cões dos	materiais	utilizados
	Lopecinica		materials	utilizados

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE
SrCO₃ (Carbonato de Estrôncio) (experimental)	Ingrediente: Poli (álcool) vinílico Ingrediente ativo: Carbonato de estrôncio	FORP/USP FFCLRP/USP
Sr _x Ca₁-xCO₃ (Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio) (experimental)	Ingrediente: Poli (álcool) vinílico Ingredientes ativos: Carbonato de cálcio parcialmente substituído por estrôncio	FORP/USP FFCLRP/USP
CaCO ₃ (Carbonato de Cálcio) (experimental)	Ingredientes: Poli (álcool) vinílico e Carbonato de Cálcio	FORP/USP FFCLRP/USP
Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (controle positivo)	Ingredientes: Água; Sorbitol; Sílica Hidratada: Glicerina: Cocoil Metil Taurato de Sódio; Goma de Celulose; Goma Xantana; Dióxido de titânio; Aroma; Sacarina de sódio: Propilparabeno de sódio: metilparabeno de sódio; Fluoreto de sódio Ingrediente ativo: Acetato de estrôncio	GSK
Colgate® My First (controle negativo)	Ingredientes: Sorbitol; Propileno glicol; Goma de celulose; Sílica hidratada; Glicerina; Poloxamero; Sacarina Sódica; Sucralose	Colgate-Palmolive Industrial LDTA

3.2 Delineamento Experimental

Para avaliar a remineralização e obliteração tubular da dentina submetida a tratamento com agentes dessensibilizantes, foi realizado experimento piloto para o delineamento da pesquisa e adequação das diferentes técnicas, a fim de determinar os fatores de interesse e controlar aqueles que não interessarem ao estudo proposto.

As variáveis de estudo e seus respectivos métodos de análise estão descritos no Quadro 2.

\mathbf{Q} uadi $\mathbf{Q} \mathbf{Z} = \mathbf{V}$ anaveis de estudo e metodos de analise	Quadro 2 –	Variáveis	de	estudo	е	métodos	de	análise.
---	------------	-----------	----	--------	---	---------	----	----------

VARIÁVEIS	MÉTODOS
	Espectroscopia Vibracional na Região do
Composição Química da dentina	Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)
	Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS)
Análises Morfológicas da dentina	
(Percentual e Profundidade de obliteração	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)
dos túbulos dentinários)	

Os fatores de variação do estudo foram: Agentes dessensibilizantes e o Tempo de Tratamento que estão descritas com suas respectivas siglas e diferentes níveis, a seguir:

Variável: Composição Química da dentina pelo método FTIR

Fatores de variação:

- A) Fator Agente Dessensibilizante (D) com 5 níveis:
 - D1 SrCO3 (Carbonato de Estrôncio)
 - D₂ Sr_xCa_{1-x}CO₃ (Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio)
 - D₃ CaCO₃ (Carbonato de Cálcio)
 - D₄ Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (Controle positivo)
 - D₅ Pasta sem F, CaCO₃ e Sr (Colgate® My First) (Controle negativo)

B) Fator Tempo de Tratamento (T) - com 4 níveis:

- T₀ Inicial (antes da escovação)
- T1 1 dia
- T₂ 7 dias
- $T_3 14$ dias

Variável: Composição Química da dentina pelo método EDS

Fatores de variação:

A) Fator Agente Dessensibilizante (D) - com 5 níveis:

- D₁ SrCO₃ (Carbonato de Estrôncio)
- D2 SrxCa1-xCO3 (Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio)

 $D_3 - CaCO_3$ (Carbonato de Cálcio)

D₄ – Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (Controle positivo)

D₅ – Pasta sem F, CaCO₃ e Sr (Colgate® My First) (Controle negativo)

B) Fator Tempo de Tratamento (T) - com 2 níveis:

- T₀ Inicial (antes da escovação)
- $T_1 14 \text{ dias}$

Variáveis: Análises Morfológicas da dentina (Percentual e Profundidade de obliteração dos túbulos dentinários)

Fatores de variação para as duas variáveis são:

A) Fator Agente Dessensibilizante (D) - com 5 níveis:

- D₁ SrCO₃ (Carbonato de Estrôncio)
- D2 SrxCa1-xCO3 (Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio)
- D₃ CaCO₃ (Carbonato de Cálcio)
- D₄ Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (Controle positivo)
- D₅ Pasta sem F, CaCO₃ e Sr (Colgate® My First) (Controle negativo)

B) Fator Tempo de Tratamento (T) - com 2 níveis:

- T₀ Inicial (antes da escovação)
- $T_1 14 \text{ dias}$

Para o estudo foi determinado a utilização de 30 terceiros molares hígidos, a fim de obter 30 discos, dos quais 25 foram submetidos as condições experimentais propostas por meio da escovação e 5 submetidos à escovação associada ao desafio ácido para verificação complementar do efeito das nanopartículas. Totalizando 55 espécimes.

Para a análise da Composição Química da dentina pelo método FTIR (n=10), foram realizadas duas leituras por espécime, nos quatros tempos experimentais propostos, totalizando 200 análises químicas.

Para a análise da Composição Química da dentina pelo método EDS, foram realizadas as seguintes leituras: a) duas leituras no corte transversal da dentina na região intertubular e intratubular; b) duas leituras no corte longitudinal aos túbulos na região intertubular e intratubular, ambos nos tempos inicial e final, totalizando 44 análises.

Para a análise morfológica da dentina pela avaliação do Percentual e Profundidade de obliteração dos túbulos dentinários, por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), nos tempos inicial e final, foram determinadas 90 análises, nos aumentos 1000x, 3000x e 5000x.

3.3 Métodos

3.3.1 Preparo dos espécimes

Foram selecionados 30 terceiros molares humanos hígidos extraídos, provenientes do Biobanco de dentes da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (FORP/USP), após aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa (06245218.2.0000.5419) da mesma instituição, onde foram armazenados em solução de timol 0,5% a 4°C.

Os dentes foram acrilizados com resina acrílica autopolimerizável Jet Clássico (Dencor®, Metil Metacrilato – Artigos Odontológicos Clássico Ltda., São Paulo, Brasil) (Figura 1) para então serem seccionados acima da junção amelocementária em máquina de corte de precisão (IsoMet® 1000, Buehler, Illinois, EUA - Departamento de Odontologia Restauradora da FORP/USP) (Figura 2, A e B) de modo a obter 30 discos de dentina de aproximadamente 1mm de espessura, com túbulos dentinários dispostos perpendicularmente à superfície do corte. Os discos foram observados com auxílio de uma lupa para eliminar espécimes com dentina terciária, defeitos, trincas, lesões cariosas ou não ou remanescente de esmalte dentário (GILLAM et al., 2002).

Na sequência, foram polidos com lixas d'água para polimento P1200 (3M) e P2000 com auxílio de Politriz Buehler (Beta Grinder-Polisher - Departamento de Odontologia Restauradora da FORP/USP) (Figura 3) em uma velocidade de 300 rpm, a fim de dar acabamento, polimento e padronização na superfície dos discos.

Dentre os 30 discos, 25 foram seccionados novamente em duas metades (Figura 4) com o auxílio de alicates universais, obtendo-se assim, 50 espécimes, no qual 25 foram tratados com os produtos propostos e 25 utilizados como grupo controle (sem escovação). Para verificação complementar da escovação associada com o efeito do desafio ácido, foram utilizados 5 discos.

Posteriormente, os discos foram sonicados em Lavadora Ultrasônica (ALT Sonic Clean) (Figura 5) por 30 segundos em água deionizada e posteriormente condicionados com ácido cítrico 6%, por dois minutos, para remoção da lama dentinária (GILLAM et al., 2002). Após a remoção da lama dentinária, os espécimes foram imersos em água deionizada e sonicados por 10 minutos a fim de remover impurezas remanescentes.





Figura 2 – Corte dos discos. A: Máquina de corte; B: Posicionamento do dente acrilizado para posterior corte





Figura 5 - Lavadora ultrassônica para sonicação dos discos



3.3.2 Armazenamento dos espécimes

Os espécimes foram armazenados em 0,5 mL de saliva artificial, composta de metilparabeno (2,0), carboximetilcelulose de sódio (10,0g), KCI (0,625g), MgCI 2.6H2O (0,059g) CaCl₂-2H₂O (0,166g), K2HPO4 (0,804g), KH₂PO4 (0,326g) em 1000 mL de água destilada (AMAECHI; HIGHAM; EDGAR, 1999), em estufa com temperatura controlada de 37±1°C (Figura 6) durante o experimento, e só foram retirados da estufa para serem submetidos ao tratamento dessensibilizante (escovação), ao desafio ácido e aos ensaios nos diferentes tempos.



Figura 6 – Estufa para armazenamento dos discos

Segue abaixo fluxograma (figura 7) do preparo dos espécimes.



Figura 7 – Fluxograma do preparo dos espécimes

3.3.3 Obtenção das nanopartículas experimentais

3.3.3.1 Síntese de partículas de Carbonato de Estrôncio (SrCO₃)

As partículas foram preparadas por meio de reação de precipitação partindose da mistura de cloreto de estrôncio (SrCl₂) (Figura 8) e carbonato de sódio (Na₂CO₃) (Figura 9), com auxílio de um agitador Ultra Turrax® (IKA® T18 basic, IKA® Works Brasil Ltda, Taquara, RJ/Brasil) sob agitação a 20000 rpm (Figura 10) por 10 minutos, conforme estequiometria da reação descrita abaixo:

 $Na_2CO_3(aq) + SrCl_2(aq) \rightarrow SrCO_3(s) + 2Na^+(aq) + Cl^-(aq)$

O precipitado foi filtrado e lavado 3x com água para purificação (Figura 11). As amostras foram secas em estufa a 50°C durante 40h, antes das caracterizações e aplicações. Após este período, foram maceradas (Figura 12) e armazenadas em recipiente e local seco até o momento de sua utilização.

3.3.3.2 Síntese de partículas de Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃)

As partículas foram preparadas por meio de reação de precipitação partindose da mistura de cloreto de estrôncio (SrCl₂) e cloreto de cálcio (CaCl₂) (Figura 8) e carbonato de sódio (Na₂CO₃) (Figura 9), com auxílio de um agitador Ultra Turrax® (IKA® T18 basic, IKA® Works Brasil Ltda, Taquara, RJ/Brasil) sob agitação a 20000 rpm (Figura 10) por 10 minutos, conforme estequiometria da reação descrita abaixo:

 $Na_2CO_3(aq) + SrCl_2(aq) + CaCl_2(aq) \rightarrow Sr_xCa_{1-x}CO3(s) + 2Na^+(aq) + 4Cl^-(aq)$

O precipitado foi filtrado e lavado 3x com água para purificação (Figura 11). As amostras foram secas em estufa a 50°C durante 40h, antes das caracterizações e aplicações. Após este período, foram maceradas (Figura 12) e armazenadas em local seco até o momento de sua utilização

3.3.3.3 Síntese de partículas de Carbonato de Cálcio (CaCO₃)

As partículas foram preparadas por meio de reação de precipitação partindose da mistura de cloreto de cálcio (CaCl₂) (Figura 8) e carbonato de sódio (Na₂CO₃) (Figura 9), com auxílio de um agitador Ultra Turrax® (IKA® T18 basic, IKA® Works Brasil Ltda, Taquara, RJ/Brasil) sob agitação a 20000 rpm (Figura 10) por 10 minutos, conforme estequiometria da reação descrita abaixo:

 Na_2CO_3 (aq) + $CaCl_2(aq) \rightarrow CaCO3(s) + 2Na^+(aq) + Cl^-(aq)$

O precipitado foi filtrado e lavado 3x com água para purificação (Figura 11). As amostras foram secas em estufa a 50°C durante 40h, antes das caracterizações e aplicações. Após este período, foram maceradas (Figura 12) e armazenadas em local seco até o momento de sua utilização.





Figuras 10 – Mistura das soluções sob agitação de 20000 rpm



Figura 11 – Filtração do precipitado



Figuras 12 – Maceração do precipitado



3.3.4 Métodos de análises para caracterização das nanopartículas experimentais 3.3.4.1 Difração de Raio X (DRX)

A fim de caracterizar as nanopartículas, realizou-se análise de Difração de Raio X, fenômeno no qual os átomos de um cristal, em virtude de seu espaçamento uniforme, causam um padrão de interferência das ondas presentes em um feixe incidente de raios X, determinando a organização atômica e molecular de um cristal.

Tal análise foi utilizada a fim de demonstrar a estrutura cristalina das nanopartículas sintetizadas. Para isso, utilizou-se o aparelho Difratômetro de Raios X (D2 PHASER, Bruker-AXS - Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 13), com escaneamento Theta/2Theta acoplado, com faixa de varredura de 10º a 80º, trabalhando em regime de 30 kV e 10 mA, tubo de cobre, passo de 0,025º, tempo por passo de 0,25 s e velocidade da varredura de 5,4º/min (CRUZ et al., 2019).

As nanopartículas foram posicionadas no difratômetro de maneira que o ângulo de incidência dos feixes de raios X fosse perpendicular à face mais plana da nanopartícula analisada, ou seja, incidissem sobre a molécula da estrutura cristalina, fazendo com que seus elétrons oscilassem liberando fótons que seriam interceptados por um detector e as intensidades dos picos registrados e mensurados eletronicamente (CRUZ et al., 2019).



Figura 13 – Aparelho Difratômetro de Raios X

3.3.4.2 Diâmetro hidrodinâmico das partículas

As nanopartículas foram dispersas em meio aquoso (6 mg/mL) por meio de agitação mecânica durante 2 minutos, obtendo assim uma dispersão translúcida. Para a análise do diâmetro hidrodinâmico das nanopartículas, 10 µL dessa dispersão foi diluído em 1 mL de água deionizada, a 25ºC, e levada ao aparelho Zeta Sizer Nano (Malvern Instruments Ltd, Worcestershire, Reino Unido -Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 14), utilizando-se laser de 580 nm e ângulo de espalhamento de 172º, onde foram realizadas 3 leituras por solução (MOCKDECI et al., 2017).

O diâmetro e a distribuição do tamanho destas nanopartículas foram obtidos pela técnica do Espalhamento de Luz Dinâmico (ELD). Para isso, foi calculado o coeficiente de difusão relacionado com o movimento browniano de partículas dispersas na solução por meio da irradiação da amostra com um laser e, assim, foram analisadas as flutuações de intensidade de luz espalhada pelas partículas. Foram calculadas as variações de intensidade em função do tempo, gerando uma função de autocorrelação baseada no número de fótons que chegam ao detector no tempo e número de fótons após o intervalo de tempo (MOCKDECI et al., 2017).





3.3.4.3 Carga Superficial (Potencial ζ)

As nanopartículas foram dispersas em meio aquoso (6 mg/mL) por meio de agitação mecânica durante 2 minutos, obtendo assim uma dispersão translúcida. Para a análise da carga superficial (potencial zeta) das nanopartículas, 10 µL dessa dispersão foi diluído em 1 mL de água deionizada, a 25ºC, e levada ao aparelho

Zeta Sizer Nano (Malvern Instruments Ltd, Worcestershire, Reino Unido – Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 14), onde foram realizadas 3 leituras por solução, obtendo uma média a qual permitiu a determinação do potencial zeta superficial (mV) (CORBETT et al., 2012; TUCKER et al., 2015).

3.3.4.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A fim de analisar a morfologia das nanopartículas, estas foram armazenadas em dessecador e posteriormente recobertas com uma camada condutora de ouro obtida por pulverização catódica por meio de um sistema de recobrimento de amostras com carbono e ouro (Bal-Tec SCD 050 Sputter Coater, Fürstentum Liechtenstein - Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 15) e levadas ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (Shimadzu SS-550, Kyoto Japan – Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 16).



Figura 16 – Microscópio Eletrônico de Varredura (Shimadzu SS-550)



3.3.5 Obtenção do gel de Poli (Álcool Vinílico) (PVA)

O polímero foi preparado dissolvendo-se 10% em massa do PVA em água deionizada (Figura 17), seguido do armazenamento de 3 dias para seu intumescimento (Figura 18).

Após este período, realizou-se aquecimento de até 90°C para o preparo do polímero em gel (Figura 19), e então armazenamento de 24 horas.

Figura 17 – Preparo do PVA



Figura 18 – Intumescimento do PVA



Figura 19 – Aspecto final do PVA como gel



3.3.6 Preparo do gel das nanopartículas experimentais

Este último passo inclui a adição de 30% em massa de partículas ao gel de Poli (Álcool Vinílico), até obtenção de um gel homogêneo (Figura 20).



Figura 20 - Preparo do gel de nanopartícula com PVA

3.3.7 Método de análise de Viscosidade do gel de nanopartículas experimentais

A fim de caracterizar o gel de nanopartículas conforme sua viscosidade, realizou-se tal análise utilizando um Reômetro Modular Compact MCR 52 (Antom-Paar GmbH, Graz, Áustria) (Figura 21) acoplado ao software START RHEOPLUS. As análises foram realizadas utilizando o spindle tipo cone/placa CP50-1, 50 mm de diâmetro e ângulo de 1º em relação à placa. A viscosidade aparente apresentada foi determinada a 100 s⁻¹ de taxa de deformação.

A viscosidade do gel se deu pela razão entre a tensão e a taxa de cisalhamento, conforme demonstrado na equação abaixo:

 $\eta = \tau/y$

Onde η é a viscosidade, τ é a tensão de cisalhamento e y é a taxa de cisalhamento (SAKAE et al., 2018).

Figura 21 – Reômetro Modular Compact MCR 52



Segue abaixo fluxograma (figura 22) da síntese e caracterização das nanopartículas, bem como o preparo do gel de nanopartículas e sua caracterização.



Figura 22 – Fluxograma da síntese e caracterização das nanopartículas, bem como o preparo do gel de nanopartículas e sua caracterização.

3.3.8 Tratamento dessensibilizante por meio da escovação

25 espécimes foram divididos aleatoriamente em 5 grupos de acordo com o agente dessensibilizante utilizado: $D_1 - SrCO_3$ (Carbonato de Estrôncio), $D_2 - Sr_xCa_{1-x}CO_3$ (Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio), $D_3 - CaCO_3$ (Carbonato de Cálcio), $D_4 - Acetato de Sr$ (Sensodyne® Rápido Alívio) e $D_5 - Controle$ (Colgate® My First)

Os espécimes foram posicionados em uma máquina de simulação de escovação mecânica (Máquina de escovação XY – Biopdi, São Carlos, Brasil – Departamento de Odontologia Restauradora da FORP/USP) (Figura 23) e posicionados perpendicularmente às cerdas da escova dental (Condor S.A., São Bento do Sul, Brasil) sob carga de 200g (Figura 24). Cada ciclo de escovação consistiu de 40 movimentos da máquina, com velocidade de 4,5 movimentos por segundo, totalizando aproximadamente 10 segundos por ciclo, equivalente a 2 minutos de escovação. O equipamento permite a escovação de 10 espécimes simultaneamente, com percurso realizado pelas escovas de 25mm e temperatura controlada de 37±1°C. Após a escovação, os espécimes foram lavados com água destilada por 10 segundos, armazenados em saliva artificial em estufa com temperatura controlada 37±1°C até o momento da próxima escovação, sendo realizada duas vezes ao dia, com intervalo de 4 horas e meia entre a primeira e a segunda escovação durante 14 dias (OLLEY et al., 2012).



Figura 23 – Máquina de escovação



Figura 24 – Posicionamento das escovas dentais sobre os espécimes com carga de 200g

3.3.9 Tratamento dessensibilizante por meio da escovação associado ao desafio ácido

Foi determinado 1 disco para cada uma das condições experimentais associado ao desafio ácido. Inicialmente, todos foram submetidos aos respectivos agentes dessensibilizantes por meio da escovação, de acordo com o descrito acima. Para o desafio ácido, os espécimes foram imersos individualmente uma hora após a escovação em 3mL de refrigerante de cola (Coca-Cola®) (Figura 25, A e B) por 2 minutos, em agitação de 50% com auxílio de mesa agitadora CT-155 (Cintec, Ribeirão Preto, Brasil - Departamento de Odontologia Restauradora da FORP/USP) (Figura 26), para simular desafio ácido diário proveniente da alimentação. Após este processo, os espécimes foram lavados com água deionizada por 10 segundos, armazenados em saliva artificial em estufa com temperatura controlada de 37±1°C até a próxima escovação. A escovação seguida do desafio ácido foi realizada duas vezes ao dia, com intervalo de 4 horas e meia entre a primeira e a segunda escovação durante 14 dias (OLLEY et al., 2012).
Figura 25 – A: Refrigerante de cola utilizado; B: Béquer com corpo de prova imerso em solução



Figura 26 – Corpos de prova imersos em refrigerante de cola submetido em mesa agitadora



Segue abaixo fluxograma (figura 27) do tratamento dessensibilizante, e do tratamento dessensibilizante associado ao desafio ácido.



Figura 27 – Fluxograma do tratamento dessensibilizante, e do tratamento dessensibilizante seguido do desafio ácido

3.3.10 Métodos de análises da Composição Química da dentina

3.3.10.1 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A composição química da dentina foi analisada por meio da Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), utilizando-se acessório de reflexão atenuada (Espectrofotômetro de FTIR IRPrestige-21, Shimadzu, Kyoto, Japão – Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 28). Este método permitiu observar se há alterações na composição química da dentina após cada período de escovação, por meio da identificação dos tipos de ligações químicas formadas na superfície, as quais possuem frequências de vibração específicas correspondentes aos níveis de energia das moléculas.

Os espécimes foram lavados com água destilada para remoção da saliva artificial e armazenados em dessecador para que não houvesse interferência da água. Então, os espécimes foram levados ao espectrofotômetro, o qual incidiu um feixe de radiação infravermelha e a quantidade de radiação refletida foi registrada, por meio de número de onda, em unidades de – cm⁻¹. (Figura 29) (LÓPEZ-SÁNCHEZ et al., 2008; FRANGOPOL et al., 2016).









3.3.10.2 Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS)

Os elementos químicos presentes na dentina antes e após o tratamento dessensibilizante foram identificados por meio da Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS) (500 Digital Processing; IXRF Systems, Houston, EUA Unido – Departamento de Química da FFCLRP/USP) associada à Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) (Zeiss EVO 50 – Zeiss, Cambridge, Reino Unido – Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 30). Para isso, os espécimes foram recobertos

com uma camada condutora de grafite por meio de um sistema de recobrimento de amostras com carbono e ouro (Bal-Tec SCD 050 Sputter Coater, Fürstentum Liechtenstein - Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 15).



Figura 30 – Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS) associada ao Microscópio Eletrônico de Varredura (Zeis EVO 50)

3.3.11 Métodos de análises Morfológicas da dentina3.3.11.1 Percentual de obliteração dos túbulos dentinários

Ao final do tratamento dessensibilizante, os discos de dentina foram armazenados em dessecador e posteriormente recobertos com uma camada condutora de ouro obtida por pulverização catódica por meio de um sistema de recobrimento de amostras com carbono e ouro (Bal-Tec SCD 050 Sputter Coater, Fürstentum Liechtenstein - Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 15) e levados ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (Shimadzu SS-550, Kyoto Japan – Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 16) para avaliar a morfologia da superfície antes e após tratamento, além do percentual de túbulos dentinários obliterados (TIRAPELLI et al., 2010).

O percentual de túbulos dentinários obliterados foi determinado pela observação das imagens topográficas obtidas em microscopia eletrônica de varredura. Dois examinadores calibrados observaram as imagens e definiram os túbulos individualmente em: "parcialmente preenchido" (P), "obliterado" (O) e "abertos" (Número total). A quantidade de túbulos dentinários obliterados foi calculada pela equação:

$\frac{(P) + (O) x \, 100}{n \acute{u}mero \ total}$

A média dos examinadores foi calculada, obtendo um valor para cada espécime (TOLEDANO-OSORIO et al., 2018).

3.3.11.2 Profundidade de obliteração dos túbulos dentinários

Os mesmos espécimes avaliados em relação ao percentual de túbulos dentinários obliterados foram seccionados transversalmente com auxílio de duas pinças hemostáticas para observação complementar da profundidade de obliteração dos túbulos dentinários por meio do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (Shimadzu SS-550, Kyoto Japan – Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 16) (TIRAPELLI et al., 2010).

Segue abaixo fluxograma (figura 31) das análises de FTIR, EDS e MEV realizadas nos espécimes.



Figura 31 – Fluxograma das análises realizadas nos espécimes



Resultados

4. RESULTADOS

4.1 Caracterização das nanopartículas

4.1.1 Carbonato de Estrôncio (SrCO₃)

O gráfico 1 representa análise de Difração de Raio X para a amostra de Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁). A coincidência entre os picos da amostra (linha preta) com todos os picos atribuídos pelo padrão de difração deste mineral, evidência sua formação na forma pura, sem mistura ou segregação de fases.

Gráfico 1 – Difratograma obtido para SrCO₃ (D₁). A linha vermelha se refere ao padrão de difração desse mineral obtido a partir do banco de dados *Crystallography Open Database* (COD).



A distribuição de tamanho de partículas para as amostras dispersas em água é apresentada no gráfico 2. Podemos observar uma distribuição centrada em 387 nm, com largura a meia altura de 166 nm. O índice de polidispersão foi de 0,581, o que indica distribuição pouco polidispersa.



Gráfico 2 - Diâmetro hidrodinâmico das partículas de Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁)

A carga das partículas, determinadas por medidas de potencial zeta, mostram que em pH 6 (água deionizada), a carga é baixa, correspondendo a -2,08 mV com largura à meia altura de 3,53 mV (gráfico 3).



Peak 3: 0,00

0.0

0,00

Conductivity (mS/cm): 1,24

As imagens de MEV (Figura 32) evidenciam a formação de nanopartículas com distribuição homogênea de tamanho, corroborando os dados de DLS, com geometria quase-esférica. A formação de agregados é observada (indicando com a seta vermelha na imagem B), como resultado de sua baixa carga de superfície e do processo de secagem.

Figura 32 – Fotomicrografias em MEV de Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁). As barras de escala correspondem a 10 μm (A) e 5 μm (B)



4.1.2 Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃)

O gráfico 4 representa análise de Difração de Raio X para a amostra de Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio ($Sr_xCa_{1-x}CO_3$) (D_2). A grande coincidência entre os picos da amostra (linha preta) com os picos atribuídos pelo padrão de difração deste mineral, evidência sua formação na forma pura, sem mistura ou segregação de fases. Além disso, observa-se a sobreposição dos picos atribuídos ao S_rCO_3 com CaCO₃, evidenciando a formação de Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio.

Gráfico 4 – Difratograma obtido para Sr_xCa_{1-x}CO₃ (D₂). As linhas vermelha e azul se referem ao padrão de difração de carbonato de cálcio substituído por estrôncio obtido a partir do banco de dados *Crystallography Open Database* (COD)



A distribuição de tamanho de partículas para as amostras dispersas em água é apresentada no gráfico 5. Podemos observar duas distribuições, em 2,486 nm, com largura a meia altura de 0,6661 nm, e 34,66 nm, com largura a meia altura de 16,71 nm. O índice de polidispersão foi de 0,585, o que indica também distribuição pouco polidispersa.



Gráfico 5 – Diâmetro hidrodinâmico das partículas de Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂)

A carga das partículas, determinadas por medidas de potencial zeta, mostram que em pH 6 (água deionizada), a carga é de -9,10 mV com largura à meia altura de 4,81 mV (gráfico 6).



Gráfico 6 – Potencial Zeta de Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂)

As imagens de MEV (Figura 33) evidenciam a formação de nanopartículas com distribuição homogênea de tamanho, corroborando os dados de DLS, com geometria quase-esférica. A formação de agregados é observada (indicando com a seta vermelha na imagem B), como resultado de sua baixa carga de superfície e do processo de secagem.

Figura 33 – Fotomicrografias em MEV de Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂). As barras de escala correspondem a 10 µm (A) e 5 µm (B)



4.1.3 Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃)

O gráfico 7 representa análise de Difração de Raio X para a amostra de Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃). A coincidência entre os picos da amostra (linha preta) com todos os picos atribuídos pelo padrão de difração deste mineral, evidência a formação exclusivamente de calcita na forma pura, sem mistura ou segregação de fases.

Gráfico 7 – Difratograma obtido para CaCO₃ (D₃). A linha vermelha se refere ao padrão de difração desse mineral obtido a partir do banco de dados *Crystallography Open Database* (COD)



A distribuição de tamanho de partículas para as amostras dispersas em água é apresentada no gráfico 8. Podemos observar diferentes distribuições em 31,93 nm, com largura a meia altura de 6,486 nm; 308,1 nm, com largura a meia altura de 61,19 nm, e 590,8 nm, com largura a meia altura de 156,5 nm. O índice de polidispersão foi de 0,901, o que indica distribuição pouco polidispersa.



Gráfico 8 – Diâmetro hidrodinâmico das partículas de Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃)

A carga das partículas, determinadas por medidas de potencial zeta, mostram que em pH 6 (água deionizada), a carga é baixa, correspondendo a -2,46 mV com largura à meia altura de 4,78 mV (gráfico 9).



Gráfico 9 – Potencial Zeta de Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃)

As imagens de MEV (Figura 34) evidenciam a formação de nanopartículas com distribuição homogênea de tamanho, corroborando os dados de DLS, com geometria quase-quadrada. A formação de agregados é observada (indicando com a seta vermelha na imagem B), como resultado de sua baixa carga de superfície e do processo de secagem.

Figura 34 – Fotomicrografias em MEV de Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃). As barras de escala correspondem a 10 µm (A) e 5 µm (B)



4.2 Caracterização do gel de nanopartículas

4.2.1 Análise de Viscosidade

As medidas de viscosidade dos géis de PVA contendo as nanopartículas mostram valores próximos (Tabela 1), desta forma o espalhamento dos mesmos sobre a superfície da dentina durante a escovação deve ser semelhante.

Tabela 1 – Viscosidade para ambos os géis de nanopartículas

Viscosidade (Pa*s)
2,55 Pa*s
2,88 Pa*s
2,16 Pa*s

4.3 Análise de Composição Química da dentina – FTIR

A análise dos grupos químicos presentes nas superfícies das amostras de dentina antes e após a escovação foi realizada por Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) nos períodos propostos ao tratamento dessensibilizante.

4.3.1 Análise de FTIR de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁)

O gráfico 10 mostra os espectros obtidos para as amostras escovadas com Carbonado de Estrôncio (SrCO3) (D₁) nos diferentes tempos experimentais.

Observa-se por meio dos espectros que as bandas que se mostram mais evidentes são as de 1480 cm⁻¹ e 850 cm⁻¹ (setas pretas), atribuídas à presença de grupos carbonato.





4.3.2 Análise de FTIR de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂)

O gráfico 11 mostra os espectros obtidos para as amostras escovadas com Carbonado de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) nos diferentes tempos experimentais. Observa-se por meio dos espectros que as bandas que se mostram mais evidentes são as de 1480 cm⁻¹ e 850 cm⁻¹ (setas pretas), atribuídas à presença de grupos carbonato. E as bandas de 1100-1000 cm⁻¹ atribuídas ao estiramento antissimétrico dos grupos fosfato (setas vermelhas).

Gráfico 11 – Espectros de FTIR de espécime escovado com Carbonado de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio ($Sr_xCa_{1-x}CO_3$) (D₂) nos diferentes tempos experimentais: inicial (linha preta); 01 dia (linha vermelha); 07 dias (linha verde) e 14 dias (linha azul)



4.3.3 Análise de FTIR de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃)

O gráfico 12 mostra os espectros obtidos para as amostras escovadas com Carbonado de Cálcio (CaCO₃) (D₃) nos diferentes tempos experimentais.

Observa-se por meio dos espectros que as bandas em 1480 cm⁻¹ relacionada à presença de carbonato não aumentou de maneira acentuada para as amostras escovadas com carbonato de cálcio (setas pretas). No entanto, nota-se bandas de 1100-1000 cm⁻¹ atribuídas ao estiramento antissimétrico dos grupos fosfato (setas vermelhas).



Gráfico 12 – Espectros de FTIR de espécime escovado com Carbonado de Cálcio (CaCO₃) (D₃) nos diferentes tempos experimentais: inicial (linha preta); 01 dia (linha vermelha); 07 dias (linha verde) e 14 dias (linha azul)

4.3.4 Análise de FTIR de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄)

O gráfico 13 mostra os espectros obtidos para as amostras escovadas com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) nos diferentes tempos experimentais.

Observa-se por meio dos espectros que as bandas de maior intensidade são as de em 1100-1000 cm⁻¹ atribuídas ao estiramento antissimétrico dos grupos fosfato (setas vermelhas).



Gráfico 13 – Espectros de FTIR de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) nos diferentes tempos experimentais: inicial (linha preta); 01 dia (linha vermelha); 07 dias (linha verde) e 14 dias (linha azul)

4.3.5 Análise de FTIR de espécime escovado com Colgate My First (controle) (D₅)

O gráfico 14 mostra os espectros obtidos para as amostras escovadas com Colgate My First (controle) (D₅) nos diferentes tempos experimentais.

Nota-se que a banda de maior intensidade também é a de 1.100 cm⁻¹ (setas azuis), porém esta é atribuída a vibrações de sílica hidratada, comumente utilizada como abrasiva.



Gráfico 14 – Espectros de FTIR de espécime escovado com Colgate My First (controle) (D_5) nos diferentes tempos experimentais: inicial (linha preta); 01 dia (linha vermelha); 07 dias (linha verde) e 14 dias (linha azul)

4.4 Análise dos resultados de Percentual de obliteração dos túbulos dentinários

Ao final de 14 dias de tratamento dessensibilizante e desafio ácido, um espécime de cada grupo (D_1 , D_2 , D_3 , D_4 e D_5) foi levado ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) para avaliação morfológica da superfície da dentina. Abaixo seguem as fotomicrografias.

4.4.1 Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁)

A figura 35, referente a espécime escovado com Carbonato de Estrôncio $(SrCO_3)$ (D_1) evidencia que após escovação por 14 dias (imagens B, E e H) há a presença e depósito de nanopartículas na superfície da dentina analisada. Analisando o aumento de 3000x, nota-se que a porcentagem de túbulos dentinários obliterados foi de 72,2% com a grande maioria dos túbulos totalmente ou parcialmente obliterados. Após desafio ácido (imagens C, F e I) esta condição se mostrou de forma mais eficaz, com 100% dos túbulos acometidos pelas nanopartículas, com a grande maioria totalmente obliterado, e uma pequena minoria parcialmente obliterado.

Figura 35 – Fotomicrografias em MEV da região superficial. A, D e G: Espécime controle (sem aplicação do produto); B, E e H: Espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para as imagens D, E e F e 2 µm para as imagens G, H e I



4.4.2 Carbonato de Cálcio substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂)

Ao analisar a figura 36, referente a espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio ($Sr_xCa_{1-x}CO_3$) (D_2), nota-se que após escovação por 14 dias (imagens B, E e H) há a presença e depósito de nanopartículas na superfície da dentina analisada. Analisando o aumento de 3000x, nota-se que a porcentagem de túbulos dentinários obliterados foi de 86,6% com a grande maioria dos túbulos parcialmente obliterados. Após desafio ácido (imagens C, F e I) esta condição se mostrou de forma mais eficaz, com 100% dos túbulos acometidos pelas nanopartículas, com a grande maioria totalmente obliterado.

Figura 36 – Fotomicrografias em MEV da região superficial. A, D e G: Espécime controle (sem aplicação do produto); B, E e H: Espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para as imagens D, E e F e 2 µm para as imagens G, H e I



4.4.3 Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃)

A figura 37, referente a espécime escovado com Carbonato de Cálcio ($CaCO_3$) (D_3), evidencia que após escovação por 14 dias (imagens B, E e H) há a presença e depósito de pequenas quantidades de nanopartículas na superfície da dentina analisada, com porcentagem de 25,9% de túbulos acometidos por tal partícula. Após desafio ácido (imagens C, F e I) nota-se que tais nanopartículas foram totalmente removidas.

Figura 37 – Fotomicrografias em MEV da região superficial. A, D e G: Espécime controle (sem aplicação do produto); B, E e H: Espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 μ m para as imagens A, B e C, 5 μ m para as imagens D, E e F e 2 μ m para as imagens G, H e I



4.4.4 Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄)

Ao analisar a figura 38, referente a espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio (D₄), nota-se grande semelhança das imagens após escovação por 14 dias (imagens B, E e H) e após desafio ácido (imagens C, F e I), com a presença e depósito de nanopartículas na superfície da dentina analisada em 100% dos túbulos, com a grande maioria parcialmente obliterados.

Figura 38 – Fotomicrografias em MEV da região superficial. A, D e G: Espécime controle (sem aplicação do produto); B, E e H: Espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para as imagens D, E e F e 2 µm para as imagens G, H e I



4.4.5 Colgate® My First (controle) (D₅)

Analisando a figura 39, referente a espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D_5), nota-se que após escovação por 14 dias (imagens B, E e H) há a presença e depósito de nanopartículas na superfície da dentina analisada. Analisando o aumento de 3000x, nota-se que a porcentagem de túbulos dentinários obliterados foi de 85,7%, com túbulos totalmente ou parcialmente obliterados. Após desafio ácido (imagens C, F e I) verifica-se grande remoção das partículas, com 46% dos túbulos parcialmente acometidos pelo produto.

Figura 39 – Fotomicrografias em MEV da região superficial. A, D e G: Espécime controle (sem aplicação do produto); B, E e H: Espécime escovado com Colgate® My First (Controle) (D₅) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Colgate® My First (Controle) (D₅) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 μ m para as imagens A, B e C, 5 μ m para as imagens D, E e F e 2 μ m para as imagens G, H e I



4.5 Análise dos resultados de Profundidade de obliteração dos túbulos dentinários

Ao final de 14 dias de tratamento dessensibilizante e desafio ácido, um espécime de cada grupo (D_1 , D_2 , D_3 , D_4 e D_5) foi levado ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) para avaliação morfológica do interior dos túbulos dentinários (corte longitudinal aos túbulos). Abaixo seguem as imagens.

4.5.1 Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁)

A figura 40 refere-se à espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁), e ao comparar as imagens do controle (sem aplicação do produto) (imagens A, D e G) com as imagens após escovação por 14 dias (imagens B, E e H), nota-se alteração na estrutura dentinária, no entanto a presença de pequenas quantidades de partículas depositadas no interior dos túbulos dentinários. Após desafio ácido (imagens C, F e I), as condições mostram-se semelhantes.

Figura 40 – Fotomicrografias em MEV da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A, D e G: Espécime controle (sem aplicação do produto); B, E e H: Espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para as imagens D, E e F e 2 µm para as imagens G, H e I



4.5.2 Carbonato de Cálcio substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂)

A figura 41 refere-se à espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio ($Sr_xCa_{1-x}CO_3$) (D_2), e ao comparar as imagens do controle (sem aplicação do produto) (imagens A, D e G) com as imagens após escovação por 14 dias (imagens B, E e H), nota-se alteração na estrutura dentinária, no entanto a ausência de partículas depositadas no interior dos túbulos dentinários. Após desafio ácido (imagens C, F e I), as condições mostram-se semelhantes.

Figura 41 – Fotomicrografias em MEV da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A, D e G: Espécime controle (sem aplicação do produto); B, E e H: Espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para as imagens D, E e F e 2 µm para as imagens G, H e I



4.5.3 Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃)

A figura 42 refere-se à espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃), e de forma semelhante ao apresentado no grupo D₂, há alteração da estrutura dentinária após escovação por 14 dias (imagens B, E e H) em comparação ao grupo controle (sem aplicação do produto) (imagens A, D e G), no entanto a ausência de partículas depositadas no interior dos túbulos dentinários. Após desafio ácido (imagens C, F e I), as condições mostram-se semelhantes.

Figura 42 – Fotomicrografias em MEV da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A, D e G: Espécime controle (sem aplicação do produto); B, E e H: Espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para as imagens D, E e F e 2 µm para as imagens G, H e I



4.5.4 Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄)

A figura 43 refere-se à espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄), e ao comparar as imagens do controle (sem aplicação do produto) (imagens A, D e G) com as imagens após escovação por 14 dias (imagens B, E e H), nota-se alteração na estrutura dentinária, no entanto a presença de pequenas quantidades de partículas depositadas no interior dos túbulos dentinários. Após desafio ácido (imagens C, F e I), as condições mostram-se semelhantes.

Figura 43 – Fotomicrografias em MEV da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A, D e G: Espécime controle (sem aplicação do produto); B, E e H: Espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para as imagens D, E e F e 2 µm para as imagens G, H e I



4.5.5 Colgate® My First (controle) (D₅)

A figura 44 refere-se à espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅), e nota-se também ao comparar as imagens do controle (sem aplicação do produto) (imagens A, D e G) com as imagens após escovação por 14 dias (imagens B, E e H), a alteração na estrutura dentinária, no entanto a presença de pequenas quantidades de partículas depositadas no interior dos túbulos dentinários. Após desafio ácido (imagens C, F e I), verifica-se a remoção de tais partículas.

Figura 44 – Fotomicrografias em MEV da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A, D e G: Espécime controle (sem aplicação do produto); B, E e H: Espécime escovado com Colgate® My First (Controle) (D₅) por 14 dias; C, F e I: Espécime escovado com Colgate® My First (Controle) (D₅) por 14 dias seguido do desafio ácido. A barra de escala corresponde a 10 µm para as imagens A, B e C, 5 µm para as imagens D, E e F e 2 µm para as imagens G, H e I



4.6 Análise de Composição Química da dentina – EDS

4.6.1 Análise de EDS de espécime controle (sem aplicação de produto)

A fim de analisar os elementos químicos presentes na dentina, realizou-se análise de Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS) associada à Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Inicialmente analisou-se espécime controle (sem aplicação do produto). Seguem abaixo os gráficos e dados obtidos.

O gráfico 15 representa análise morfológica superficial de espécime controle (sem aplicação do produto), e o gráfico 16 análise morfológica tubular (corte longitudinal aos túbulos). E as tabelas 2 e 3 a razão Ca+Sr/P.

Gráfico 15 – Espectros de EDS de espécime controle (sem aplicação do produto) da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 2 - Razão Ca+Sr/P de espécime controle (sem aplicação do produto) da região superficial

Região	Ca	Sr	P	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	63,31	0,99	35,71	1,80±0,17
B (intertubular)	63,47	1,00	35,52	1,81±0,17





iongitudinal aos tubulos)				
Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	58,30	1,35	40,35	1,48±0,17
B (intertubular)	59,12	1,18	39,70	1,52±0,17

Tabela 3 – Razão Ca+Sr/P de espécime controle (sem aplicação do produto) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)

4.6.2 Análise de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁)

Ao final de 14 dias de tratamento dessensibilizante seguido de desafio ácido, um espécime por grupo (D_1 , D_2 , D_3 , D_4 e D_5) foi levado a Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS) associada à Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) a fim de analisar os elementos químicos presentes na dentina. Seguem abaixo os espectros e dados obtidos.

O gráfico 17 representa análise morfológica superficial de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁), e o gráfico 18 seguido do desafio ácido; e as tabela 4 e 5 a razão Ca+Sr/P.

Gráfico 17 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 4 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) da região superficial

Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	61,81	5,02	33,20	2,01±0,17
B (intertubular)	59,20	6,00	34,90	1,87±0,17
Gráfico 18 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) seguido do desafio ácido da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 5 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) seguido do desafio ácido da região superficial

Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	28,20	29,54	42,26	1,37±0,17
B (intertubular)	24,90	26,92	48,18	1,07±0,17

A figura 45 representa mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonado de Estrôncio (SrCO3) (D₁) e a figura 46 seguido do desafio ácido, ambos da região superficial.

Figura 45 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) da região superficial



Figura 46 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) seguido do desafio ácido da região superficial



O gráfico 19 representa análise morfológica tubular (corte longitudinal aos túbulos) de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁), e o gráfico 20 seguido do desafio ácido; e as tabela 6 e 7 a razão Ca+Sr/P.

Gráfico 19 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 6 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)

Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	60,00	1,65	38,41	1,60±0,17
B (intertubular)	58,75	2,20	39,04	1,56±0,17

Gráfico 20 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 7 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos) seguido do desafio ácido

Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	24,82	39,04	36,14	1,77±0,17
B (intertubular)	22,21	43,95	33,84	1,95±0,17

A figura 47 representa mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonado de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) e a figura 48 seguido do desafio ácido, ambos da região tubular (corte longitudinal aos túbulos).

Figura 47 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos).



Figura 48 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (SrCO₃) (D₁) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos).



4.6.3 Análise de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (SrxCa1-xCO3) (D2)

O gráfico 21 representa análise morfológica superficial de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio ($Sr_xCa_{1-x}CO_3$) (D₂), e o gráfico 22 seguido do desafio ácido; e as tabela 8 e 9 a razão Ca+Sr/P.

Gráfico 21 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



B (intertubular)

or Estrôncio (Sr _x Ca _{1-x} CO ₃) (D ₂) da região superficial.											
Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P							
A (intratubular)	63,71	1,96	34,33	1,91±0,17							

4,54

35,78

1,79±0,17

59,67

Tabela 8 - Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído

Gráfico	22 –	Espectros	de	EDS	de	espécime	escovado	com	Carbonato	de	Cálcio	parcial	mente
substituí	do po	r Estrôncio	(Sr _x	Ca _{1-x} C	CO3)	(D ₂) segu	ido do des	afio á	cido da regi	ião s	superfic	ial. A: a	nálise
-l:~.		A shared a market Da	<u>-</u> - 1	la a ala									



Tabela 9 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) seguido do desafio ácido da região superficial

Região	Ca	Sr	P	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	37,29	39,23	23,48	3,26±0,17
B (intertubular)	43,07	47,03	9,90	9,10±0,17

A figura 49 representa mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) e a figura 50 seguido do desafio ácido, ambos da região superficial.

Figura 49 - Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (SrxCa1-xCO3) (D2) da região superficial



Figura 50 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) seguido do desafio ácido da região superficial



O gráfico 23 representa análise morfológica tubular (corte longitudinal aos túbulos) de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio ($Sr_xCa_{1-x}CO_3$) (D_2), e o gráfico 24 seguido do desafio ácido; e as tabela 10 e 11 a razão Ca+Sr/P.

Gráfico 23 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A: análise da região intertubular; B: análise da região intertubular



Tabela 10 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)

Região	Са	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	58,70	2,08	39,21	1,55±0,17
B (intertubular)	58,36	2,22	39,42	1,54±0,17

Gráfico 24 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 1	11	- 1	Razão	Ca+	Sr/P	de	espé	cime	escovad	do (com	Car	bonato	de	Cálcio	parcial	mente
substituíd	lo	por	Estrôr	ncio	(Sr _x C	a1-x	CO3)	(D ₂)	seguido	do	desa	afio	ácido	da	região	tubular	(corte
longitudin	nal a	aos	túbulos	S)													

Região	Са	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	56,46	1,26	42,29	1,37±0,17
B (intertubular)	55,30	1,34	43,36	1,31±0,17

A figura 51 representa mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) e a figura 52 seguido do desafio ácido, ambos da região tubular (corte longitudinal aos túbulos).

Figura 51 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)



Figura 52 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio (Sr_xCa_{1-x}CO₃) (D₂) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)



4.6.4 Análise de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃)

O gráfico 25 representa análise morfológica superficial de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃), e o gráfico 26 seguido do desafio ácido; e as tabela 12 e 13 a razão Ca+Sr/P.

Gráfico 25 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 12 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) da região superficial

Região	Са	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	58,72	1,19	40,09	1,49±0,17
B (intertubular)	59,50	0,90	39,61	1,52±0,17

Gráfico 26 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) seguido do desafio ácido da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 13 – Razão	Ca+Sr/P	de espécime	escovado	com	Carbonato	de	Cálcio	(CaCO ₃)	(D ₃)	seguido
do desafio ácido da	região su	perficial								_

Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	49,95	4,54	45,51	1,20±0,17
B (intertubular)	53,30	4,36	42,33	1,36±0,17

A figura 53 representa mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) e a figura 54 seguido do desafio ácido, ambos da região superficial.

Figura 53 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) da região superficial



Figura 54 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) seguido do desafio ácido da região superficial



O gráfico 27 representa análise morfológica tubular (corte longitudinal aos túbulos) de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃), e o gráfico 28 seguido do desafio ácido; e as tabela 14 e 15 a razão Ca+Sr/P.

Gráfico 27 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 14 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)

Região	Ća	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	60,48	0,99	38,53	1,59±0,17
B (intertubular)	61,11		38,89	1,57±0,17

Gráfico 28 – Espectros de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 15 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)

Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	58,81		41,19	1,43±0,17
B (intertubular)	58,87		41,12	1,43±0,17

A figura 55 representa mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) e a figura 56 seguido do desafio ácido, ambos da região tubular (corte longitudinal aos túbulos).

Figura 55 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)



Figura 56 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Carbonato de Cálcio (CaCO₃) (D₃) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)



4.6.5 Análise de EDS de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄)

O gráfico 29 representa análise morfológica superficial de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄), e o gráfico 30 seguido do desafio ácido; e as tabela 16 e 17 a razão Ca+Sr/P.

Gráfico 29 – Espectros de EDS de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 16 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) da região superficial

Região	Са	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	51,59	16,44	31,97	2,13±0,17
B (intertubular)	40,58	16,67	42,75	1,34±0,17

Gráfico 30 – Espectros de EDS de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) seguido do desafio ácido da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 17 - Razão Ca+Sr/P	de espécime escovado	com Acetato de	e Sr (Sensodyne®	Rápido	Alívio)
(D ₄) seguido do desafio ácido	da região superficial				

Região	Са	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	53,28		46,71	1,14±0,17
B (intertubular)	50,49	5,56	43,95	1,27±0,17

A figura 57 representa mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄), e a figura 58 seguido do desafio ácido, ambas da região superficial.

Figura 57 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) da região superficial



Figura 58 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) seguido do desafio ácido da região superficial



O gráfico 31 representa análise morfológica tubular (corte longitudinal aos túbulos) de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄), e o gráfico 32 seguido do desafio ácido; e as tabela 18 e 19 a razão Ca+Sr/P.





(D ₄) da região tubular (corte l	ongitudinal aos tú	ibulos)		
Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	33,50	18,68	47,82	1,09±0,17
B (intertubular)	33,45	18,51	48,04	1,08±0,17

Tabela 18 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)

Gráfico 32 – Espectros de EDS de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 19 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)

Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	58,31	1,13	40,55	1,47±0,17
B (intertubular)	56,65	1,59	43,76	1,33±0,17

A figura 59 representa mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄), e a figura 60 seguido do desafio ácido, ambas da região tubular (corte longitudinal aos túbulos).

Figura 59 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D4) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)



Figura 60 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)



4.6.6 Análise de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅)

O gráfico 33 representa análise morfológica superficial de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅), e o gráfico 34 seguido do desafio ácido; e as tabela 20 e 21 a razão Ca+Sr/P.

Gráfico 33 – Espectros de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 20 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) da região superficial

Região	Са	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	65,57		34,43	1,90±0,17
B (intertubular)	63,23		36,77	1,72±0,17

Gráfico 34 – Espectros de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) seguido do desafio ácido da região superficial. A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 21 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) seguido do desafio ácido da região superficial

Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	59,83		30,62	1,95±0,17
B (intertubular	60,05		31,99	1,88±0,17

A figura 61 representa mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅), e a figura 62 seguido do desafio ácido, ambas da região superficial.

Figura 61 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) da região superficial



Figura 62 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) seguido do desafio ácido da região superficial



O gráfico 35 representa análise morfológica tubular (corte longitudinal aos túbulos) de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅), e o gráfico 36 seguido do desafio ácido; e as tabela 22 e 23 a razão Ca+Sr/P.

Gráfico 35 – Espectros de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) da região tubular (corte longitudinal os túbulos). A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela	22 – Razão	Ca+Sr/P	de espécime	escovado	com	Colgate®	My F	First	(controle)	(D ₅)	da	região
tubular	(corte longitu	udinal aos	s túbulos)									

Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	60,83	1,28	37,89	1,64±0,17
B (intertubular)	60,29	1,25	38,46	1,60±0,17

Gráfico 36 – Espectros de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos). A: análise da região intratubular; B: análise da região intertubular



Tabela 23 – Razão Ca+Sr/P de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)

Região	Ca	Sr	Р	Razão Ca+Sr/P
A (intratubular)	58,03		41,97	1,38±0,17
B (intertubular)	55,97		39,89	1,40±0,17

A figura 63 representa mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅), e a figura 64 seguido do desafio ácido, ambas da região tubular (corte longitudinal aos túbulos).

Figura 63 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)



Figura 64 – Mapa de elementos químicos presentes em imagem de EDS de espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅) seguido do desafio ácido da região tubular (corte longitudinal aos túbulos)





Discussão

5. DISCUSSÃO

A hipersensibilidade dentinária tem um grande efeito na qualidade de vida dos pacientes, afetando um grande número de pessoas (BARTOLD, 2006; BEKES et al., 2009; HU et al., 2018; ZEOLA; SOARES; CUNHA-CRUZ, 2019). Atualmente, muitos cremes dentais dessensibilizantes estão disponíveis no mercado para aliviar essa condição. A maioria desses produtos funciona com base no bloqueio dos túbulos dentinários expostos ou na dessensibilização do nervo pulpar. No entanto, questionamentos sobre sua eficácia ao longo dos anos ainda existem (CUMMINS, 2010; HU et al., 2018).

O desenvolvimento de novos biomateriais mostra-se de suma importância, uma vez que, apesar da disponibilidade de diversos agentes dessensibilizantes para consumo no mercado, ainda há uma grande quantidade de pessoas afetadas pela hipersensibilidade dentinária, e seu efeito continua a perpetuar por vastos anos (CUMMINS, 2010; HU et al., 2018; ZEOLA; SOARES; CUNHA-CRUZ, 2019). Para tal, estes biomateriais devem apresentar propriedades ideais a fim de interagirem de forma satisfatória com a cavidade oral, como ser biocompatível, não ser irritante pulpar, não promover a alteração da cor da estrutura dental, além de ser de fácil aplicação, ter efeito permanente e ação rápida (DAVARI; ATAEI; ASSARZADEH, 2013).

O presente estudo avaliou a capacidade de remineralização e obliteração tubular da dentina submetida a tratamento com agentes dessensibilizantes de nanopartículas de carbonato de estrôncio e carbonato de cálcio parcialmente substituído por estrôncio. Como a recomendação do uso de cremes dentais como produto para higiene bucal é duas vezes ao dia, foi utilizado um modelo seguindo essa recomendação (JOÃO-SOUZA et al., 2019). Estudos observaram que o consumo de bebidas ácidas ou o contato com a saliva pode prejudicar a oclusão dos túbulos, pois removem os depósitos formados na superfície da dentina (WANG et al., 2010; ARNOLD; PRANGE; NAUMOVA, 2015). Assim, no presente estudo, foi realizada exposição frequente ao ácido fosfórico e à saliva para verificar a retenção dos possíveis depósitos formados na superfície da dentina.

O estrôncio na tabela periódica, localiza-se logo abaixo do cálcio e pertence à mesma família de 2A. Pode ser encontrado em alimentos e água potável, e sua ingestão diária é cerca de 2,4 mg (WANG et al., 2019). Devido à similaridade do estrôncio com o cálcio, apresentando carga e tamanho próximos a este, e em associação à sua capacidade de substituir o cálcio na estrutura da apatita, sua correlação com os dentes tem sido estudada a muitos anos (UCHIDA et al., 1980; DENRY et al., 2018; WANG et al., 2019).

O carbonato de cálcio se encontra presente nos dentifrícios como abrasivo, sendo capaz de causar obliteração dos túbulos por ação abrasiva ou indiretamente pela formação de uma smear layer durante a escovação (ARRAIS et al., 2003; LEE; KWON; KIM, 2008; GODINHO; GRIPPI; WANG et al., 2010; COSTA, 2011; CHEN et al., 2015; SAEKI et al., 2016; MEDVECKY et al., 2018). E o estrôncio há anos é estudado para o tratamento da hipersensibilidade dentinária, mostrando-se eficaz no tratamento de tal condição (UCHIDA et al., 1980; DAVIES et al., 2011; RAJGURU; PADHYE; GUPTA, 2017). Desta forma, a sintetização de ambos em uma mesma formulação se fez necessária, a fim de buscar uma melhor eficácia no tratamento da hipersensibilidade dentinária.

O carbonato de estrôncio ainda não se encontra presente em dentifrícios, no entanto, seu uso na forma de medicamentos apresenta grande eficácia no tratamento da osteoporose, por exemplo, pois possui grande capacidade de reparação óssea, minimizando os riscos de fraturas. Além de ser utilizado também na osseointegração de implantes, visando à formação óssea (NASCIMENTO, 2010; SCARDUELI, 2014; SCHOFIELD et al., 2016; LIU et al., 2017a; RUSHDI; ABDEL-FATTAH; SOLIMAN, 2017; GONÇALVES, 2018). Assim sendo, no presente estudo se optou pelo seu uso, a fim de verificar seu possível mecanismo na obliteração e remineralização tubular da dentina.

Para o estudo, a síntese de carbonato de cálcio (D₃) se fez necessária a fim de utilizar como grupo controle positivo, com a finalidade de comparar com D₂, grupo este que possui estrôncio e cálcio na mesma formulação.

Com a modificação original da formula do dentifrício da Sensodyne®, adicionando o íon flúor com acetato de estrôncio, pesquisas mostraram significantes resultados no tratamento da hipersensibilidade dentinária sob o uso de tal produto (GILLAM et al., 1996; WEST et al., 1997; WEST et al., 2012; ESPINOZA; GONZÁLEZ; RUIZ, 2013; SEONG et al., 2013; OLLEY; MOAZZEZ; BARTLETT, 2015; MOCKDECI et al., 2017). Assim, com o propósito de comparação aos demais agentes dessensibilizantes, selecionou-se o dentifrício Sensodyne® Rápido Alívio.

Como grupo controle negativo, o dentifrício selecionado foi o Colgate® My First, este que foi sua vez não apresenta em sua composição carbonato de cálcio (CaCO₃), Estrôncio (Sr) e até mesmo o íon flúor (F). Tal decisão se deu pelo fato de que o flúor exerça efeito cariostático principalmente pela inibição da desmineralização e pelo aprimoramento da remineralização, uma vez que, o flúor substitui o íon hidroxil (OH) na estrutura de apatita e converte a hidroxiapatita em fluorapatita. Essa troca de F-OH diminui a solubilidade da superfície do elemento dental tornando-o mais forte contra ataques ácidos e à cárie dentária (BOSSÙ et al., 2019; LIPPERT; BDS, 2019).

Após síntese de ambas as nanopartículas, inicialmente se fez necessário a caracterização destas por meio de análises de Difração de Raio X, Diâmetro hidrodinâmico, Carga superficial (potencial ζ) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

O gráfico 1 representa difratograma referente a SrCO₃ (Carbonato de Estrôncio) (D₁). Cada pico corresponde a distância interplanar que compõe a estrutura do cristal analisado. A linha preta do espectro corresponde a difração de SrCO₃, e a linha vermelha ao banco de dados *Crystallography Open Database* (COD) referente a este cristal. Como podemos verificar, todos os picos se correlacionam entre si, indicando que a estrutura analisada é estroncianita, isto significa que o cristal analisado corresponde ao Carbonato de Estrôncio, e sua organização estrutural é ortorrômbica, estando de acordo com o trabalho de Cruz et al. (2019).

O mesmo ocorre com CaCO₃ (D₃) (gráfico 7), que através de sua difração, nota-se correlação com todos os picos, indicativo de que a estrutura analisada é calcita, isto significa que o cristal corresponde ao Carbonato de Cálcio, e sua organização estrutural é hexagonal, estando de acordo também com trabalho de Cruz et al. (2019).

No caso do espectro de Sr_xCa_{1-x}CO₃ (Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio) (D₂) (gráfico 4), nota-se grande coincidência entre os picos da amostra (linha preta) com os picos atribuídos pelo padrão de difração deste mineral, evidenciando sua formação na forma pura. Além disso observa-se sobreposição dos picos atribuídos a SrCO₃ com CaCO₃, evidenciando a formação de Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por Estrôncio, e para ambos a organização estrutural é ortorrômbica.

A análise de Diâmetro hidrodinâmico mostra o tamanho das partículas, e quanto menores são essas partículas, mais fácil é a sua penetração nos túbulos dentinários (PLANCHON et al., 2013; MOCKDECI et al., 2017). De acordo com um trabalho de Mockdeci et al. (2017), o diâmetro hidrodinâmico da partículas presentes no dentifrício Sensodyne® Rápido Alívio é de 390,67 nm. Este valor está semelhante ao SrCO₃ (D₁) de 387 nm (gráfico 2). Sr_xCa_{1-x}CO₃ (D₂) apresentou distribuição em dois diâmetros, de 2,486 nm e 34,66 nm (gráfico 5), o que indicaria uma melhor penetração no interior dos túbulos dentinários. E CaCO₃ (D₃) se distribuiu de diferentes diâmetros, em 31,93 nm, 308,1 nm e 590,8 nm (gráfico 8). Os diâmetros obtidos para estas partículas evidenciam a possibilidade de penetração nos túbulos dentinários, que possuem diâmetros de ordem de milhares de nanômetros (PLANCHON et al., 2013; MOCKDECI et al., 2017).

Também no que diz respeito ao tamanho médio das partículas, o índice de polidispersão (PdI) indica a distribuição do tamanho das partículas e geralmente valores inferiores a 0,20 para suspensões coloidais são considerados bons indicadores de estabilidade (PLANCHON et al., 2013; MOCKDECI et al., 2017). Nesse contexto, nota-se que SrCO₃ e Sr_xCa_{1-x}CO₃ apresentaram PdI semelhantes, 0,581 e 0,585 respectivamente, e CaCO₃ apresentou PdI de 0,901. No entanto, de acordo com tais informações, pelo fato de apresentarem PdI maior que 0,20, há comprometimento na estabilidade de tais partículas. No estudo de Mockdeci et al. (2017), o dentifrício Sensodyne® Rápido Alívio apresentou PdI de 0,28, mostrandose também acima de 0,20.

A superfície dental é carregada negativamente (NAGAVI-ALHOSEINY et al., 2019), e verificar qual a carga da nanopartícula se faz de suma importância, uma vez que influenciará na interação do novo produto à dentina. A análise do potencial Zeta mostra a carga superficial das partículas e pode ser influenciado pela composição da partícula, pelo meio dispersante, pelo pH e pela força iônica presentes na solução (PLANCHON et al., 2013; MOCKDECI et al., 2017). Observase no presente estudo que ambas as nanopartículas apresentaram cargas negativas, onde SrCO₃ apresentou -2,08 mV (gráfico 3), Sr_xCa_{1-x}CO₃ apresentou -9,10 mV (gráfico 6) e CaCO₃ apresentou -2,46 mV (gráfico 9). De acordo com Mockdeci et al. (2017), partículas com valores de potencial zeta de pelo menos ± 25 mV apresentam boa estabilidade coloidal. No entanto, quanto maior a estabilidade, menor a reatividade das partículas e, no caso de dentifrícios dessensibilizantes, as

partículas devem ser mais reativas, uma vez que os oligoelementos do dentifrício devem ser liberados de suas matrizes e depositados nos túbulos, ou seja, um alto potencial zeta pode dificultar a transferência de oligoelementos do dentifrício para o dente. Além disso, a ausência de cargas também pode ser um fator importante na prevenção de repulsão das partículas pela superfície negativamente carregada da dentina (PLANCHON et al., 2013; MOCKDECI et al., 2017).

Ainda de acordo com o estudo de Mockdeci et al. (2017), o potencial zeta do dentifrício dessensibilizante Sensodyne® Rápido Alívio é de -16,53 mV, e em comparação aos demais dentifrícios dessensibilizantes analisados no estudo, este apresentou um melhor efeito, pois sua carga superficial foi menor. Indicativo de que, pelo fato das nanopartículas analisadas neste estudo apresentarem carga superficial baixa, possam se apresentar de forma eficaz na remineralização dentinária.

Analisando as fotomicrografias de ambas as nanopartículas obtidas pelo Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), verifica-se que as partículas de SrCO₃ (Figura 32) mostram-se a formação de nanopartículas com distribuição homogênea de tamanho, corroborando os dados de DLS, com geometria quase esférica. As partículas de Sr_xCa_{1-x}CO₃ (Figura 33) também se assemelham a pequenas esferas. E CaCO₃ (Figura 34) aparenta geometria quase quadrada. A formação de agregados é observada em todas as nanopartículas (seta vermelha na imagem B), como resultado de sua baixa carga de superfície e do processo de secagem (CRUZ et al., 2019).

Após a obtenção do gel de nanopartículas, a fim de verificar a característica deste, realizou-se análise de viscosidade. A viscosidade é a propriedade física que caracteriza a resistência de um fluido ao escoamento, onde quanto maior a viscosidade, menor será a velocidade com que o fluido se movimenta (PINI et al., 2016). Tal análise é de suma importância uma vez que a viscosidade dos géis de nanopartículas influenciará na capacidade dos mesmos adentarem nos túbulos dentinários. Verifica-se na tabela 1 os valores de viscosidade das nanopartículas, onde nota-se que CaCO₃ apresentou menor valor de viscosidade (2,16 Pa*s), seguido de SrCO₃ (2,55 Pa*s) e maior viscosidade para Sr_xCa_{1-x}CO₃ (2,88 Pa*s).

De acordo com a literatura, valores de viscosidade para dentifrícios são acima do que foi encontrado para este estudo, onde de acordo com o estudo de Sakae et al., (2018), soluções com maior viscosidade permanecem em contato prolongado com a superfície dental, dificultando o contato com o ácido durante os desafios erosivos subsequentes. Desta forma, torna-se necessário o aprimoramento de tais produtos, afim de melhorar tal propriedade.

Para verificação da composição química da dentina, realizou-se Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR). Este método permitiu observar se há alterações na composição química da dentina após cada período de escovação, por meio da identificação dos tipos de ligações químicas formadas na superfície, as quais possuem frequências de vibração específicas correspondentes aos níveis de energia das moléculas.

Assim, analisando o gráfico 11, podemos verificar espectros de FTIR de espécime escovado com Carbonato de Estrôncio (D1). O espectro da amostra obtida para dentina antes da escovação (Gráfico 10 - linha preta) apresenta bandas típicas de hidroxiapatita biológica na região de 1100-1000 cm⁻¹, atribuída ao estiramento antissimétrico dos grupos fosfato (LÓPEZ-SÁNCHEZ et al., 2008; DE SOUZA et al., 2014; CRUZ et al., 2019). Uma banda em 1250 cm⁻¹ atribuída ao grupamento amida III do colágeno também é observada e comprova a presença desta proteína estrutural na superfície natural da dentina (RUIZ et al., 2017). Bandas relacionadas a estiramentos de grupos carboxilatos e aminas de proteínas são observadas na região de 1750 cm⁻¹ a 1500 cm⁻¹. Ainda, observa-se bandas em 1480 cm⁻¹ e 850 cm⁻¹ (setas pretas), atribuídas à presença de grupos carbonato são observadas (LÓPEZ-SÁNCHEZ et al., 2008; FRANGOPOL et al., 2016; CRUZ et al., 2019). A substituição natural de grupos fosfatos por carbonatos é observada no tecido ósseo e dentina, característica da hidroxiapatita biológica (REHMAN; BONFIELD, 1997; LANDI et al., 2003; DE SOUZA et al., 2014). Esta banda tem sua intensidade visivelmente aumentada após a escovação com os géis contendo SrCO₃. Ainda, maior aumento de intensidade é observada após o maior tempo de escovação (Gráfico 10 - linha azul). Este resultado comprova a deposição do mineral sobre a superfície, além de indicar seu acúmulo em função do tempo de aplicação

Os espectros presentes no gráfico 11 é referente a espécime escovado com Carbonato de Cálcio parcialmente substituído por estrôncio (D₂), e verifica-se que a banda de maior intensidade é a de 1.480 cm⁻¹ e 850 cm⁻¹ (setas pretas), atribuída à presença de grupos carbono (LÓPEZ-SÁNCHEZ et al., 2008; FRANGOPOL et al., 2016; CRUZ et al., 2019), indicativo também de substituição natural de grupos fosfatos por carbonatos, característica da hidroxiapatita biológica (REHMAN; BONFIELD, 1997; LANDI et al., 2003; DE SOUZA et al., 2014). Verifica-se este achado em todos os espectros, e pode-se notar que com o passar do tempo, houve uma maior concentração de carbonato na amostra analisada (CRUZ et al., 2019), principalmente aos 7 (T₂) e 14 (T₃) dias, indicando que a utilização de tal produto seja mais eficaz em uso prolongado. Bandas nas regiões próximas a 1.100 cm⁻¹ (setas vermelhas) são atribuídas as vibrações das ligações de P-O, e diferente do grupo anterior, aparecem com maior intensidade, no entanto, aos 14 dias (T₃), houve decaimento da frequência vibracional, este fato pode ser explicado devido ao aumento do peso molecular caracterizado pela possível mineralização de moléculas de estrôncio junto à rede de hidroxiapatita. O fato de o raio atômico do estrôncio ser ligeiramente maior que do cálcio, leva à diminuição das vibrações na região do grupo P. Logo, com o passar do tempo, o valor vibracional correspondente diminui, caracterizando assim, incorporação de estrôncio na estrutura mineral da dentina. (LÓPEZ-SÁNCHEZ et al., 2008; FRANGOPOL et al., 2016; CRUZ et al., 2019). Esses dados comprovam a presença de carbonatos após a aplicação das partículas de *Sr_xCa_{1-x}CO₃*.

De maneira interessante, a intensidade da banda em 1480 cm⁻¹ (setas pretas), relacionada à presença de carbonato não aumenta de maneira acentuada para as amostras escovadas com carbonato de cálcio, evidenciando menor recobrimento da superfície utilizando-se essas partículas. Os dados de tamanho das partículas obtidos por MEV e DLS podem ajudar a explicar esta observação. Devido ao seu maior tamanho, as partículas de CaCO₃ penetram menos nos túbulos dentinários, quando comparadas às partículas de tamanhos nanométricos obtidas para os carbonatos contendo estrôncio (LÓPEZ-SÁNCHEZ et al., 2008; FRANGOPOL et al., 2016; CRUZ et al., 2019). Essa proposição será melhor esclarecida nas análises e MEV e EDS das amostras de dentina obtidas após escovação (gráfico 12).

Os espectros presentes no gráfico 13 são referentes a espécime escovado com Acetato de Estrôncio (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄), e neste grupo, a banda de maior intensidade é a de 1.100 cm⁻¹ (setas vermelhas) atribuída a vibrações de ligações de P-O, e nota-se que com o passar do tempo, esta se apresentou com mais vigor, no entanto, aos 14 dias (T₃), houve um grande decaimento da frequência vibracional, este fato também está de acordo com o ocorrido com D₂, indicativo de que houve incorporação de estrôncio na estrutural mineral da dentina (LÓPEZ-SÁNCHEZ et al., 2008; FRANGOPOL et al., 2016; CRUZ et al., 2019). Nota-se a

presença de pequena banda próxima a 1.480 cm⁻¹, atribuída à presença de grupos carbonato, indicando que minerais de carbonato foram formados, no entanto, aos 14 dias também houve uma diminuição desta banda (LÓPEZ-SÁNCHEZ et al., 2008; FRANGOPOL et al., 2016; CRUZ et al., 2019).

E analisando o gráfico 14, verificamos espectros referente a espécime escovado com Colgate® My First (controle) (D₅). Nota-se que a banda de maior intensidade também é a de 1.100 cm⁻¹(setas azuis), porém esta é atribuída a vibrações de sílica hidratada, comumente utilizada como abrasiva, e verifica-se que com o passar do tempo, esta se apresentou com mais vigor, indicativo de maior depósito de sílica na dentina (LÓPEZ-SÁNCHEZ et al., 2008; CRUZ et al., 2019). Pequena banda próxima a 1.480 cm⁻¹ também se pronunciou, correspondente ao CO₃ (LÓPEZ-SÁNCHEZ et al., 2008; FRANGOPOL et al., 2016; CRUZ et al., 2019).

A fim de complementar a análise de composição química da dentina, realizou-se Espectroscopia por Dispersão de Raios X (EDS) acoplada ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), permitindo analisar os elementos químicos presentes na dentina antes e após o tratamento dessensibilizante. A princípio, realizou-se análise de espécime do grupo controle (sem aplicação de produto), e examinando os elementos presentes, verifica-se através dos gráficos 14 (região superficial) e 15 (região tubular) e das tabelas 2 (região superficial) e 3 (região tubular) a presença e porcentagem atômica de Cálcio (Ca), Estrôncio (Sr) e Fósforo (P), e através da equação razão Ca+Sr/P, obtém-se a Razão de Proporcionalidade.

Sabe-se que o estrôncio pode ser encontrado em alimentos e água potável e sua ingestão diária é cerca de 2,4 mg (WANG et al., 2019), ratificando após análise de EDS, que mesmo em pequena porcentagem, o estrôncio se fez presente. A razão Ca/P da hidroxiapatita é de 1,67 (APARECIDA et al., 2007), confirmando a proximidade da razão do espécime controle, seja nos dados da região superficial ou tubular (região A e B) da amostra.

Posteriormente ao tratamento dessensibilizante, e seguido do desafio ácido, espécimes de cada grupo foram submetidos também ao EDS/MEV e analisados em ambas as regiões informadas anteriormente. Para os espécimes escovados com SrCO₃ (D₁), nota-se uma maior porcentagem do estrôncio presente na estrutura dentária, e consequentemente aumento da Razão Ca+Sr/P, tanto na região superficial (gráfico 16 e tabela 4) quanto na tubular (gráfico 18 e tabela 6). Desta

Discussão | 135

forma, pode-se inferir que houve um maior depósito de estrôncio e consequentemente um processo de remineralização da estrutura dentinária (ZHANG et al., 2011; FRANGOPOL et al., 2016).

Comparando agora os valores após o desafio ácido, verifica-se que houve uma considerável diminuição da porcentagem de Ca decorrente da desmineralização causada pelo ácido fosfórico presente no refrigerante de cola (Coca® Cola). Enquanto, nota-se um grande aumento do Sr na estrutura dentária, confirmando o que tanto diz na literatura, que devido a semelhança do estrôncio com o cálcio, o organismo assimila e incorpora o estrôncio aos tecidos ósseos e dentes, pelo fato de substituir o cálcio na rede de hidroxiapatita (SAEKI et al., 2016; DENRY et al., 2018; MOGHANIAN et al., 2018; AL-KHAFAJI et al., 2019).

Este achado pode ser observado tanto nas imagens das regiões superficial (gráfico 17 e tabela 5) quanto na tubular (gráfico 19 e tabela 7), no entanto observase que inicialmente, antes do desafio ácido, havia uma maior porcentagem de estrôncio na região superficial, e uma menor porcentagem na região tubular, mas que após o desafio ácido, esta situação foi revertida, ou seja, um decaimento de Sr superficial e aumento de Sr tubular, inferindo portanto que o ácido fosfórico teve seu maior efeito na região superficial, acarretando uma menor porcentagem de estrôncio (OLLEY et al., 2012).

Os mesmos achados podem ser observados para espécime escovado com Sr_xCa_{1-x}CO₃ (D₂). Nota-se que em comparação com o grupo controle (sem aplicação de produto), houve aumento da porcentagem de Sr e da Razão Ca+Sr/P, tanto na região superficial (gráfico 20 e tabela 8) quanto tubular (gráfico 22 e tabela 10), inferindo também um maior depósito de estrôncio e consequente processo de remineralização da estrutura dentária (ZHANG et al., 2011; FRANGOPOL et al., 2016).

Após o desafio ácido, nota-se também diminuição do cálcio, decorrente da desmineralização causada pelo ácido fosfórico, confirmando mais uma vez a substituição de Ca por Sr na rede de hidroxiapatita (SAEKI et al., 2016; DENRY et al., 2018; MOGHANIAN et al., 2018; AL-KHAFAJI et al., 2019). No entanto, a porcentagem que mais sofreu modificação foi o fósforo, pois como há cálcio na mesma formulação, este se manteve em melhores condições. Estes achados estão mais nítidos na região analisada superficialmente (gráfico 21 e tabela 9), no entanto, na região tubular (gráfico 23 e tabela 11), os resultados são os opostos, conferindo

diminuição do Sr e da Razão Ca+Sr/P, e aumento do P, deferindo a possibilidade de maior ação do ácido fosfórico nesta região (WANG et al., 2010; ARNOLD; PRANGE; NAUMOVA, 2015).

A fim de confirmação das áreas onde foram acometidas pelo Sr, mapas de distribuição dos elementos químicos indicam tal informação. Observando os mapas referente à SrCO₃ (figuras 45 e 46) e Sr_xCa_{1-x}CO₃ (figuras 49 e 50) da região superficial, verifica-se que os elementos químicos presentes (P, Ca e Sr) estão indicados por diferentes cores, e observa-se que mesmo após o desafio ácido, o Sr manteve-se presente por toda a região analisada. Ao analisar os mapas da região tubular (corte longitudinal aos túbulos), observa-se uma maior presença de Sr na região superficial da amostra, e em contra partida, uma menor concentração de P e Ca, indicativo de que o estrôncio substituiu o Ca, por isso promoveu uma diminuição deste na região superficial; e mesmo após o desafio ácido, tal condição ainda se manteve (SAEKI et al., 2016; DENRY et al., 2018; MOGHANIAN et al., 2018; AL-KHAFAJI et al., 2019). Podemos encontrar tal achado tanto para SrCO₃ (figuras 47 e 48) e Sr_xCa_{1-x}CO₃ (figuras 51 e 52).

Ao analisar dados de EDS de espécime escovado com CaCO₃ (D₃), nota-se a presença de estrôncio, tanto na região superficial (gráfico 24 e tabela 12) quanto na tubular (gráfico 26 e tabela 14), no entanto, como já sabemos, o estrôncio pode ser encontrado em pequenas porcentagens naturalmente em nosso organismo, incluindo nos elementos dentais (WANG et al., 2019). Porém, ao analisar os dados após o desafio ácido, nota-se aumento do Sr e recaída do Ca na região superficial (gráfico 25 e tabela 13), podendo indicar a troca de ambos na rede de hidroxiapatita (SAEKI et al., 2016; DENRY et al., 2018; MOGHANIAN et al., 2018; AL-KHAFAJI et al., 2019).

No que diz respeito aos dados da região tubular (gráfico 27 e tabela 15) de espécime escovado com CaCO₃, há a presença de Sr apenas antes do desafio ácido (região B), no entanto é nítido a ausência deste na amostra analisada após o desafio ácido, indicando que o ácido fosfórico removeu a única porcentagem de estrôncio presente (WANG et al., 2010; ARNOLD; PRANGE; NAUMOVA, 2015). Confirma-se tal achados através das imagens dos mapas de distribuição dos elementos químicos, onde nas figuras 53 e 54 referentes à região superficial, notase uma menor intensidade da cor azul (Sr), sugestivo de que há uma menor presença de estrôncio; e analisando os mapas referentes à região tubular (corte

longitudinal aos túbulos) (figuras 55 e 56), observa-se que após o desafio ácido não há a presença de Sr.

Espécimes escovados com Acetato de Estrôncio (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) mostraram-se satisfatórios quando analisado imagens de EDS antes do desafio ácido, indicando grande porcentagem de estrôncio em comparação aos demais produtos, tanto na região superficial (gráfico 27 e tabela 16) quanto na tubular (gráfico 29 e tabela 18). No entanto, após desafio ácido, a porcentagem de Sr caiu drasticamente, mostrando-se inclusive ausente na região superficial (região A) (gráfico 28 e quadro 17). Isto pode indicar que não há ligação guímica entre Sr e as estruturas dentais, sendo removido facilmente possivelmente devido a ação do ácido fosfórico utilizado neste estudo como desafio ácido, o que vai contra a literatura, uma vez que o Acetato de Estrôncio se apresenta como um dos melhores agentes dessensibilizantes após desafio ácido (OLLEY et al., 2012; SEONG et al., 2013; OLLEY; MOAZZEZ; BARTLETT, 2015). Ao analisar os mapas de distribuição dos elementos químicos (figuras 57 e 58 - região superficial e figuras 59 e 60 região tubular), observamos que antes do desafio ácido, Sr mostrava-se com maior intensidade sobre a superfície analisada, confirmando os achados citados anteriormente.

Sobre espécimes escovados com Colgate® My First (controle) (D₅), nota-se a presença de Sr apenas antes do desafio ácido na região tubular (gráfico 31 e tabela 20), indicativo à pequena porcentagem que pode estar presente naturalmente nos elementos dentais (WANG et al., 2019). No entanto após o desafio ácido, a pequena porcentagem de Sr foi removida, possivelmente devido ação do ácido fosfórico (WANG et al., 2010; ARNOLD; PRANGE; NAUMOVA, 2015), analisado pelo gráfico 32 e tabela 21. Nas demais análises, verifica-se a ausência de Sr, tanto antes do desafio ácido (gráfico 33 e tabela 22) quanto depois (gráfico 34 e tabela 23). Verificando os mapas dos elementos químicos, confirmamos tal achados, onde na região superficial (figura 61) encontramos a presença de sílica, utilizada em tal produto como abrasivo; e com relação aos mapas na região tubular (figuras 63 e 64 analisamos que após o desafio ácido não há presença do Sr.

A fim de verificar o percentual de túbulos dentinários obliterados, no presente estudo realizou-se uma equação definindo a quantidade de túbulos parcialmente preenchidos, obliterados e abertos, obtendo-se uma porcentagem de túbulos que foram acometidos pelo produto.

Ao analisar as imagens do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) em aumento de 3000x, nota-se que o produto que mais teve influência sobre a obliteração dentinária foi Acetato de Estrôncio (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) (figura 38), acometendo 100% dos túbulos, no entanto, nota-se que a grande maioria dos túbulos estão parcialmente obliterados, e apenas uma pequena minoria totalmente obliterado, podendo ser um empecilho na amenização e remoção da dor em casos de hipersensibilidade dentinária; e ao comparar a imagem após desafio ácido, podemos ver uma similaridade nas imagens, mostrando que tal produto mesmo após contato com ácido proveniente da dieta, apresenta-se positivamente em tais condições, corroborando com o que diz na literatura (OLLEY et al., 2012; SEONG et al., 2013).

Na sequência, manifesta-se Sr_xCa₁₋xCO₃ (D₂) (figura 36), apresentando em torno de 86,6% dos túbulos acometidos pelo produto, com vários túbulos parcialmente obliterados. Após desafio ácido, nota-se 100% dos túbulos acometidos pelo produto, basicamente totalmente obliterados, e tal achado pode ser justificado possivelmente devido fato do CaCO₃ ser mais solúvel em meio ácido, ocorrendo processo de dissolução e reprecipitação do carbonato. Quando deste processo, formam-se partículas de tamanhos menores que são capazes de penetrar nos túbulos dentinários (MOZAFARI et al., 2019).

Logo após observou-se o Colgate® My First (controle) (D₅) (figura 39), com 85,7% dos túbulos afetados, contudo pode-se inferir que tal ocorrido seja devido à sílica, que possivelmente obliterou os túbulos por sua ação abrasiva ou indiretamente pela formação de uma smear layer durante escovação (ARRAIS et al., 2003; LEE; KWON; KIM, 2008; WANG et al., 2010; GODINHO; GRIPPI; COSTA, 2011; CHEN et al., 2015; SAEKI et al., 2016; MEDVECKY et al., 2018). Confirmando tal achado após desafio ácido, verifica-se que em torno de 46% dos túbulos encontram-se abertos, e mesmo aqueles acometidos por tal produto, apresentam-se com o mínimo de depósitos.

Na sequência manifesta-se SrCO₃ (figura 35) que apresentou em torno de 72,2% de túbulos acometidos com vários túbulos obliterados, e uma pequena minoria abertos; e mesmo após desafio ácido nota-se que todos os túbulos (100%) foram acometidos pelas nanopartículas e uma pequena minoria parcialmente obliterados, indicativo possivelmente devido fato do CaCO₃ ser mais solúvel em meio ácido, ocorrendo processo de dissolução e reprecipitação do carbonato.

Quando deste processo, formam-se partículas de tamanhos menores que são capazes de penetrar nos túbulos dentinários (MOZAFARI et al., 2019).

E com menor porcentagem nota-se CaCO₃ (figura 37) com 25,9% de túbulos afetados; mesmo não contendo em sua composição o Sr, possivelmente a obliteração dos túbulos se deu devido à ação abrasiva de suas partículas, além disso observa-se que as partículas aparentam ser bem maiores que a entrada dos túbulos dentários, ficando apenas depositadas na superfície (ARRAIS et al., 2003; LEE; KWON; KIM, 2008; WANG et al., 2010; GODINHO; GRIPPI; COSTA, 2011; CHEN et al., 2015; SAEKI et al., 2016; MEDVECKY et al., 2018). Tal achado corrobora com a imagem após desafio ácido, onde observa-se que todos os túbulos estão totalmente abertos.

E como análise qualitativa complementar, realizou-se Profundidade de Obliteração dos túbulos dentinários por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Nota-se que para ambos os grupos houve mudança na estrutura dentinária em comparação ao grupo controle, no entanto, observa-se que não ocorreu muitos depósitos dos produtos no interior dos túbulos, indicativo de que a ação principal foi superficial.

Ao analisar imagens de MEV da amostra escovada com SrCO₃ (D₁) (figura 40), observa-se presença de pequenas partículas depositadas no interior dos túbulos, e mesmo após desafio ácido, pode-se notar a presença de tais partículas; o mesmo ocorre para a amostra escovada com Acetato de Sr (Sensodyne® Rápido Alívio) (D₄) (figura 43). Para a amostra escovada com Sr_xCa_{1-x}CO₃ (D₂) (figura 41), nota-se ausência de partículas no interior dos túbulos indicativo de sua ação ter sido apenas superficial; o mesmo ocorreu com CaCO₃ (D₃) (figura 42). E com relação à amostra escovada com Colgate® My First (controle) (D₅) (figura 44), nota-se que antes do desafio ácido havia presença de pequenas partículas, no entanto, após a amostra ser condicionada ao ácido fosfórico, houve uma grande remoção dessas partículas pelo fato de tal produto ter em sua composição o abrasivo sílica, corroborando com os resultados de EDS (ARRAIS et al., 2003; LEE; KWON; KIM, 2008; WANG et al., 2010; GODINHO; GRIPPI; COSTA, 2011; CHEN et al., 2015; SAEKI et al., 2016; MEDVECKY et al., 2018).

Diante das limitações de tal estudo, espera-se o aprimoramento de tais nanopartículas, a fim de melhorar sua eficácia e seu efeito remineralizador sobre a dentina. Desta forma, novos estudos são necessários a fim de aperfeiçoar tais composições buscando a atenuação da ocorrência da hipersensibilidade dentinária.



Conclusão

6. CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia utilizada, pode-se concluir que:

- A obtenção e caracterização das nanopartículas, bem como os géis de SrCO₃, Sr_xCa_{1-x}CO₃ e CaCO₃ foram possíveis por meio de métodos laboratoriais pelo processo de síntese;
- Os agentes dessensibilizantes de SrCO₃ e Sr_xCa_{1-x}CO₃ determinaram o aumento da quantidade de grupos carbonatos na superfície da dentina tratada, no transcorrer dos tempos (Inicial, 1, 7 e 14 dias) (FTIR) e a presença de estrôncio aos 14 dias (EDS), tanto para ambos os grupos: sem e com desafio ácido;
- As nanopartículas de SrCO₃ e Sr_xCa_{1-x}CO₃ foram mais eficazes e satisfatórias na obliteração e remineralização tubular da dentina em comparação à nanopartícula de CaCO₃ (D₃) e demais grupos;
- Independente do desafio ácido, as nanopartículas de SrCO₃ e Sr_xCa_{1-x}CO₃ mantiveram o recobrimento tubular mais estável em comparação aos demais grupos;
- 5. Em termos comerciais, Sr_xCa_{1-x}CO₃ se mostra mais vantajoso, uma vez que as nanopartículas de Cálcio são mais econômicas financeiramente em comparação à Estrôncio e Acetato de Estrôncio, desta forma, sintetizar Estrôncio e Cálcio em uma mesma formulação se torna mais favorável.


Referências

7. Referências

AL-KHAFAJI, T. J. et al. Novel fluoride and strontium-containing bioactive glasses for dental varnishes-design and bioactivity in Tris buffer solution. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 503–504, p. 120–130, 2019.

ALENCAR, C. DE M. et al. Clinical efficacy of nano-hydroxyapatite in dentin hypersensitivity: A systematic review and meta-analysis. **Journal of Dentistry**, v. 82, n. 1, p. 11–21, 2019.

AMAECHI, B. T.; HIGHAM, S. M.; EDGAR, W. M. Factors influencing the development of dental erosion in vitro: enamel type, temperature and exposure time. **J.Oral Rehabil.**, v. 26, p. 624–630, 1999.

AMARASENA, N. et al. Dentine hypersensitivity - Australian dentists' perspective. **Australian Dental Journal**, v. 55, n. 2, p. 181–187, 2010.

APARECIDA, A. H. et al. Estudo da influência dos íons K+, Mg2+, SO32- na cristalização biomimética de fosfato de cálcio amorfo (ACP) e conversão a fosfato octacálcico (OCP). **Quim Nova**, v. 30, n. 4, p. 892–896, 2007.

ARNOLD, W. H.; PRANGE, M.; NAUMOVA, E. A. Effectiveness of various toothpastes on dentine tubule occlusion. **Journal of Dentistry**, v. 43, n. 4, p. 440–449, 2015.

ARRAIS, C. A. G. et al. Occluding effect of dentifrices on dentinal tubules. **Journal of Dentistry**, v. 31, n. 8, p. 577–584, 2003.

BARTOLD, P. M. Dentinal hypersensitivity: a review. **Australian Dental Journal**, v. 51, n. 3, p. 212–218, 2006.

BEKES, K. et al. Oral health-related quality of life in patients seeking care for dentin hypersensitivity. **Journal of oral rehabilitation**, v. 36, n. 4, p. 45–51, 2009.

BOSSÙ, M. et al. Enamel remineralization and repair results of Biomimetic Hydroxyapatite toothpaste on deciduous teeth: an effective option to fluoride toothpaste. **Journal of Nanobiotechnology**, v. 17, n. 17, p. 1–13, 2019.

CAMARGO, W. A. **Hipersensibilidade Dentinária : Diagnóstico e Tratamento**. [s.l.] Faculdade de medicina dentária - Universidade do Porto, 2011.

CHABANSKI, M. B.; GILLAM, D. G. Aetiology, prevalence and clinical features of cervical dentine sensitivity. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 24, n. 1, p. 15–19, 1997.

CHEN, C. L. et al. Comparative evaluation of the effectiveness of desensitizing agents in dentine tubule occlusion using scanning electron microscopy. **Australian Dental Journal**, v. 60, n. 1, p. 65–72, 2015.

COHEN, A. Preliminary study of the effects of a strontium chloride dentifrice for the control of hypersensitive teeth. **Oral Medicine**, v. 14, n. 9, p. 1046–1052, 1961.

CORBETT, J. C. W. et al. Measuring surface zeta potential using phase analysis light scattering in a simple dip cell arrangement. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 396, p. 169–176, 2012.

COSTA, L. M. DA et al. A Utilização da Laserterapia para o Tratamento da Hipersensibilidade Dentinária: Revisão da Literatura. **Journal of Health Science**, v. 18, n. 3, p. 210–216, 2016.

CRUZ, M. A. E. et al. Lipid-mediated growth of SrCO 3 / CaCO 3 hybrid films as bioactive coatings for Ti surfaces. **Materials Science & Engineering C**, v. 99, p. 762–769, 2019.

CUMMINS, D. Recent advances in dentin hypersensitivity: clinically proven treatments for instant and lasting sensitivity relief. **Am J Dent**, v. 23, p. 3–13, 2010.

DAVARI, A.; ATAEI, E.; ASSARZADEH, H. Dentin Hypersensitivity: Etiology, Diagnosis and Treatment; A Literature Review. **J Dent Shiraz Univ Med Sci**, v. 14, n. 3, p. 136–145, 2013.

DAVIES, M. et al. Efficacy of desensitizing dentifrices to occlude dentinal tubules. **European Journal of Oral Sciences**, v. 119, n. 6, p. 497–503, 2011.

DE SOUZA, I. D. et al. Formation of carbonated hydroxyapatite films on metallic surfaces using dihexadecyl phosphate-LB film as template. **Colloids and surfaces. B**, Biointerfaces, v. 118, p. 31–40, 2014.

DENRY, I. et al. Strontium-releasing fluorapatite glass-ceramic scaffolds: Structural characterization and in vivo performance. **Acta Biomaterialia**, v. 75, p. 463–471, 2018.

EARL, J. S.; WARD, M.; LANGFORD, R. Investigation of dentinal tubule occlusion using FIB-SEM milling and EDX. **J Clin Dent**, v. 21, n. 2, p. 37–41, 2010.

ESPINOZA, J.; GONZÁLEZ, L.; RUIZ, P. Tratamiento de la hipersensibilidad dentinaria post terapia periodontal , mediante el uso de dos dentífricos desensibilizantes. **Revista Clínica de Periodoncia, Implantología y Rehabilitación Oral**, v. 6, n. 2, p. 78–82, 2013.

FRANGOPOL, P. T. et al. Synthesis and structural characterization of strontium substituted hydrozyapatites. **Rev Roum Chim**, v. 61, n. 4–5, p. 337–344, 2016.

FREITAS, S. DA S. et al. Dentin hypersensitivity treatment of non-carious cervical lesions – a single-blind, split-mouth study. **Braz Oral Res**, v. 29, n. 1, p. 1–6, 2015.

GANDOLGI, M. G. et al. Calcium silicate coating derived from Portland cement as treatment for hypersensitive dentine. **Journal of Dentistry**, v. 36, p. 565–578, 2008.

GILES, A. et al. Clinical in situ study investigating abrasive effects of two commercially available toothpastes. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 36, n. 7, p. 498–507, 2009.

GILLAM, D. G. et al. Clinical efficacy of a low abrasive dentifrice for the relief of cervical dentinal hypersensitivity. **Journal of Clinical Periodontology**, v. 19, n. 3, p. 197–201, 1992.

GILLAM, D. G. et al. Comparison of 2 Desensitizing Dentifrices With a Commercially Available Fluoride Dentifrice in Alleviating Cervical Dentine Sensitivity. **Journal of Periodontology**, v. 67, n. 8, p. 737–742, 1996.

GILLAM, D. G. et al. The effects of a novel Bioglass® dentifrice on dentine sensitivity: A scanning electron microscopy investigation. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 29, n. 4, p. 305–313, 2002.

GJORGIEVSKA, E. S. et al. Remineralization of demineralized enamel by toothpastes: a scanning electron microscopy, energy dispersive X-ray analysis, and three-dimensional stero-micrographic study. **Microsc. Microanal.**, v. 19, n. 3, p. 587–595, 2013.

GODINHO, C. J.; GRIPPI, M. F.; COSTA, L. C. Avaliação clínica do uso de dois novos cremes dentais no tratamento da hipersensibilidade dentinária. **RPG Rev Pós Grad**, v. 18, n. 2, p. 72–78, 2011.

GONÇALVES, F. C. Influência do estrôncio não radioativo na prevenção do processo de osteonecrose induzida por bisfosfonato. Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara para obtenção do título de Mestre em nome do programa Odontologia na Área de Periodontia, p. 1–56, 2018.

GROSSMAN, L. E. The treatment of hypersensitive dentine. **J Am Dent Assoc**, v. 22, n. 4, p. 592–602, 1935.

HALL, C.; MASON, S.; COOKE, J. Exploratory randomised controlled clinical study to evaluate the comparative efficacy of two occluding toothpastes – a 5% calcium sodium phosphosilicate toothpaste and an 8% arginine/calcium carbonate toothpaste – for the longer-term relief of dentine hyp. **Journal of Dentistry**, v. 60, p. 36–43, 2017.

HANNAS, A. et al. Preventive effect of toothpastes with MMP inhibitors on human dentine erosion and abrasion in vitro. **J Appl Oral Sci**, v. 24, n. 1, p. 61–66, 2016.

HOOPER, S. M. et al. The protective effects of toothpaste against erosion by orange juice : Studies in situ and in vitro. **Journal of Dentistry**, v. 35, p. 476–481, 2007.

HU, M. L. et al. Effect of desensitizing toothpastes on dentine hypersensitivity: A systematic review and meta-analysis. **Journal of Dentistry**, v. 75, p. 12–21, 2018.

HUGHES, N. et al. A comparative clinical study investigating the efficacy of a test dentifrice containing 8% strontium acetate and 1040 ppm sodium fluoride versus a marketed control dentifrice containing 8% arginine, calcium carbonate, and 1450 ppm sodium monofluorophospha. **J Clin Dent**, v. 21, p. 49–55, 2010.

JOÃO-SOUZA, S. H. et al. Influence of desensitizing and anti-erosive toothpastes on dentine permeability : An in vitro study. **Journal of Dentistry**, p. 1–7, 2019.

KOBAYASHI, M. F. et al. Fabrication and evaluation of carbonate apatite - coated calcium carbonate bone substitutes for bone tissue engineering. **J Tissue Eng Regen Med**, v. 12, p. 2077–2087, 2018.

KRISHNAN, V.; BHATIA, A.; VARMA, H. Development, characterization and comparison of two strontium doped nano hydroxyapatite molecules for enamel repair/regeneration. **Dental Materials**, v. 32, n. 5, p. 646–659, 2016.

LANDI, E. et al. Carbonated hydroxyapatite as bone substitute. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 23, n. 15, p. 2931–2937, 2003.

LAVET, C. et al. Strontium ranelate stimulates trabecular bone formation in a rat tibial bone defect healing process. **Osteoporosis International**, v. 28, n. 12, p. 3475–3487, 2017.

LEE, S. Y.; KWON, H. K.; KIM, B. I. Effect of dentinal tubule occlusion by dentifrice containing nano-carbonate apatite. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 35, n. 11, p. 847–853, 2008.

LIPPERT, F.; BDS, K. K. G. Carious lesion remineralizing potential of fluoride- and calcium-containing toothpastes. **The Journal of the American Dental Association**, v. 150, n. 5, p. 345–351, 2019.

LIU, M. et al. Preparation and characterization of silk fibroin/strontium carbonate film through rapid formation. **Materials Letters**, v. 189, p. 46–49, 2017a.

LIU, Y. et al. Evaluation of the osseointegration of dental implants coated with calcium carbonate : an animal study. **International Journal of Oral Science**, v. 9, n. 3, p. 133–138, 2017b.

LÓPEZ-SÁNCHEZ, M. et al. Assessment of dentifrice adulteration with diethylene glycol by means of ATR-FTIR spectroscopy and chemometrics. **Analytica Chimica Acta**, v. 620, p. 113–119, 2008.

MA, K. et al. Surface functionalization with strontium-containing nanocomposite coatings via EPD. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 146, p. 97–106, 2016.

MANTZOURANI, M.; SHARMA, D. Dentine sensitivity: Past , present and future. **Journal of Dentistry**, v. 41, p. 3–17, 2013a.

MANTZOURANI, M.; SHARMA, D. Dentine sensitivity: Past, present and future. **Journal of Dentistry**, v. 41, n. 4, p. S3–S17, 2013b.

MARKOWITZ, K. The original desensitizers: Strontium and potassium salts, 2009.

MARKOWITZ, K.; PASHLEY, D. H. Personal Reflections on a Sensitive Subject. J **Dent Res**, v. 86, n. 4, p. 292–295, 2007.

MATIAS, M. N. A. et al. Hipersensibildiade dentinária: uma revisão de literatura. **Odontol Clin-Client**, v. 9, n. 3, p. 205–208, 2010.

MEDVECKY, L. et al. Effect of tetracalcium phosphate/monetite toothpaste on dentin remineralization and tubule occlusion in vitro. **Dental Materials**, v. 34, n. 3, p. 442–451, 2018.

MEFFERT, R. M.; HOSKINS, S. W. Effect of a Strontium Chloride Dentifrice in Relieving Dental Hypersensitivity. p. 232–235, 1964.

MESQUITA, C. R. et al. Hiperestesia dentinária: opções de tratamento. **Revista Dentistica online**, v. 8, n. 18, p. 29–34, 2009.

METAB, J. B. M. et al. Effects of strontium ranelate on bone mass and bone turnover in women with thalassemia major - related osteoporosis. **Journal of Bone and Mineral Metabolism**, v. 34, n. 5, p. 540–546, 2015.

MINKOFFF, S.; AXELRODF, S. Efficacy of Strontium Chloride in Dental Hypersensitivity. **J Periodontol**, v. 58, n. 7, p. 470–474, 1987.

MOCKDECI, H. et al. Evaluation of ex vivo effectiveness of commercial desensitizing dentifrices. **Journal of Clinical and Experimental Dentistry**, v. 9, n. 4, p. 503–510, 2017.

MOGHANIAN, A. et al. Materials Science & Engineering C A comparative study on the in vitro formation of hydroxyapatite, cytotoxicity and antibacterial activity of 58S bioactive glass substituted by Li and Sr. **Materials Science & Engineering C**, v. 91, p. 349–360, 2018.

MOZAFARI, M. et al. Calcium carbonate: Adored and ignored in bioactivity assessment. **Acta Biomaterialia**, v. 91, p. 35–47, 2019.

NAGAVI-ALHOSEINY, A. A. et al. Effect of sodium chloride on gene expression of Streptococcus mutans and zeta potential of demineralized dentin. **Journal of Oral Biology and Craniofacial Research**, v. 9, n. 1, p. 1–4, 2019.

NASCIMENTO, M. A. Avaliação dos níveis plasmáticos de estrôncio e de cálcio na regeneração de defeito crítico em calvária de rato. Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Processos Interativos dos Órgãos e Sistemas, Instituto de Ciências da Saúde, Universidade Federal da Bahia, como requisito para obtenção do grau de Mestre em Processos Interativos dos Órgãos e Sistem, p. 1–81, 2010.

OLLEY, R. C. et al. An in situ study investigating dentine tubule occlusion of dentifrices following acid challenge. **Journal of Dentistry**, v. 40, n. 7, p. 585–593, 2012.

OLLEY, R. C.; MOAZZEZ, R.; BARTLETT, D. Effects of dentifrices on subsurface dentin tubule occlusion: an in situ study. **Int J Prosthodont**, v. 28, n. 2, p. 181–187, 2015.

ORSINI, G. et al. A 3-Day Randomized Clinical Trial to Investigate the Desensitizing Properties of Three Dentifrices. **Journal of Periodontology**, n. November, p. 1–12, 2013.

PALAZON, M. T. et al. Immediate and Short-Term Effects of In-Office Desensitizing Treatments for Dentinal Tubule Occlusion. **Photomedicine and Laser Surgery**, v. 31, n. 6, p. 274–282, 2013.

PARKINSON, C.; WILLSON, R. A comparative in vitro study investigating the occlusion and mineralization properties of commercial dentifrices in a four-day dentin model. **J Clin Dent**, v. 22, p. 68–73, 2011.

PEARCE, N. X.; ADDY, M.; NEWCOMBE, R. G. Dentine Hypersensitivity: A Clinical Trial to Compare 2 Strontium Densensitizing Toothpastes With a Conventional Fluoride Toothpaste. **Journal of Periodontology**, v. 65, n. 2, p. 113–119, 1994.

PEMMER, B. et al. Increased strontium uptake in trabecular bone of ovariectomized calcium-deficient rats treated with strontium ranelate or strontium chloride. **Journal of Synchrotron Radioation**, v. 18, p. 835–841, 2011.

PINI, N. I. P. et al. In vitro Efficacy of Experimental Chitosan-Containing Solutions as Anti-Erosive Agents in Enamel. **Caries Research**, v. 50, p. 337–345, 2016.

PINTO, S. C. S. et al. In vitro and in vivo analyses of the effects of desensitizing agents on dentin permeability and dentinal tubule occlusion. **Journal of Oral Science**, v. 52, n. 1, p. 23–32, 2010a.

PINTO, S. C. S. et al. Effect of an Acid Diet Allied to Sonic Toothbrushing on Root Dentin Permeability : An In Vitro Study. **Braz Dent J**, v. 21, n. 5, p. 390–395, 2010b.

PINTO, S. C. S. et al. Effect of desensitizing toothpastes on dentin. **Brazilian Oral Research**, v. 26, n. 5, p. 410–417, 2012.

PLANCHON, M. et al. Interaction between Escherichia coli and TiO 2 nanoparticles in natural and artificial waters. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 102, p. 158–164, 2013.

RAJGURU, S.; PADHYE, A.; GUPTA, H. Effects of two desensitizing dentifrices on dentinal tubule occlusion with citric acid challenge: Confocal laser scanning microscopy study. **Indian Journal of Dental Research**, v. 28, n. 4, p. 450, 2017.

REHMAN, I.; BONFIELD, W. Characterization of hydroxyapatite and carbonated apatite by photo acoustic FTIR spectroscopy. **Journal of materials science. Materials in medicine**, v. 8, n. 1, p. 1–4, jan. 1997.

ROSS, M. R. Hypersensitive Teeth Effect of Strontium Chloride in a Compatible Dentifrice. **Journal of Periodontology**, v. 32, n. 1, p. 49–53, 1961.

RUIZ, G. C. M. et al. Biomimetic collagen/phospholipid coatings improve formation of hydroxyapatite nanoparticles on titanium. **Materials Science and Engineering C**, v. 77, p. 102–110, 2017.

RUSHDI, M. A. H.; ABDEL-FATTAH, A. A.; SOLIMAN, Y. S. Radiation-induced defects in strontium carbonate rod for EPR dosimetry applications. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 131, p. 1–6, 2017.

SAEKI, K. et al. Strontium effects on root dentin tubule occlusion and nanomechanical properties. **Dental Materials**, v. 32, n. 2, p. 240–251, 2016.

SAKAE, L. O. et al. An in vitro study on the in fl uence of viscosity and frequency of application of fl uoride / tin solutions on the progression of erosion of bovine enamel. **Archives of Oral Biology**, v. 89, p. 26–30, 2018.

SAURO, S. et al. Deproteinization Effects of NaOCI on Acid-etched Dentin in Clinically-relevant vs Prolonged Periods of Application . A Confocal and Environmental Scanning Electron Microscopy Study. **Operative Dentistry**, v. 34, n. 2, p. 166–173, 2009.

SCARDUELI, C. R. Utilização sistêmica de estrôncio não radioativo como potencializador da osseointegração de implantes. Avaliação biomecânica, microtomográfica e histomorfométrica em ratos. Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Periodontia, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista para o título de Mestre em Odontologia, p. 1–75, 2014.

SCHOFIELD, E. J. et al. Strontium carbonate nanoparticles for the surface treatment of problematic sulfur and iron in waterlogged archaeological wood. **Journal of Cultural Heritage**, v. 18, p. 306–312, 2016.

SEONG, J. et al. In situ randomised trial to investigate the occluding properties of two desensitising toothpastes on dentine after subsequent acid challenge. **Clinical Oral Investigations**, v. 17, n. 1, p. 195–203, 2013.

SHAPIRO, W. B. et al. Controlled Clinical Comparison Between a Strontium Chloride and a Sodium Monofluorophosphate Toothpaste in Diminishing Root Hypersensitivity. **Journal of Periodontology**, v. 41, n. 9, p. 523–525, 1970.

STERNITZKE, V. et al. Strontium hydroxyapatite and strontium carbonate as templates for the precipitation of calcium-phosphates in the absence and presence of fl uoride. **Journal of Crystal Growth**, v. 396, p. 71–78, 2014.

SYAZWAN, M. N. M.; MARLIANA, B. I. Y. ScienceDirect Physico-chemical properties of Co-Sr doped carbonated hydroxyapatite powders. **Materials Today: Proceedings**, v. 17, p. 959–965, 2019.

TIRAPELLI, C. et al. A novel bioactive glass-ceramic for treating dentin hypersensitivity. **Brazilian oral research**, v. 24, n. 4, p. 381–387, 2010.

TOLEDANO-OSORIO, M. et al. Improved reactive nanoparticles to treat dentin hypersensitivity. **Acta Biomaterialia**, v. 72, p. 371–380, 2018.

TUCKER, I. M. et al. Laser Doppler Electrophoresis applied to colloids and surfaces. **Current Opinion in Colloid & Interface Science**, v. 20, n. 4, p. 215–226, 2015.

UCHIDA, A. et al. Controlled Clinical Evaluation of a 10% Strontium Chloride Dentifrice in Treatment of Dentin Hypersensitivity Following Periodontal Surgery. **Journal of Periodontology**, v. 51, n. 10, p. 578–581, 1980.

VIEIRA JUNIOR, W. et al. Dentifrícios para o tratamento da hipersensibilidade dentinária. **Rev Dental Press Estét.**, v. 11, n. 4, p. 112–117, 2014.

WANG, Y. et al. Strontium ion can significantly decrease enamel demineralization and prevent the enamel surface hardness loss in acidic environment. **Journal of the Formosan Medical Association**, v. 118, n. 1, p. 39–49, 2019.

WANG, Z. et al. Effect of desensitising toothpastes on dentinal tubule occlusion: A dentine permeability measurement and SEM in vitro study. **Journal of Dentistry**, v. 38, n. 5, p. 400–410, 2010.

WEST, N. et al. Dentine hypersensitivity and the placebo response. Journal of clinical periodontology, v. 24, p. 209–215, 1997.

WEST, N. et al. A 3-day randomised clinical study investigating the efficacy of two toothpastes , designed to occlude dentine tubules , for the treatment of dentine hypersensitivity. **Journal of Dentistry**, v. 41, n. 2, p. 187–194, 2012.

WEST, N. et al. A 3-day randomised clinical study investigating the efficacy of two toothpastes, designed to occlude dentine tubules, for the treatment of dentine hypersensitivity. **Journal of Dentistry**, v. 41, n. 2, p. 187–194, 2013.

ZADO, L. N.; PILATTI, G. L. Hipersensibilidade dentinária: recentes avanços e tratamentos - revisão de literatura. **Braz J Periodontol**, v. 26, n. 02, p. 28–33, 2016.

ZEOLA, L. F.; SOARES, P. V.; CUNHA-CRUZ, J. Prevalence of dentin hypersensitivity: Systematic review and meta-analysis. **Journal of Dentistry**, v. 81, p. 1–6, 2019.

ZHANG, W. et al. Effects of strontium in modified biomaterials. Acta Biomaterialia, v. 7, n. 2, p. 800–808, 2011.