



UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO
Departamento de Materiais Dentários e Prótese
Programa de Pós-graduação em Odontologia (Reabilitação Oral)



RAÍSA CASTELO BESSA NOGUEIRA

Explorando o efeito da escovação com dentifrícios dessensibilizantes e anti-erosivos na composição química e morfologia da dentina

Ribeirão Preto

2021

RAÍSA CASTELO BESSA NOGUEIRA

Explorando o efeito da escovação com dentifrícios dessensibilizantes e anti-erosivos na composição química e morfologia da dentina

Tese apresentada ao Departamento de Materiais Dentários e Prótese da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, nível Doutorado.

Área de concentração: Reabilitação Oral.

Orientadora: Prof^{fa}. Dr^a. Alma Blásida Concepcion Elizaur Benitez Catirse

Co-orientadora: Prof^{ta}. Dr^a. Ana Paula Ramos

VERSÃO ORIGINAL

Ribeirão Preto

2021

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

FICHA CATALOGRÁFICA

Nogueira, Raísa Castelo Bessa

Explorando o efeito da escovação com dentifrícios dessensibilizantes e anti-erosivos na composição química e morfologia da dentina. Ribeirão Preto, 2021. Versão Original.

127p. : il. ; 30 cm

Tese de Doutorado, apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto/USP. Área de concentração: Reabilitação Oral.

Orientadora: Catirse, Alma Blásida Concepcion Elizaur Benitez.

Co-orientadora: Ramos, Ana Paula.

1. Dentifrícios. 2. Dentina. 3. Hipersensibilidade da Dentina. 4. Análise Físico-Química.

Nome: NOGUEIRA, Raísa Castelo Bessa

Título: Explorando o efeito da escovação com dentifrícios dessensibilizantes e anti-erosivos na composição química e morfologia da dentina.

Tese apresentada ao Departamento de Materiais Dentários e Prótese da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Aprovado em: ____/____/____

PRESIDENTE DA BANCA

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Dedicatória

*A **Deus**, que sempre esteve comigo em todos os momentos com Seu amor incondicional, bênçãos e provisão.*

*A minha mãe **Jailene Castelo Bessa** que, mesmo com todas as dificuldades, jamais desistiu de mim e é meu alicerce em todos os momentos, sempre sonhando junto comigo.*

*Ao meu amor **Tiago Drumond Valadares Freitas** pela compreensão e suporte nos momentos difíceis e longe, por me apoiar, sonhar junto comigo, acreditar em mim e dividir a vida comigo de uma forma tão leve.*

*A minha família, em especial ao meu irmão **Rafael Castelo Bessa Carapeba**, meu avô **Jaime Câmpelo Bessa** e minha tia **Jeanne Helena Castelo Bessa** pelo suporte, orações e carinho.*

Agradecimentos Especiais

*A minha orientadora **Prof. Dra. Alma Blásida C. E. B. Catir**se por ter me acolhido como orientada, me oferecido seu conhecimento e disponibilidade e ter acreditado em mim para a execução deste trabalho. Obrigada por ser essa mulher doce e forte, uma incrível fonte de inspiração. Se um dia eu puder ser metade da Professora que és, estarei realizada.*

*A minha co-orientadora, **Prof. Dra. Ana Paula Ramos**, por me tirar da zona de conforto, do lugar comum. Obrigada por contribuir com todo seu conhecimento, disponibilidade e por acreditar no nosso projeto.*

*A **Prof. Dra. Camila Tirapelli**, que desde o início se disponibilizou e acreditou, me fez crescer e ver que o foco e a dedicação podem nos levar a lugares incríveis. Obrigada por me inspirar a ser melhor sempre.*

Agradecimientos

*A Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (FORP-USP), representada pela Senhora Diretora, **Profa. Dra. Léa Assed Bezerra da Silva**, por ter me recebido como aluna de Doutorado.*

*A Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, representada pela coordenadora **Professora Dra. Andréa Candido dos Reis**, pelo comprometimento em aprimorar o aprendizado e nossa formação na Pós-Graduação.*

A CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), pela bolsa concedida.

*Aos **Professores do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da FORP/USP** por compartilharem todo seu conhecimento em prol da nossa formação profissional.*

Ao Departamento de Química da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, em especial ao Laboratório de Físico-Química de Superfícies e Coloides por me acolherem e ajudarem sempre que preciso.

*A **Faculté d'Odontologie de la Université Claude Bernard Lyon I** pour l'accueil et les enseignements et au programme de mobilité Internationale **IDEX-Lyon** pour le financement. A **Prof. Brigitte Grosgeat, Pr. Pierre Coulon et Nina Attik** pour m'avoir beaucoup appris et m'avoir fait grandir en tant que professionnel et personne, pour l'excellent accueil et pour avoir rendu l'expérience internationale inoubliable. Egalement à **Hazem Abouelleil et Marie-Agnès Gasqui** pour leur accueil et leur aide. Obrigada **Cecília Banho** por ser um pedacinho do Brasil e dividir momentos incríveis nessa viagem.*

*A minha dupla de mestrado e doutorado **Mayara Manfrin Arnez**, por dividir comigo todos os momentos dessa jornada. Sempre companheira e dedicada, parceira nos momentos de alegrias, preocupações, tristezas e comemorações. Obrigada por tudo!*

*A **Tatiane Cristina Dotta e Leonardo de Pádua Almeida** por darem prosseguimento ao projeto e por todos os momentos de trabalho e alegrias. A parceria de vocês foi essencial.*

A **Nicole Gonçalves Lima** pela amizade sincera, pelos momentos de alegria, tristeza, saudades de casa, conselhos e parceria. A sua amizade foi um dos melhores presentes que a FAO-Ufam e a FORP-USP me deram.

A **Bruna Santos Honório Tonin, Breno Honório Tonin e seus pais**, por me acolherem e me ajudarem sempre que necessário, pela confiança de dividir a casa com vocês durante quase 4 anos. Muito obrigada!

Aos **amigos** que fiz durante este tempo, em especial à **Caroline Borges**, por todos os momentos especiais que vivemos juntas. Obrigada por sua amizade, confiança e confidências, por estar sempre presente nos momentos bons e ruins, por me ceder seu colo e sua casa.

Aos **amigos e colegas de Pós-Graduação** pela convivência e por estarem sempre presentes nos momentos felizes e difíceis dessa etapa.

Aos meus **alunos de graduação e pós-graduação** que me ensinam todos os dias a ser uma pessoa e uma professora melhor.

Aos **amigos e parceiros de docência** por dividir o trabalho, tornar os dias mais produtivos e me mostrarem que a docência é feita não só de competência, mas também de muito amor e parceria.

As Instituições de Ensino Superior **Ceproeducar-FaSerra e Uninorte** pela confiança no meu trabalho e compreensão nos momentos de ausência para elaborar este projeto.

A **Vinicius dos Santos Rodrigues Martins** que foi minha primeira inspiração como docente, acreditando que a educação básica é o alicerce do mundo, que docência é feita de amor e por amor. Sem todo o seu suporte eu não estaria aqui hoje.

A todos que participaram de todas as formas possíveis para que este sonho fosse possível.

Muito obrigada!

" Porque dele e por ele, e para ele, são todas
as coisas; glória, pois, a ele eternamente.
Amém. "

Romanos 11:36

Resumo

RESUMO

NOGUEIRA, RCB. **Explorando o efeito da escovação com dentifrícios dessensibilizantes e anti-erosivos na composição química e morfologia da dentina.** [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, 2021.

O objetivo deste estudo foi explorar as propriedades físico-químicas de dentifrícios a base de Arginina 8% e Carbonato de cálcio (ARG-CaCO₃ - Colgate Sensitive Pró-Alívio), Fosfosilicato de cálcio e sódio 5% (FSCS - Sensodyne Repair & Protect), Silicato de cálcio e Fosfato de sódio (REG - Regenerate Enamel Science), comparados a um dentifrício a base de Fluoreto de sódio 0,32% como controle (C - Colgate Total 12), e seus efeitos na dentina erodida, após ciclos de escovação, associados ou não a desafio ácido, por 1, 7 e 21 dias. Os dentifrícios foram caracterizados quanto ao tamanho hidrodinâmico das partículas e carga (potencial ζ), por espalhamento de luz dinâmico (ELD). A fim de avaliar seus efeitos na dentina, espécimes de dentina foram submetidos a escovação mecânica, com cada dentifrício, duas vezes ao dia por 10 s, sob carga de 200 g. Metade dos espécimes de cada grupo foi submetida ao desafio ácido (DA) em refrigerante de cola, 1 hora após cada ciclo de escovação, por 2 minutos. A carga superficial da dentina foi analisada por meio da medida de potencial ζ de superfície (n = 3). A identificação dos grupos químicos foi investigada antes e após a escovação (n = 4) por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier com acessório de refletância atenuada (FTIR-ATR). Após 21 dias de escovação, os elementos químicos presentes na superfície da dentina foram investigados por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS). Esses mesmos espécimes foram analisados por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para análise morfológica, medidas do diâmetro médio visível dos túbulos e profundidade de penetração de depósitos no túbulo dentinário. Todos os dentifrícios apresentaram partículas de tamanho nanométrico, negativamente carregadas. Potencial ζ negativo também foi observado para a superfície da dentina antes e após a escovação, associada ou não ao DA. A dentina erodida apresentou razão Ca/P maior do que a hidroxiapatita, evidenciando deficiência de Ca²⁺, sendo reestabelecida para 1,67 após os ciclos de escovação. A composição química da dentina foi preservada após a escovação, de acordo com a presença de bandas relacionadas aos espectros de fosfato, carbonato e matriz colágena orgânica. Porém, os dentifrícios foram capazes de alterar a morfologia da dentina, promovendo cobertura e redução do diâmetro da luz dos túbulos dentinários quando comparados a dentina controle (não escovada). Apenas a camada depositada pelo FSCS manteve os túbulos parcialmente obliterados após DA. Podemos concluir que as partículas de tamanho nanométrico e carga levemente negativa são importantes para promover a deposição de partículas dos dentifrícios e sua penetração no interior dos túbulos. As camadas depositadas não alteraram a composição química da dentina e podem atuar como uma camada protetora contra meios ácidos.

Palavras-chave: Dentifrícios. Dentina. Hipersensibilidade da Dentina. Análise Físico-Química.

Abstract

ABSTRACT

NOGUEIRA, RCB. **Exploiting the effect of brushing with desensitizing and antierosive toothpastes on dentin chemical composition and morphology.** [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, 2021.

The aim of this study was to explore the physicochemical properties of dentifrices based on 8% Arginine and Calcium Carbonate (ARG-CaCO₃ - Colgate Sensitive Pro-Relief), 5% Calcium and Sodium Phosphosilicate (FSCS - Sensodyne Repair & Protect), calcium silicate and sodium phosphate (REG - Regenerate Enamel Science), compared to a 0,32% sodium fluoride dentifrice as a control (C - Colgate Total 12), and their effects on eroded dentin, after brushing cycles, associated or not with acid challenge, for 1, 7 and 21 days. The dentifrices were characterized for hydrodynamic particle size and charge (ζ potential), by dynamic light scattering (ELD). In order to assess their effects on dentin, dentin specimens were subjected to mechanical brushing, with each dentifrice, twice a day for 10 s, under 200 g load. Half of the specimens of each group were subjected to acid challenge (DA) in cola soda, 1 hour after each brushing cycle, for 2 minutes. The dentin surface charge was analyzed by mean values of surface ζ potential (n = 3). Identification of chemical groups was investigated before and after brushing (n = 4) by Fourier transform infrared spectroscopy with attenuated reflectance accessory (FTIR-ATR). After 21 days of brushing, chemical elements present on the dentin surface were investigated by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS). Scanning electron microscopy (SEM) was performed for morphological analysis, measurements of the mean diameter of visible tubules and depth of penetration of deposits in the dentinal tubule. All the toothpastes contained nanosized, negatively charged nanoparticles. Negative ζ were also found for the dentin surface before and after brushing. Eroded dentin presented higher Ca/P molar ratio than hydroxyapatite, which evidenced Ca²⁺ deficiency. This value was re-established to values close to 1.67 after brushing. The dentin chemical composition was preserved after brushing as evidenced by the presence of bands related to phosphate, carbonate, and the collagenous organic matrix in the infrared spectra, but the toothpastes changed the dentin surface morphology differently. Although all the toothpastes promoted coating deposition and reduced tubule diameter as compared to the non-brushed surface, only the coating deposited by Sensodyne Repair and Protect® maintained the tubules partially occluded after treatment with acid. Nanometric size and slightly negative charge are important for promoting coating deposition and particle penetration inside the dentinal tubules. The coatings did not change the dentin chemical composition and may constitute a protective layer against acidic environments.

Keywords: Dentifrices. Dentin. Dentin Sensitivity. Analytical Chemistry Techniques. Microscopy.

Listas

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Dispersão de dentifrício levada ao aparelho ZetaSizer Nano.....	69
Figura 2 -	ZetaSizer Nano (Malvern Instruments Ltd).....	69
Figura 3 -	Célula com dispersão translúcida de dentifrício para análise de estabilidade coloidal.....	71
Figura 4 -	Discos de dentina obtidos, com 1mm de espessura.....	72
Figura 5 -	Espécimes cortados e adaptados ao aparato do equipamento de análise de carga superficial.....	72
Figura 6 -	Espécimes posicionados na máquina de escovação com carga de 200g.....	73
Figura 7-	espécime em solução ácida submetida a agitação leve (300rpm).....	74
Figura 8-	espécime fixado em suporte e inserido em cuba contendo solução <i>tracer</i>	75
Figura 9-	Espectrofotômetro de FTIR acoplado a acessório de reflexão atenuada (IRPrestige-21, Shimadzu, Kyoto, Japão – Departamento de Química da FFCLRP/USP).....	76
Figura 10-	Espécime fixado no equipamento para análise.....	77
Figura 11-	Espectro de ATR-FTIR para os grupos escovados com C+DA, Arg-CaCO ₃ +DA, FSCS+DA e REG+DA em relação ao tempo (linha preta – dentina não tratada; vermelha: 1 dia de tratamento; verde: 7 dias de tratamento; e azul: 21 dias de tratamento; setas pretas: bandas de PO ₄ ³⁻ e (*): banda de CaCO ₃).....	83
Figura 12-	Espectro de ATR-FTIR para os grupos escovados com C, Arg-CaCO ₃ , FSCS e REG em relação ao tempo (linha preta – dentina não tratada; vermelha: 1 dia de tratamento; verde: 7 dias de tratamento; e azul: 21 dias de tratamento; setas pretas: bandas de PO ₄ ³⁻ e (*): banda de CaCO ₃).....	84
Figura 13-	Fotomicrografia superficial (a) e secção transversal (b) da dentina não tratada.....	85
Figura 14-	Fotomicrografias da superfície e da secção transversal de C (a, b), ARG-CACO ₃ (c, d), FSCS (e, f) e REG (g, h). Setas vermelhas indicam obliteração total ou parcial de túbulo dentinário em vista superficial. Estrela indica superfície da dentina alterada. Setas amarelas indicam depósitos no interior dos túbulos dentinários em corte transversal.....	87
Figura 15-	Fotomicrografias da superfície e da secção transversal de C (a, b), ARG-CACO ₃ (c, d), FSCS (e, f) e REG (g, h). Setas vermelhas indicam obliteração total ou parcial de túbulo dentinário em vista superficial. Estrela indica superfície da dentina alterada. Setas amarelas indicam depósitos no interior dos túbulos dentinários em corte transversal.....	88

LISTA DE GRÁFICOS

- Gráfico 1 -** Potencial ζ de superfície para cada tratamento em relação ao tempo (barra preta – dentina não tratada; vermelha: 1 dia de tratamento; verde: 7 dias de tratamento; e azul: 21 dias de tratamento)..... **82**

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 -	Nome comercial, composição e dados de fabricação dos dentifrícios dessensibilizantes utilizados.....	67
Quadro 2 -	Variáveis de estudo e métodos de análise.....	68
Quadro 3 -	Fatores de variação e seus respectivos níveis.....	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Distribuição de tamanho hidrodinâmico por número (%) e médias de potencial ζ	81
Tabela 2 -	Razão Ca/P para cada condição experimental.....	68
Tabela 3 -	Diâmetro médio (μm) da luz dos túbulos visíveis.....	86
Tabela 4 -	Profundidade de penetração de depósitos no interior dos túbulos dentinários para cada grupo experimental (μm).....	86

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

FTIR	espectroscopia de infravermelho vibracional com transformada de Fourier
ARG-CaCO₃	arginina 8% associada a carbonato de cálcio
FSCS	fosfosilicato de cálcio e sódio
MCVL	microscopia confocal de varredura a laser
MFA	microscopia de força atômica
MEV	microscopia eletrônica de varredura
HCA	hidroxiapatita carbonatada
n-HAp	nano-hidroxiapatita
ELD	Espalhamento de luz dinâmico
DCE	dúpla camada elétrica
EDS	espectroscopia por espalhamento de raios-X
PVM/MA	copolímero de ácido maléico e polivinilmetil- éter
PEG-8	polietilenoglicol
PEG-60	óleo de rícino hidrogenado
FORP	Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto
USP	Universidade de São Paulo
CAAE	Certificado de Apresentação de Apreciação Ética
ISO	Organização Internacional de Normalização
FFCLRP	Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto
Fapesp	Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo
PdI	índice de polidispersão
IC	intervalo de confiança

LISTA DE SÍMBOLOS

wt% porcentagem em massa/peso

nm nanometros

Ca²⁺ íon cálcio

PO₄³⁻ íon fosfato

Ca₁₀(PO₄)₆OH₂ hidroxiapatita

CO₃ carbonato

Ca cálcio

OH íon hidroxila

v modo vibracional

cm⁻¹ número de onda

CH₂ metileno

CH benzeno

C carbono

O oxigênio

Na sódio

Mg magnésio

Si silício

S enxofre

Cl cloro

μm micrometros

pH potencial hidrogeniônico

P fósforo

F flúor

H⁺ íon hidrogênio

g grama

KNO₃ nitrato de potássio

Sr estrôncio

™ marca comercial não registrada

® marca registrada

SnF₂ fluoreto de estanho

CaCO₃ carbonato de cálcio

K potássio

ppm parte por milhão

K⁺ íon potássio

Na⁺ íon sódio

SiO₂ sílica

Ca₃(PO₄)₂ fosfato de cálcio

CO₃²⁻ ânion carbonato

Ca_{9,75}[(PO₄)_{5,5}(CO₃)_{0,5}]CO₃ hidroxiapatita carbonatada

ZnCO₃ carbonato de zinco

Ca₂O₄Si silicato de cálcio

Na₃PO₄ fosfato de sódio

ζ zeta

mV milivolt

N nitrogênio

s segundo(s)

min minuto(s)

CH₃ metil

NaF fluoreto de sódio

KCl cloreto de potássio

MgCl cloreto de magnésio

H₂O água

CaCl₂ cloreto de cálcio

K₂HPO₄ fosfato dipotássico

KH₂PO₄ fosfato monopotássico

mL mililitro

°C grau Celsius

mg miligrama

μL microlitro

$G_2(\tau)$, $G_1(\tau)$ função de autocorrelação primária e secundária

τ tempo de correlação

D coeficiente de difusão

q vetor de espalhamento

d diâmetro hidrodinâmico

k constante de Boltzmann

T temperatura absoluta

η viscosidade do meio

Δv efeito Doppler;

V velocidade de movimento da partícula;

θ ângulo detectado;

λ comprimento de onda da incidência de luz

V velocidade de movimento da partícula;

E campo elétrico

η viscosidade;

U mobilidade eletroforética;

ϵ constante dielétrica

mm milímetro

rpm rotações por minuto

kV quilovolt

Sumário

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	43
1.1 Composição e estrutura da dentina	45
1.2 Hipersensibilidade dentinária e erosão dental.....	46
1.3 O uso de dentifrícios no controle da hipersensibilidade dentinária	48
1.4 Mecanismos de ação dos dentifrícios com agentes dessensibilizantes e anti-erosivos.....	49
1.5 Propriedades físicas e químicas dos dentifrícios e seus agentes dessensibilizantes	53
2. OBJETIVOS	57
3. HIPÓTESES	61
4. MATERIAL E MÉTODOS	65
4.1 Material	67
4.1.1 Delineamento experimental.....	68
4.2 Análise físico-química dos dentifrícios dessensibilizantes	69
4.2.1 Tamanho hidrodinâmico das partículas.....	69
4.2.2 Carga das partículas (potencial ζ)	70
4.3 Análises físico-químicas da dentina.....	71
4.3.1 Preparo dos espécimes	71
4.3.2 Tratamento dessensibilizante e desafio ácido	72
4.3.3 Carga Superficial da Dentina (potencial ζ de superfície).....	74
4.3.4 Composição Química da dentina – grupos químicos	75
4.3.5 Composição Química da dentina – EDS	77
4.4 Avaliação da obliteração dos túbulos dentinários – diâmetro visível dos túbulos e profundidade de penetração	78
5. RESULTADOS	79
5.1 Tamanho hidrodinâmico e potencial ζ das partículas dos dentifrícios.....	81
5.2 Carga Superficial da dentina	81
5.3 Composição química da superfície da dentina – FTIR e EDS	82
5.4 Avaliação da obliteração dos túbulos dentinários	85
6.DISSCUSSÃO	91
7.CONCLUSÕES	99
REFERÊNCIAS	103
ANEXOS	111

1. Introdução

1. INTRODUÇÃO

1.1 Composição e estrutura da dentina

A dentina é um dos tecidos que constituem o elemento dentário e é responsável pela arquitetura principal do dente. Produzida pelos odontoblastos no processo de dentinogênese, é um tecido mineralizado composto de, aproximadamente, 70% em peso (wt%) de mineral, 20 wt% de matriz orgânica e 10wt% de água. O colágeno tipo I, secretado pelos odontoblastos, é o principal constituinte da matriz orgânica da dentina (~90%). Estas fibrilas colágenas possuem cerca de 50-100 nm de diâmetro e, junto a outras proteínas não colágenas, orientam a formação da porção mineral da dentina (KINNEY; MARSHALL; MARSHALL, 2003). A porção da dentina que é formada por esta matriz orgânica é denominada dentina intertubular, a qual é penetrada por uma densa rede de túbulos, conectados à camada odontoblástica e parcialmente preenchidos pelos processos ou prolongamentos odontoblásticos (ARANA-CHAVEZ; MASSA, 2004; DORVEE et al., 2014).

A mineralização da dentina ocorre na matriz orgânica, por meio de sítios de nucleação de íons cálcio (Ca^{2+}) e fosfato (PO_4^{3-}), tendo como produto a hidroxiapatita ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}_2$). Estes cristais localizam-se entre as fibrilas colágenas (extra-fibrilar) ou nas regiões entre as moléculas de colágeno, dentro das fibrilas (intra-fibrilar) (KINNEY; MARSHALL; MARSHALL, 2003; KLASSMANN, 2010).

Os cristais de hidroxiapatita na dentina possuem tamanho reduzido, são mais irregulares, possuem uma maior quantidade de carbonato (CO_3) e menor quantidade de cálcio (Ca) na sua estrutura, o que a torna mais solúvel e mais susceptível a substituições iônicas, permitindo a substituição de íons como o Ca^{2+} , PO_4^{3-} ou hidroxila (OH^-) na sua rede cristalina, podendo resultar em variações nas suas propriedades físicas, químicas e morfológicas (LEGEROS; LEGEROS, 1993; MARSHALL et al., 1997)

No estudo de Eliades et al. (2013), ao avaliarem a composição da dentina saudável (hígida, com lama dentinária) por meio da espectroscopia vibracional de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), observaram que o conteúdo mineral da dentina é composto basicamente de grupos PO_4^{3-} (no modo vibracional ν_1, ν_3 nas bandas de 1180 a 900 cm^{-1} e ν_4 a 600 a 550 cm^{-1}) e CO_3^{2-} (1450 cm^{-1} e 871 cm^{-1}). Já na porção orgânica da dentina, foram identificados no espectro picos dos grupos Amida I (1655–1640 cm^{-1}), Amida II (1550–1530 cm^{-1}), Amida III (1250 cm^{-1}) e metileno (CH_2) / benzeno (CH), equivalentes a 1400–1350 cm^{-1} , que correspondem ao colágeno tipo I. Morfologicamente, esta dentina apresentava túbulos obliterados com lama dentinária (*smear plugs*) e dentina peritubular bem definida devido ao

seu alto conteúdo mineral. Além disso, os autores observaram após avaliação da dentina em espectroscopia por espalhamento de raios-X (EDS) a presença picos fortes de Ca e fósforo, além de carbono (C), oxigênio (O), sódio (Na), magnésio (Mg), silício (Si), enxofre (S) e cloro (Cl) e atribuíram estas características a uma superfície dentinária altamente mineralizada.

1.2 Hipersensibilidade dentinária e erosão dental

A hipersensibilidade dentinária é definida na literatura como uma condição clínica de dor aguda e transitória relacionada a estímulos térmicos, mecânicos ou osmóticos em virtude da exposição da dentina ao meio externo e não associada a patologias dentárias (ABSI; ADDY; ADAMS, 1995; LIU et al., 2020). Em contrapartida a esta definição, Soares e Machado (2020) definem a hipersensibilidade dentinária como um processo patológico de origem multifatorial, estímulo-dependente em túbulos dentinários expostos e sob trincas e defeitos do esmalte, desencadeando dor aguda e de curta duração.

A explicação mais aceita para a sintomatologia dolorosa da hipersensibilidade é a Teoria Hidrodinâmica (BRANNSTROM, 1986), na qual a transmissão dos estímulos térmicos, táteis, osmóticos, evaporativos e/ou químicos aplicados à dentina migram em direção aos mecanorreceptores pulpares por meio da movimentação dos fluidos no interior dos túbulos dentinários. A hipersensibilidade dos dentes provoca desconforto ao paciente e a sua prevalência é alta, principalmente entre pacientes com doenças periodontais (COSTA et al., 2014; FAVARO ZEOLA; SOARES; CUNHA-CRUZ, 2019; HANEET; VANDANA, 2016; MANTZOURANI; SHARMA, 2013). Portanto, estudos que busquem mais evidências para encontrar o melhor tratamento ainda são necessários.

A dentina sensível difere da dentina saudável estruturalmente por possuir maior número de túbulos por unidade de área. Além disso, na dentina sensível os túbulos dentinários possuem, em média, maiores diâmetro (0,83 μm) quando comparados à dentina saudável (0,4 μm). Essas alterações promovem aumento do fluxo dos fluidos pela dentina e, conseqüentemente, maior transmissão de estímulos e resposta dolorosa (MANTZOURANI; SHARMA, 2013).

A exposição dos túbulos dentinários ao meio externo é de origem multifatorial, tempo-dependente, oriunda da interação entre fatores biológicos, químicos e comportamentais (WANG; LUSSI, 2012). Os fatores biológicos estão relacionados com as características da saliva (fluxo e capacidade de tamponamento), movimentos dos tecidos moles, biofilmes e anatomia e estrutura dos dentes. Os fatores químicos têm relação com o potencial

hidrogeniônico (pH), capacidade de tamponamento, tipo de ácido, adesão, quelação e concentração de Ca, P e flúor (F). Por fim, os fatores comportamentais dizem respeito aos hábitos de alimentação, de higiene bucal (técnica e força de escovação), distúrbios gástricos, distúrbios psicológicos, uso de drogas e características ocupacionais de cada indivíduo (WANG; LUSSI, 2012). A interação entre estes fatores resultam nas principais causas etiológicas da hipersensibilidade dentinária e das lesões cervicais não-cariosas, conhecidas como erosão dental, biocorrosão, tensão e fricção (GRIPPO; SIMRING; COLEMAN, 2012; SOUZA et al., 2017).

A erosão dental é causada pelo movimento de fluidos corrosivos que estão em constante contato com a superfície do dente, provocando degradação física da estrutura dentária (SOUZA et al., 2017). O termo erosão também é usado na literatura para definir o processo de degradação química da superfície dental (WANG; LUSSI, 2012). Porém, para Grippo et al. (2012) esta definição é errônea, sendo o termo “biocorrosão” mais apropriado para definir o processo de degradação química da estrutura dentária pela ação de ácidos. O fator etiológico tensão consiste no acúmulo de estresse mecânico na região cervical dos dentes, resultante de forças oclusais desequilibradas (GRIPPO; SIMRING; COLEMAN, 2012). Por fim, a fricção consiste no desgaste superficial provocado pela atrição entre os dentes ou por agentes externos como a combinação da escova dental com dentifrícios no processo de escovação (GRIPPO; SIMRING; COLEMAN, 2012; SOARES, MACHADO, 2020). Além disso, existe ainda a possibilidade de haver uma falha na junção amelocementária, expondo uma faixa de dentina na região cervical (NEUVALD; CONSOLARO, 2000).

Dentre os fatores exógenos para a biocorrosão, está a ingestão de alimentos e bebidas com maior grau de acidez (AYKUT-YETKINER; ATTIN; WIEGAND, 2014; LUSSI; SCHAFFNER, 2000; O'TOOLE; BARTLETT, 2017; VANUSPONG; EISENBURGER; ADDY, 2002). A frequência de ingestão e o tempo de contato destes alimentos com a cavidade bucal demonstraram estar diretamente relacionados com a degradação superficial dos dentes, predispondo à sintomatologia dolorosa, em especial a ingestão de bebidas ácidas, durante ou entre as refeições (ADDY; HUNTER, 2003; AYKUT-YETKINER; ATTIN; WIEGAND, 2014). A dissolução dos cristais de hidroxiapatita das estruturas dentárias por substâncias ácidas ocorre pela liberação de íons hidrogênio (H^+) por estes ácidos, os quais irão reagir com os grupos PO_4^{3-} e OH^- do esmalte ou da dentina (SHELLIS; FEATHERSTONE; LUSSI, 2014). No entanto, a saliva possui ação protetora e é capaz de tamponar e neutralizar os ácidos provenientes da dieta ou endógenos, além de formar uma barreira física (película

adquirida) na superfície, então, esta degradação só ocorre de forma definitiva quando a taxa de perda mineral é mais intensa que a capacidade da saliva de proteger e remineralizar a superfície dental (SOARES, MACHADO, 2020). O meio bucal ácido é capaz de promover o amolecimento das estruturas dentais, conseqüentemente, ficam mais vulneráveis à ação da escovação, levando à perda irreversível de estrutura mineral (GRIPPO; SIMRING; COLEMAN, 2012). Em um estudo de caso-controle (O'TOOLE et al., 2017) com 600 pacientes, foi observado que uma significativa parte dos pacientes que apresentavam biocorrosão dos dentes reportavam ter hipersensibilidade dentinária.

Considerando o fator fricção, partículas abrasivas são comumente adicionadas aos dentifrícios com o objetivo de remover lama dentinária, manchas e detritos da superfície dental. A escovação diária com dentifrícios convencionais provoca abrasão da dentina, contudo, clinicamente insignificante, apesar de expor sua porção orgânica (ADDY, 2005; GANSS et al., 2007). Alguns estudos indicam que a abrasão provocada pela escovação dos dentes pode ter relação com a exposição dos túbulos dentinários (LUSSI; SCHAFFNER, 2000; MULLAN et al., 2017; SEHMI; OLLEY, 2015). Dois minutos de escovação, com 400 g de força, pode aumentar significativamente o número de túbulos permeáveis, independente da associação com desafio ácido. Em contrapartida, uma escovação com 100 g de força pode ter ação terapêutica e obliterar túbulos dentinários (SEHMI; OLLEY, 2015).

De fato, a associação dos fatores de biocorrosão e a ação mecânica da escovação pode ser mais prejudicial do que esses fatores isolados.

1.3 O uso de dentifrícios no controle da hipersensibilidade dentinária

A utilização de dentifrícios contendo agentes terapêuticos é a opção mais comum de tratamento para a hipersensibilidade dentinária, visto que estes produtos são de fácil acesso para os pacientes, de simples utilização e baixo custo, quando comparados com tratamentos em consultório. Os agentes terapêuticos são capazes de interagir com a dentina, que é altamente reativa, e promover a dessensibilização, seja por meio do bloqueio neural da dor, como o nitrato de potássio (KNO_3) a 5%, ou por obliterar a luz dos túbulos dentinários expostos ao meio externo, como a arginina a 8% associada ao carbonato de cálcio (ARG- $CaCO_3$), o fosfosilicato de cálcio e sódio (FSCS) a 5% e o acetato de estrôncio (Sr) (CUMMINS, 2009).

Dentifrícios com ARG- $CaCO_3$, acetato de Sr, FSCS e o KNO_3 têm efeitos redutores significativos da sensibilidade dental, sendo recomendados para uso diário (GRÜNBERG et al., 2017). Os diferentes agentes dessensibilizantes com função de obliterar os túbulos

dentinários são considerados mais eficazes que o KNO_3 no alívio duradouro da dor provocada pela hipersensibilidade dentinária (ELIAS BONETA et al., 2013; SATYAPAL et al., 2014). Dentre os agentes dessensibilizantes obliteradores, presentes nos dentifrícios encontrados hoje no mercado, podemos citar: ARG- CaCO_3 , representada pela tecnologia Pró-ArginTM presente no dentifrício Colgate® Sensitive Pró-Alívio; o biovidro a base de FSCS (tecnologia NovaminTM) presente na Sensodyne® Repair & Protect e o acetato de Sr, ingrediente ativo da Sensodyne® Rápido Alívio.

Segundo West et al. (2015), o padrão-ouro para o tratamento da hipersensibilidade dentinária ainda não foi estabelecido. Em seu estudo, os autores compararam a eficácia de agentes aplicados por um profissional ou pelo próprio paciente por meio de uma revisão sistemática. Nos 105 estudos clínicos randomizados avaliados, foram encontrados onze agentes dessensibilizantes, diferentes períodos de tratamento, formulações, controles positivos e negativos e produtos comparados. Devido à essa heterogeneidade entre os estudos e a impossibilidade de comparar diretamente os agentes, não foi possível realizar uma meta-análise dos estudos. Os autores concluem que os tratamentos que utilizaram como agentes dessensibilizantes o fluoreto de estanho (SnF_2), ARG- CaCO_3 , o FSCS ou o acetato de Sr parecem ser clinicamente eficazes quando comparados aos controles ou grupos comparativos (dentifrícios com ou sem flúor, CaCO_3), monofluorofosfato de sódio). Todavia, as evidências são limitadas para afirmar que há diferença entre a aplicação profissional ou individual (WEST; SEONG; DAVIES, 2015).

Na revisão sistemática realizada por Bae et al. (2015), os autores compararam a eficácia de agentes dessensibilizantes presentes em dentifrícios que continham potássio (K), SnF_2 , Sr, FSCS e/ou ARG- CaCO_3 comparados com grupos placebo, no tratamento da hipersensibilidade. Os autores relatam que há evidências suficientes que suportam o uso desses agentes no controle da hipersensibilidade dentinária, considerando que o dentifrício contendo Sr não teve efeito dessensibilizante estatisticamente significativo na meta-análise de quatro estudos (BAE; KIM; MYUNG, 2015).

1.4 Mecanismos de ação dos dentifrícios com agentes dessensibilizantes e anti-erosivos

Kleinberg (2002) propõe que o tratamento ideal para a hipersensibilidade dentinária deve mimetizar o processo natural de dessensibilização pela saliva, a qual atua no transporte de cálcio e fosfato para o interior dos túbulos para induzir a sua obliteração, além de formar uma camada protetora. Porém, o processo natural da saliva é lento e não é capaz de resistir à ingestão de alimentos, bebidas ou produtos orais ácidos e escovação inadequada. Com base

nisso, a arginina em combinação com o bicarbonato e o CaCO_3 começou a ser investigada para avaliar sua habilidade em obliterar os túbulos dentinários e, conseqüentemente, reduzir a sensibilidade. O autor sugere que a arginina, um aminoácido carregado positivamente em pH fisiológico, é atraída para a superfície da dentina (carregada negativamente), onde auxiliará a atrair CaCO_3 para a superfície e para o interior dos túbulos. Esta associação alcaliniza o meio e auxilia a deposição de Ca endógeno e PO_4^{3-} , formando pontos de ligação para obliteração dos túbulos dentinários. Em 2009, Cummins apresentou o novo dentifrício à base de ARG- CaCO_3 e monofluorofosfato de sódio 1450 ppm (Tecnologia Pro-ArginTM), desenvolvido pela Colgate-Palmolive Company (KLEINBERG, 2002).

Petrou et al. (2009) demonstram por meio de diferentes métodos microscópicos (microscopia confocal de varredura a laser - MCVL, microscopia eletrônica de varredura-MEV e microscopia de força atômica - MFA) que a combinação de ARG- CaCO_3 , em pH alcalino, é eficaz na obliteração dos túbulos dentinários abertos. Os autores ainda complementam que o dentifrício livre de arginina (controle) não promoveu nenhuma obliteração dos túbulos, o que reforça a importância da arginina em atrair o CaCO_3 para a superfície. Além disso, a utilização de outra fonte de Ca (fosfato dicálcio dihidratado) no lugar do CaCO_3 também se mostrou ineficaz na obliteração tubular. Isto pode indicar que o CaCO_3 é a fonte de Ca^{2+} de preferência devido ao aumento de pH durante sua dissolução, favorecendo a deposição dos aglomerados (PETROU et al., 2009). A capacidade deste dentifrício em obliterar os túbulos dentinários também é confirmada em outros estudos *in vitro* (ARNOLD; PRANGE; NAUMOVA, 2015; DAVIES et al., 2011; KULAL et al., 2016; WANG et al., 2012) e *in situ* (OLLEY et al., 2012).

A eficácia clínica deste dentifrício foi estudada e comprovada em três estudos (AYAD et al., 2009; DOCIMO et al., 2009; ELIAS BONETA et al., 2013), quando comparado com produtos à base de íons potássio (K^+). Nos estudos de West et al. (2012) e Orsini et al. (2013), o dentifrício a base de ARG- CaCO_3 mostrou ação semelhante à de outros dentifrícios destinados à obliteração dos túbulos dentinários, sendo todos eficazes na redução da sintomatologia dolorosa. Em 2015, Samuel e colaboradores (2015) demonstraram que uma única aplicação deste agente é significativamente mais eficiente na redução imediata e após 30 dias da hipersensibilidade do que as pastas a base de FSCS a 5% e dessensibilizante a base de glutaraldeído e HEMA (Gluma Desensitizer® - Heraeus Kulzer, Armonk, NY, USA).

Os vidros bioativos e biocompatíveis, como o FSCS, começaram a ser estudados em 1969 por Hench (HENCH, 2013; HENCH; ANDERSSON, 1993), sendo o primeiro material que apresentava uma grande capacidade de se aderir ao osso (JONES, 2013). Devido a sua

habilidade de formar hidroxiapatita carbonatada (HCA), os vidros bioativos a base de FSCS passaram a ser considerados no processo de remineralização dos tecidos dentários e começaram a ser incluídos em materiais odontológicos, incluindo dentifrícios (ABBASI et al., 2015; FERNANDO et al., 2017). O biovidro 45S5 (Bioglass®) pode ser encontrado no dentifrício Sensodyne® Repair and Protect, sob tecnologia denominada Novamin™, destinado ao tratamento da hipersensibilidade dentinária (FERNANDO et al., 2017).

O mecanismo de ação dos vidros bioativos foi descrito por Hench e Andersson, em 1993. Quando entram em contato com os fluidos corporais, ocorre uma rápida solubilização de íons sódio (Na^+) e dissolução de Ca^{2+} , PO_4^{3-} e sílica (SiO_2) da superfície do vidro. Então, é formada uma camada de gel rico em SiO_2 policondensada, promovendo sítios de nucleação para a precipitação de fosfatos de cálcio, inicialmente no seu estado amorfo. Posteriormente, ocorre a cristalização da sua estrutura em HCA pela incorporação de ânions carbonato (CO_3^{2-}). Esse processo de troca iônica leva a um aumento do pH interfacial ($> 7,4$). A HCA ($\text{Ca}_{9,75}[(\text{PO}_4)_{5,5}(\text{CO}_3)_{0,5}]\text{CO}_3$) é obtida pela substituição parcial dos íons PO_4^{3-} e OH^- da hidroxiapatita pelo CO_3^{2-} , inicialmente, sob a forma de partículas individuais e, com o tempo, sua degradação promove uma superfície mais homogênea sobre a dentina, penetrando nos túbulos dentinários (ARAUJO et al., 2010; GJORGIEVSKA et al., 2013). Um outro estudo (TIRAPELLI et al., 2010), constatou *in vitro* que micropartículas de um biossilicato experimental foram capazes de induzir a formação de HCA em túbulos dentinários.

Zhu et al. (2015) realizaram uma revisão sistemática do efeito do FSCS na hipersensibilidade dentinária e observaram que existem evidências moderadas de que a utilização de um dentifrício com 5% de FSCS é mais efetivo no alívio da sensibilidade da dentina em comparação com controles negativos. A eficácia clínica da utilização de dentifrícios com FSCS foi avaliada por outro estudo 20 e mostrou ser superior no alívio da hipersensibilidade comparada a utilização de dentifrício com 5% de KNO_3 . Os autores relacionaram esta superioridade à capacidade do FSCS em obliterar os túbulos dentinários, visto que os dentifrícios com KNO_3 atuam apenas no bloqueio neural da dor e não promovem qualquer barreira física para os estímulos que provocam a hipersensibilidade (ZHU et al., 2015).

Jones et al. (2015), avaliaram a capacidade do FSCS em remineralizar a superfície da dentina e obliterar os túbulos dentinários em um estudo clínico randomizado de 20 dias, *in situ*. Os autores observaram que, após 5 e 10 dias de escovação diária, houve um aumento na microdureza da dentina tanto no grupo experimental quanto no controle (dentifrício sem FSCS, com fluoreto de sódio 1450 ppm). No entanto, após os 10 dias de tratamento, o

aumento da dureza superficial foi significativamente maior para os espécimes do grupo experimental. Segundo os autores, estes resultados podem ser explicados pela capacidade conhecida dos fluoretos em promover remineralização tecidual. Quanto à capacidade de obliteração dos túbulos dentinários, o grupo experimental mostrou superioridade significativa após 5 e 10 dias de tratamento. Porém, aos 15 dias, ambos os dentifrícios apresentavam o mesmo grau de obliteração dos túbulos. O dentifrício controle também mostrou ser capaz de obliterar os túbulos, sendo esta obliteração atribuída à produção de lama dentinária pela ação erosiva da escovação, visto que foi possível diferenciar, por meio de microscopia, a camada superficial formada sobre a dentina em ambos os grupos. Os espécimes do grupo controle apresentavam uma camada característica de tecido rico em material orgânico, enquanto os espécimes experimentais apresentavam uma camada mais semelhante à formação mineral (JONES et al., 2015). Outros estudos também comprovam a capacidade do FSCS na obliteração dos túbulos dentinários ((BAKRI et al., 2017; KULAL et al., 2016; LOPES et al., 2021; MOCKDECI et al., 2017).

O estudo de Bakri et al. (2017), constatou que após desafio ácido com refrigerantes, houve uma redução na quantidade de túbulos dentinários previamente obliterados pelos dentifrícios dessensibilizantes (ARG-CaCO₃ 8%; FSCS 5%, e controle), ao longo do tempo. Todavia, o dentifrício com FSCS apresentou maior resistência ao desafio ácido em comparação com os demais. Uma das limitações deste estudo é a avaliação de uma única aplicação dos agentes dessensibilizantes e do desafio ácido, sendo necessária uma avaliação a longo prazo, visto que o tratamento com dentifrícios dessensibilizantes é dose-dependente (DAVIES et al., 2011; MOCKDECI et al., 2017).

A nano-hidroxiapatita (n-HAp) vem sendo estudada sobre a sua capacidade de remineralizar os tecidos dentários e consequentemente atuar no tratamento da hipersensibilidade dentinária. Tschoppe et al. (2011) avaliaram os efeitos da nano-hidroxiapatita na remineralização de esmalte e dentina desmineralizada de dentes bovinos. Os autores compararam os efeitos de diferentes formulações com n-HAp (carbonato de zinco (ZnCO₃) + nHAp 20 wt% e 24 wt%; fluoreto de amina 0,14 wt%; e n-HAp 7 wt%), após escovação 2x ao dia, por meio da microradiografia transversal, e observaram que as diferentes formulações promoveram resultados semelhantes na capacidade de remineralizar ambos os substratos (TSCHOPPE et al., 2011).

Kulal et al. (2016), ao avaliar e comparar os efeitos da nHAp 1% com a ARG-CaCO₃ e com o FSCS 5% na permeabilidade da dentina e na obliteração dos túbulos dentinários, observaram, por meio de análises de MEV, que todos os agentes foram eficazes

na obliteração dos túbulos dentinários. Contudo, foi observada maior eficácia do dentifrício com n-HAp. Os autores não discutem sobre o que pode representar essa diferença significativa da n-HAp em relação aos demais dentifrícios.

A tecnologia NR-5, presente no dentifrício Regenerate Enamel Science™ Advanced Toothpaste, auxilia na reversão do processo de erosão do esmalte por meio da combinação do silicato de cálcio ($\text{Ca}_2\text{O}_4\text{Si}$) e do fosfato de sódio (Na_3PO_4). Segundo Sun et al. (2014), a remineralização promovida por este dentifrício acontece de forma semelhante ao processo remineralizador da saliva, onde há o fornecimento adicional de Ca^{2+} e PO_4^{3-} e nucleação de hidroxiapatita. Outro estudo (POGGIO et al., 2017), ao avaliar o efeito preventivo de diferentes agentes na erosão da dentina, observou que o substrato tratado com Regenerate® e com n-HAp apresentaram resultados satisfatórios e superiores aos demais agentes, os quais promoveram maior proteção contra desafios ácidos, produzindo menores valores de perda tecidual. Por estes motivos, pode-se supor que este material pode ser eficaz no tratamento da hipersensibilidade da dentina, porém, ainda não há estudos que comprovem esta capacidade.

1.5 Propriedades físicas e químicas dos dentifrícios e seus agentes dessensibilizantes

A relação entre a dentina e os agentes dessensibilizantes adicionados aos dentifrícios vai além da capacidade mecânica das partículas de penetrarem os túbulos dentinários e ali se depositarem. Características físicas e químicas também são importantes para determinar como esta interação acontecerá. A composição química dos dentifrícios, o tamanho e a carga elétrica das suas partículas, a força iônica, a acidez do meio, as moléculas formadas durante a interação são exemplos de características que são importantes em todas as interações físico-químicas entre materiais e substratos.

De modo geral, estes agentes devem ser pequenos o suficiente para penetrar no interior da dentina e, então reagir com a parede dos túbulos. Segundo Arrais et al. (2003), em áreas de hipersensibilidade, aproximadamente 75% dos túbulos dentinários estão abertos, quando observados em microscopia eletrônica de varredura, contra apenas 24% em dentina cervical não sensível. Há relatos que a dentina sensível possui maior número de túbulos por unidade de área, além de serem mais largos ($0,83 \mu\text{m}$) que os da dentina saudável ($0,4 \mu\text{m}$) (MANTZOURANI; SHARMA, 2013). Isto é, agentes terapêuticos que tem por intenção penetrar os túbulos dentinários devem possuir um diâmetro menor que aproximadamente $0,83 \mu\text{m}$.

No estudo de Mockdeci et al. (2017), uma das variáveis avaliadas foi o tamanho hidrodinâmico, ou seja, o tamanho das partículas de dentifrício presentes em solução, de 4

dentifrícios: Colgate Sensitive Pró-Alívio® (arginina 8% + CaCO₃); Sensodyne Rápido Alívio® (acetato de Sr 8%); Sensodyne Repair & Protect® (FSCS 5%); e Colgate Maximum Cavity Protection® (CaCO₃ – controle negativo). Os autores observaram que os tamanhos das partículas entre os grupos variavam entre 369 nm e 669 nm, aproximadamente. Porém, o dentifrício que continha acetato de Sr apresentou os menores valores, indicando que este dentifrício pode ter uma melhor penetração nos túbulos dentinários.

A análise de tamanho de partículas pode ser realizada de diversas maneiras, sendo as técnicas de espalhamento laser as mais empregadas (XU, 2008). A técnica do espalhamento de luz dinâmico (ELD), ou espectroscopia de correlação de fótons, é empregada na determinação do diâmetro de materiais, por meio do cálculo do coeficiente de difusão de partículas dispersas em meio líquido, relacionado com o movimento browniano. Este movimento é caracterizado pelo movimento das partículas devido às colisões aleatórias com as moléculas do líquido na vizinhança das partículas (RAMOS, 2015). No ELD, medimos a dependência da intensidade de luz espalhada em um ângulo de espalhamento fixo. As flutuações de intensidade de luz espalhadas pelas partículas dependentes do tempo correlacionam-se com o deslocamento das partículas, devido a processos de difusão (movimento browniano) ou devido a mobilidades intramoleculares (GLATTER, 2018). Baseado nisso, conseguimos diferenciar as partículas menores das maiores devido à vibração destas partículas, onde partículas grandes se movem mais lentamente que partículas pequenas (RAMOS, 2015).

A carga superficial das partículas presentes nos dentifrícios em suspensão (estabilidade coloidal) e da superfície da dentina que será tratada refletem o grau de afinidade entre as partículas e a superfície da dentina. Uma partícula com superfície carregada irá atrair íons de carga oposta (contra-íons), formando a dupla camada elétrica (DCE). A formação desta camada é baseada no princípio da neutralidade elétrica, no qual a carga líquida de um lado da interface deve ser balanceada pela carga do outro lado da interface. O potencial elétrico nessa camada é denominado potencial ζ , em milivolts (mV) (FERNANDES; CESAR; BARJAS-CASTRO, 2011). Partículas que apresentam potencial ζ de aproximadamente ± 25 mV possuem boa estabilidade coloidal em solução, o que previne agregação. Partículas positivamente carregadas tendem a se depositar melhor na superfície dentinária negativamente carregada (BHATTACHARJEE, 2016). O estudo de Mockdeci et al. (2017) é o único relato na literatura que avalia o potencial ζ de dentifrícios com agentes dessensibilizantes. Os valores de potencial ζ dos dentifrícios compostos por ARG-CaCO₃; acetato de Sr 8%; e dentifrício controle foram -37,76mV, -16,53mV e -26,65mV,

respectivamente. Apenas o dentifrício com FSCS 5% apresentou resultado discrepante (+36,87mV), podendo indicar que este seria o agente com maior potencial de atração com a dentina. Mais estudos são necessários a fim de confirmar estes resultados, visto que até o momento esse é o único estudo que analisa esta propriedade.

O mesmo artigo citado acima também determinou os elementos químicos presentes na superfície da dentina escovada com os 4 dentifrícios por meio da espectroscopia por espalhamento de raios-X – EDS. Foi observado diferença significativa ($p < 0.05$) na composição da dentina após escovação com os dentifrícios que continham ARG-CaCO₃ ou FSCS 5%. O primeiro apresentou um aumento na quantidade de carbono (C), cálcio (Ca), nitrogênio (N), fósforo (P) e magnésio (Mg), corroborando a composição química do próprio dentifrício, cujos elementos básicos são C e Ca. Já o segundo dentifrício proporcionou aumento de todos os elementos presentes: O, C, Ca, N, P, Si e Na. Estes resultados podem ser confirmados pelas imagens de MEV, as quais mostram uma discreta obliteração tubular para arginina e uma redução da luz dos túbulos e formação de uma camada sobre a superfície da dentina após escovação com FSCS. A escovação foi feita durante 8 semanas, 2 vezes ao dia (2240 ciclos de escovação), sem qualquer desafio ácido/erosivo após as escovações.

O estudo de Davies et al. (2011) também observou diferença significativa na composição química da dentina após o uso de ARG-CaCO₃, sobretudo na presença de Ca, P e O. As maiores concentrações destes elementos foram encontradas nas regiões de obliteração dos túbulos. Neste estudo, os espécimes não foram escovados, mas sim manualmente esfregados com *slurries* de pasta de dente com saliva estimulada. Além disso, os espécimes foram imersos em solução de ácido cítrico após a aplicação dos *slurries* por 10 s, 30 s, 2 min, 5 min ou 10 min. As imagens de MEV mostram que a obliteração dos túbulos diminuiu progressivamente com o aumento do tempo de imersão em ácido cítrico.

Eliades et al. (2013), realizaram análise de FTIR para identificação de grupos químicos em dentina desmineralizada, dentina imersa em *slurries* de dentifrícios e enxaguatórios dessensibilizantes, dentre eles os dentifrícios contendo ARG-CaCO₃ e FSCS 5%, com o total de 12 ciclos de imersão (não foi realizada escovação). Metade dos espécimes tratados ainda foram submetidos a processo erosivo com solução desmineralizadora. A desmineralização da dentina foi confirmada por meio da redução drástica na intensidade das bandas ν_1 (1080 cm⁻¹) e ν_3 (1030 cm⁻¹) de PO₄³⁻ e CO₃²⁻ e por meio do aumento da intensidade da matriz orgânica da dentina: amida I (~1600 cm⁻¹), II (~1550 cm⁻¹) e III (~1200 cm⁻¹), metileno (CH₂ - ~1450 cm⁻¹) e metil (CH₃ - ~1320 cm⁻¹). Após a aplicação do FSCS, foi observado pouco aumento da intensidade das bandas relacionadas a PO₄³⁻ e CO₃²⁻ 1, que

foi novamente reduzido após o desafio erosivo. Além disso, os autores não identificaram qualquer deposição de material dentro dos túbulos dentinários, antes ou após o desafio erosivo. Com relação à dentina tratada com ARG-CaCO₃, os espécimes apresentaram os mesmos grupos químicos presentes neste dentifrício, porém, após o desafio erosivo, foi encontrado um espectro atípico de dentina desmineralizada com vestígios de resíduos minerais (PO₄³⁻). A análise dos elementos químicos por EDS mostrou um aumento da quantidade de Ca no grupo tratado com arginina e de Si no grupo tratado com a FSCS. Os autores atribuem estes aumentos à adsorção ou precipitação de Ca e Si, respectivamente, a partir dos dentifrícios (ELIADES et al., 2013).

Como citado anteriormente, a grande abrangência de diferentes metodologias empregadas nas pesquisas realizadas até então dificulta o entendimento de como estes dentifrícios se comportam sobre a dentina (WEST; SEONG; DAVIES, 2015). Embora diversas formulações comerciais e diferentes mecanismos de ação tenham sido propostos para o controle caseiro da hipersensibilidade dentinária, pouco foi reportado a respeito do efeito destes produtos na composição e morfologia dos dentes, que poderiam influenciar nas suas propriedades adesivas e restauradoras (ELIADES et al., 2013; MOCKDECI et al., 2017). Além disso, o entendimento de como estes produtos afetam a estrutura da dentina é importante para definir se estes agentes são capazes de alterar quimicamente a estrutura nativa da dentina, promovendo mineralização para obliteração dos túbulos e para identificar como estes agentes podem ser aprimorados para promover tratamentos mais duradouros.

2. Objetivos

2. OBJETIVOS

O objetivo deste estudo foi explorar as propriedades físico-químicas de dentifrícios a base de Arginina 8% e Carbonato de cálcio (Colgate Sensitive Pró-Alívio), Fosfosilicato de cálcio e sódio 5% (Sensodyne Repair & Protect), Silicato de cálcio e Fosfato de sódio (Regenerate Enamel Science), comparados a um dentifrício a base de Fluoreto de sódio 0,32% como controle (Colgate Total 12), e seus efeitos na dentina erodida, após ciclos de escovação, associados ou não a desafio ácido, por 1, 7 e 21 dias.

Os objetivos específicos foram:

- a) Avaliar e comparar a distribuição do tamanho hidrodinâmico das partículas dos dentifrícios dessensibilizantes, pela técnica do espalhamento de luz dinâmico;
- b) Avaliar a estabilidade coloidal dos dentifrícios dessensibilizantes estudados, por meio de medidas de potencial ζ ;
- c) Avaliar a carga elétrica superficial da dentina tratada com os diferentes dentifrícios, em função do tempo de tratamento com os dentifrícios, associados ou não ao desafio ácido, por meio de medidas de potencial ζ de superfície;
- d) Avaliar a composição química da dentina antes e após o tratamento dessensibilizante e desafio ácido, por meio da Espectroscopia vibracional na região do infravermelho com transformada de Fourier e da Microscopia Eletrônica de Varredura associada à Espectroscopia de Dispersão de raios X;
- e) Avaliar o padrão de obliteração dos túbulos dentinários, a profundidade de obliteração e o diâmetro médio da luz dos túbulos dentinários da dentina erodida e após 21 dias de tratamento, por meio de imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura.

3. Hipóteses

3. HIPÓTESES

O presente trabalho tem por hipóteses nulas:

- a) Não haverá diferença entre os dentifrícios avaliados em relação ao tamanho hidrodinâmico das partículas dos dentifrícios dessensibilizantes estudados;
- b) Não haverá diferença da estabilidade coloidal entre os dentifrícios dessensibilizantes estudados;
- c) Não haverá alteração da carga superficial da dentina após o tratamento com os dentifrícios dessensibilizantes e o desafio ácido;
- d) O tratamento com dentifrícios dessensibilizantes, associado ou não ao desafio ácido, não irá promover alterações na composição química e estrutura da dentina.
- e) O padrão de obliteração dos túbulos dentinários, a profundidade de obliteração e o diâmetro médio da luz dos túbulos dentinários da dentina erodida não apresentarão alterações após 21 dias de tratamento.

4. Material e Métodos

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Os dentífrícios utilizados e suas especificações estão descritos no Quadro 1.

Quadro 1 - Nome comercial, composição e dados de fabricação dos dentífrícios dessensibilizantes utilizados.

Nome comercial	Composição	Fabricante	Local	Lote
Colgate Total 12	Ingredientes ativos: Fluoreto de sódio 0,32% (1450ppm de fúor), triclosan 0,3%. Ingredientes: água, sílica hidratada, glicerina, sorbitol, copolímero PVM/MA, laurilsulfato de sódio, sabor/aroma, goma de celulose, hidróxido de sódio, propilenoglicol, carragenina, fluoreto de sódio, triclosan, sacarina sódica, dióxido de titânio (CI 77891)	Colgate-Palmolive Industrial LTDA	São Bernardo do Campo/SP	6337BR12KB
Colgate Sensitive Pró-Alívio™	Ingredientes ativos: arginina 8%, carbonato de cálcio e monofluorofosfato de sódio 1,1% (1450ppm de flúor). Ingredientes: água, sorbitol, bicarbonato de arginina, laurilsulfato de sódio, monofluorofosfato de sódio, sabor/aroma, goma de celulose, bicarbonato de sódio, pirofosfato tetrassódio, sacarina sódica, álcool benzílico, goma xantana, dióxido de titânio (CI 77891), dipenteno.	Colgate-Palmolive Industrial LTDA	São Bernardo do Campo/SP	6256BR12CC
Sensodyne Repair & Protect	Ingredientes ativos: monofluorofosfato de sódio (1426ppm de flúor), fosfossilicato de cálcio e sódio 5%. Ingredientes: glicerina, PEG-8, sílica, aroma, dióxido de titânio, carbomero, Cocoamidopropil betaína, Metil cocoil taurato de sódio, sacarina sódica.	SmithKline Beecham Consumer Healthcare	Maidenhead - Berkshire / Reino Unido	156F P2
Regenerate Enamel Science Advanced Toothpaste	Ingredientes ativos: silicato de cálcio e fosfato de sódio (tecnologia NR-5). Ingredientes: glicerina, PEG-8, sílica hidratada, fosfato trissódico, água, PEG-60, lauril sulfato de sódio, aroma, sabor, fluorflogopita sintética, sacarina sódica, ácido poliacrílico, oxido de estanho, limoneno, CI 77891	Unilever	Le Meaux / França	52373CYC

A saliva artificial foi composta de metilparabeno (2,0g), carboximetilcelulose de sódio (10,0g), KCl (0,625g), MgCl 2.6H₂O (0,059g) CaCl₂.2H₂O (0,166g), K₂HPO₄ (0,804g),

KH_2PO_4 (0,326g) em 1000mL de água destilada (AMAECHI; HIGHAM; EDGAR, 1999; MCKNIGHT-HANES; WHITFORD, 1992).

Para as análises de carga elétrica superficial, composição química e de obliteração dos túbulos foram utilizados 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 (CAAE: 72738017.1.0000.5419) da mesma instituição (ANEXO A), armazenados em solução de timol 0,5% a 4°C.

4.1.1 Delineamento experimental

As variáveis de estudo e seus respectivos métodos de análise estão descritos no Quadro 2. Os fatores de variação e seus níveis estão representados no Quadro 3.

Quadro 2 - Variáveis de estudo e métodos de análise.

	Variável	Método
Análise físico-química dos dentifrícios	Tamanho hidrodinâmico de partículas (em %)	Espalhamento de Luz Dinâmico (ELD)
	Estabilidade coloidal	Potencial ζ
Análises físico-químicas da dentina antes e após escovação com os dentifrícios	Carga elétrica superficial	Potencial ζ de superfície
	Composição química	Espectroscopia vibracional na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR); Espectroscopia por dispersão de raios X (EDS)
Análise morfológica da dentina	Obliteração dos túbulos dentinários – diâmetro visível da luz do túbulo e profundidade de obliteração	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Quadro 3 - Fatores de variação e seus respectivos níveis.

Fator de variação	Níveis
Agentes Dessensibilizantes	C - NaF 0,32% (controle); ARG-CaCO ₃ - Arginina 8% e CaCO ₃ ; FSCS - Fosfosilicato de Ca e Na 5%; REG - Silicato de cálcio (Ca ₂ O ₄ Si) e Fosfato de sódio (Na ₃ PO ₄)
Tempo de tratamento	T ₀ – inicial; T ₁ – 1 dia; T ₂ – 7 dias; T ₃ – 21 dias.
Desafio ácido	CDA - Com desafio ácido diário; SDA - Sem desafio ácido diário.

4.2 Análise físico-química dos dentifrícios dessensibilizantes

4.2.1 Tamanho hidrodinâmico das partículas

Para avaliação do diâmetro hidrodinâmico das partículas foram necessárias dispersões totalmente translúcidas e livres de bolhas. Para isso, os dentifrícios foram dispersos em meio aquoso (6 mg/mL) por meio de agitação mecânica durante 2 minutos, obtendo assim uma dispersão translúcida. Para a análise do tamanho hidrodinâmico das partículas, 10 µL dessa dispersão foram diluídos em 1 mL de água deionizada, a 25°C e levada ao aparelho ZetaSizer Nano (Malvern Instruments Ltd, Worcestershire, Reino Unido – Departamento de Química da FFCLRP/USP), onde foram realizadas 3 leituras por solução (n=3) (Figuras 1 e 2). As análises foram feitas em triplicata, conforme normativa ISO 22412:2017, totalizando 324 leituras.

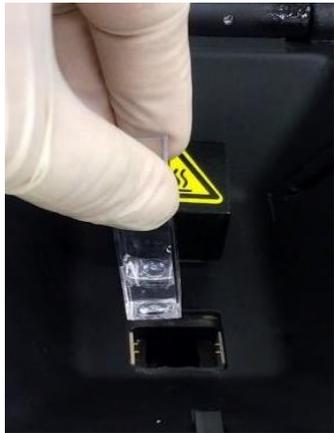


Figura 1 - Dispersão de dentifrício levada ao aparelho ZetaSizer Nano.



Figura 2 - ZetaSizer Nano (Malvern Instruments Ltd)

O diâmetro das partículas de dentifrício e a distribuição do tamanho destas partículas foram obtidos pela técnica do ELD. A partir das curvas de flutuações de intensidade de luz espalhada pelas partículas em função do tempo, transformada de Laplace inversa foi utilizada para obtenção de função de autocorrelação baseada no número de fótons que chegam ao detector no tempo zero e número de fótons após o intervalo de tempo (t) (equação 1) (RAMOS, 2015). A primeira derivada dessas curvas gerou curvas de tempo de relaxação, na qual, cada pico de tempo estava relacionado com 1 modo de difusão na dispersão (equação 2). Os dados de coeficiente de difusão, foram então convertido em diâmetro, utilizando-se a equação de Stokes-Einstein (equação 3).

As equações aplicadas pelo software ELSZ-1000 estão descritas abaixo (equações 1, 2, 3).

$$G_2 = 1 + \alpha(G_1(\tau))^2 \quad (1)$$

Onde: $G_2(\tau)$, $G_1(\tau)$ – função de autocorrelação primária e secundária (ACF); τ - tempo de correlação.

$$G_1 = \exp(-Dq^2\tau) \quad (2)$$

Onde: D – coeficiente de difusão; q – vetor de espalhamento.

$$d = \frac{kT}{\pi\eta D} \quad (\text{Equação de Stokes-Einstein}) \quad (3)$$

Onde: d – diâmetro hidrodinâmico; k – constante de Boltzmann; T – temperatura em Kelvin; η – viscosidade do meio.

4.2.2 Carga das partículas (potencial ζ)

A estabilidade coloidal dos dentifrícios foi avaliada por medidas de potencial ζ , obtido por meio da aplicação de um campo elétrico às partículas dispersas em solução entre 2 eletrodos, provocando a sua migração para o eletrodo de carga oposta à sua carga. A amostra foi então irradiada com laser que tem sua frequência alterada devido ao movimento das partículas (efeito Doppler) (equação 4). A mobilidade eletroforética (equação 5) e o valor de ζ foram determinados pela equação de Helmholtz-Smoluchowski (equação 6).

$$\Delta\nu = \frac{2Vn \sin(\frac{\theta}{2})}{\lambda} \quad (4)$$

Onde: $\Delta\nu$ – frequência final - frequência inicial da radiação incidida sobre a amostra; V – velocidade das partículas; n – índice de refração; θ – ângulo de espalhamento; λ – comprimento de onda da incidência de luz.

$$U = \frac{V}{E} \quad (5)$$

Onde: U - mobilidade eletroforética; V – velocidade da partícula; E – campo elétrico.

$$\zeta = \frac{4\pi\eta U}{\varepsilon} \quad (6)$$

Onde: η - viscosidade; U – mobilidade eletroforética; ε - constante dielétrica.

Para isso, cada dentifrício foi disperso em água deionizada na concentração de 6 mg/mL. Dez microlitros de cada dispersão foram novamente diluídos em 1 mL de água deionizada e vertidos na célula analisadora para possibilitar a leitura pelo equipamento ZetaSizer Nano ZS - Malvern Instruments, Reino Unido (Laboratório de Físico-Química de

Superfícies e Colóides, Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 3). As análises foram feitas em triplicata (n=3), conforme normativa ISO 13099:2012, totalizando 324 leituras.

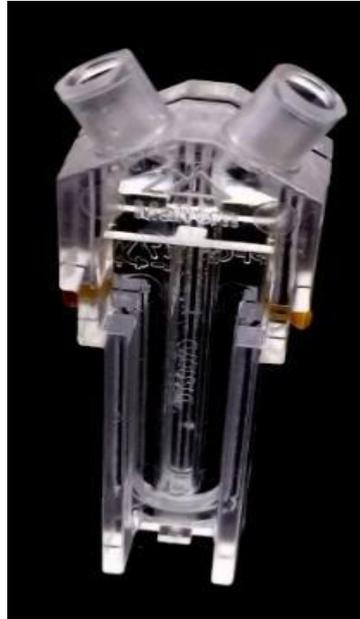


Figura 3 - Célula com dispersão translúcida de dentifrício para análise de estabilidade coloidal.

4.3 Análises físico-químicas da dentina

4.3.1 Preparo dos espécimes

Os dentes selecionados foram seccionados acima da junção amelocementária em máquina de corte de precisão (IsoMet® 1000, Buehler, Illinois, EUA – Laboratório de Pesquisa em Dentística - Departamento de Odontologia Restauradora da FORP/USP) de modo a obter discos de dentina de aproximadamente 1 mm de espessura, com túbulos dentinários dispostos perpendicularmente à superfície do corte (Figura 4). Os discos foram observados com auxílio de uma lupa para eliminar espécimes com dentina terciária, defeitos, trincas, lesões cariosas, lesões não-cariosas ou remanescente de esmalte dentário (GILLAM et al., 2002). Posteriormente, os discos foram cortados nas dimensões de 5x4x1mm para permitir a adaptação ao equipamento de análise de carga superficial (Figura 5).



Figura 4 - Discos de dentina obtidos, com 1 mm de espessura.



Figura 5 - Espécimes cortados e adaptados ao aparato do equipamento de análise de carga superficial.

Os espécimes foram então lavados em cuba ultrassônica por 30 segundos e posteriormente condicionados com ácido cítrico 6%, por dois minutos, para remoção da lama dentinária (GILLAM et al., 2002). Em seguida, foram imersos em água deionizada e sonicados por mais 10 minutos, a fim de remover impurezas remanescentes. Então, cada espécime foi armazenado em 0,5mL de saliva artificial, em estufa com temperatura controlada de 37°C, divididos aleatoriamente de acordo com o agente dessensibilizante utilizado e o desafio ácido.

4.3.2 Tratamento dessensibilizante e desafio ácido

Os espécimes eram escovados em uma máquina de simulação de escovação (Máquina de escovação XY – Biopdi, São Carlos, Brasil – Laboratório de Pesquisa em Dentística do Departamento de Odontologia Restauradora da FORP/USP – Fapesp n.

99/03605-1) e posicionados paralelamente às cerdas da escova dental (Condor S.A., São Bento do Sul, Brasil) sob carga de 200g (Figura 6). Cada ciclo de escovação consistiu em 40 movimentos da máquina, com velocidade de 4,5 movimentos por segundo, totalizando aproximadamente 10 segundos por ciclo. O equipamento permite a escovação de 10 espécimes simultaneamente, com percurso realizado pelas escovas de 25mm e temperatura controlada de 37°C ($\pm 0,5^\circ\text{C}$) (LEPRI; PALMA-DIBB, 2012; OLLEY et al., 2012). Após a escovação, os espécimes eram lavados com água deionizada por 10 segundos, armazenados em saliva artificial em temperatura controlada ($37^\circ\text{C} \pm 0,5^\circ\text{C}$).



Figura 6 - Espécimes posicionados na máquina de escovação com carga de 200g.

Uma hora após cada escovação, os espécimes a serem submetidos ao desafio ácido eram imersos individualmente em 3 mL de refrigerante de cola (Coca-Cola®) por 2 minutos, em agitação leve (Figura 7), para simular desafio ácido diário proveniente da alimentação. Em seguida, lavados com água deionizada por 10 segundos e armazenados em saliva artificial em temperatura controlada ($37^\circ\text{C} \pm 0,5^\circ\text{C}$) até a próxima escovação no dia seguinte (OLLEY et al., 2012).

A escovação dos espécimes, tanto dos grupos submetidos ao desafio ácido e os grupos não submetidos à desafio ácido, era realizada duas vezes ao dia, com intervalo de 4,5 horas entre a primeira e a segunda escovação (OLLEY et al., 2012), nos tempos experimentais de 1, 7 e 21 dias.



Figura 7- espécime em solução ácida submetida a agitação leve (300rpm).

4.3.3 Carga Superficial da Dentina (potencial ζ de superfície)

A carga superficial da dentina foi analisada por meio da medida de potencial ζ de superfície (n=3). Cada espécime foi fixado sobre um suporte e inserido em uma cuba contendo uma dispersão translúcida de partículas rastreadoras (poliestireno), providos pelo fabricante do equipamento ZetaSizer Nano ZS (Figura 8). Então, por meio de um fluxo de eletrólitos que passa sobre a superfície do espécime, 5 medidas foram realizadas, variando a posição do espécime em relação ao leitor. A última medida refere-se ao potencial ζ das partículas rastreadoras, em função da distância da superfície do espécime, servindo de controle comparativo e permitindo a obtenção do potencial ζ superficial, em mV (CORBETT et al., 2012; TUCKER et al., 2015). O total de leituras para esta análise foi de 360.



Figura 8 - espécime fixado em suporte e inserido em cuba contendo dispersão de nanopartículas de poliestireno.

4.3.4 Composição Química da dentina – grupos químicos

A análise da composição química da dentina foi realizada por meio da Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier, utilizando-se acessório de reflexão atenuada – FTIR-ATR (Espectrofotômetro de FTIR IRPrestige-21, Shimadzu, Kyoto, Japão – Departamento de Química da FFCLRP/USP) (Figura 9). Este método permite observar se existem alterações nos grupos químicos presentes na superfície da dentina após cada período de escovação. Foram analisados, em especial, bandas em aproximadamente 1090 cm^{-1} relacionada ao grupo fosfato (PO_4^{3-}) e em aproximadamente 1250 cm^{-1} relacionada ao colágeno da matriz orgânica, as quais possuem frequências de vibração específicas correspondentes aos níveis de energia das moléculas.

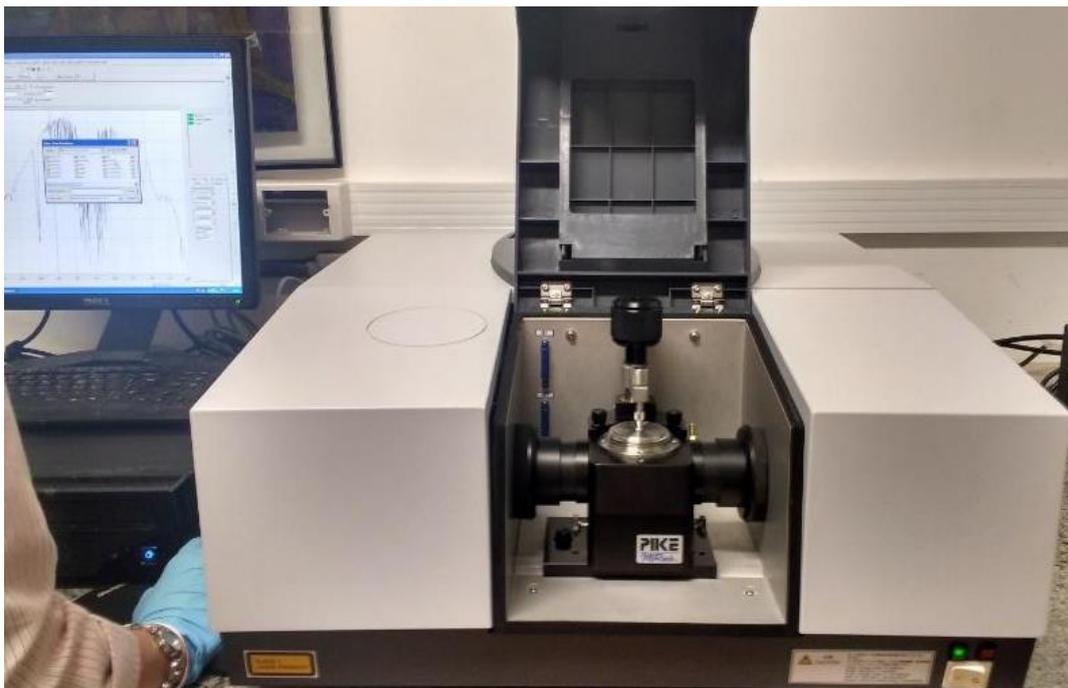


Figura 9 - Espectrofotômetro de FTIR acoplado a acessório de reflexão atenuada (IRPrestige-21, Shimadzu, Kyoto, Japão – Departamento de Química da FFCLRP/USP).

Para tal, os espécimes de cada condição experimental (n=4) foram lavados com água deionizada para remoção da saliva artificial e armazenados em dessecador para remoção de umidade. Então, os espécimes eram levados ao equipamento, nos quais foram realizados 20 escaneamentos por espécime, em resolução 2.0 cm^{-1} (Figura 10), resultando em um total de 80 leituras por grupo.



Figura 10 - Espécime fixado no equipamento para análise.

4.3.5 Composição Química da dentina – EDS

Os elementos químicos presentes na dentina antes e após 21 dias de tratamento dessensibilizante foram determinados utilizando a espectroscopia de Raios-X por dispersão de energia – EDS (IXRF Systems, 500 Digital Processing Houston, USA – Departamento de Química da FFCLRP/USP – Fapesp n. 04/09320-9) associada ao MEV (Zeiss EVO 50, Cambridge, UK – Departamento de Química da FFCLRP/USP – Fapesp n. 04/09320-9). A técnica consiste basicamente na detecção da radiação emitida por cada elemento devido à irradiação da amostra com o feixe de elétrons. Cada átomo possui níveis de energia com valores específicos, o que permite identificá-los. Com o auxílio de pinças de aço inox, um espécime de cada grupo foi fraturado no sentido transversal, com posterior recobrimento com uma camada condutora de carbono. Sequencialmente, realizou-se a microanálise elementar por EDS (voltagem: 20 kV) (MOCKDECI et al., 2017). A análise foi realizada tanto na superfície da dentina, quando em secção transversal, a fim de obter dados do interior dos túbulos dentinários.

4.4 Avaliação da obliteração dos túbulos dentinários – diâmetro visível dos túbulos e profundidade de penetração

Os mesmos espécimes utilizados no EDS foram armazenados em dessecador e posteriormente recobertos com uma camada condutora de ouro obtida por pulverização catódica e levados ao MEV para avaliar se houve ou não obliteração dos túbulos dentinários (TIRAPELLI et al., 2010). Foram obtidas fotomicrografias com aumentos de 5000 vezes, na superfície da dentina e em secção transversal para visualização dos túbulos, em MEV Zeiss EVO 50 – Zeiss, Cambridge, Reino Unido, do Departamento de Química da FFCLRP/USP. O diâmetro da luz dos túbulos dentinários visíveis em cada imagem foram mensurados, em μm , individualmente. Em seguida, foi obtido um valor médio de diâmetro para cada espécime. Além disso, mensurou-se a profundidade dos depósitos de dentifrício no interior dos túbulos dentinários.

5. Resultados

5. RESULTADOS

5.1 Tamanho hidrodinâmico e potencial ζ das partículas dos dentifrícios

Os dados de distribuição de tamanho e de potencial ζ estão representados na Tabela 1. Todas as amostras apresentaram duas distribuições de tamanho por número de partículas. O diâmetro hidrodinâmico médio das partículas do grupo C foram de $597,5 \pm 154,5$ nm para 93,6% da amostra e 169 ± 38 nm para 6,4%. Para ARG-CaCO₃, os tamanhos hidrodinâmicos médios foram de $458,4 \pm 194,8$ nm (20,9%) e 165 ± 51 nm (79,1%). O dentifrício FSCS apresentou picos de $490,4 \pm 126,8$ nm (78,9%) e $86,4 \pm 17,5$ nm (21,1%). E, por fim, REG apresentou picos de 341 ± 139 nm (30,9%) e $130,3 \pm 43,56$ nm. Nota-se, desta forma, que todos os dentifrícios possuem partículas com 2 distribuições de tamanhos submicrométricos.

O índice de polidispersão (PdI) de partículas para os dentifrícios analisados foram de: C = 0,588; ARG-CaCO₃ = 0,615; FSCS = 0,58; REG = 0,56. Estes valores indicam que as amostras são de polidispersão intermediária. Os valores de referência para o PdI são de 0,08 (monodispersas) a 0,7 (polidispersas) (ISO 13321:1996 e 22412).

Desta forma, a capacidade de interação via carga superficial também foi estudada, por meio da avaliação dos valores de potencial ζ , cujos valores evidenciaram que grupos com carga negativa predominaram na superfície de todas as partículas presentes nos diferentes dentifrícios. Todos os valores apresentaram coeficiente de variação inferior a 10%; ou seja, o teste foi preciso e reprodutível.

Tabela 1- Distribuição de tamanho hidrodinâmico por número (%) e médias de potencial ζ

Dentifrício	Distribuição de Tamanho				Potencial ζ	
	pico 1		pico 2		PdI	(mV)
	d(nm)	número %	d(nm)	número %		
C	$597,5 \pm 154,5$	93,6	$169,0 \pm 38,2$	6,4	0,588	$-39,9 \pm 2,6$
ARG-CaCO ₃	$165,7 \pm 51,41$	79,1	$458,4 \pm 194,8$	20,9	0,615	$-18,3 \pm 0,8$
FSCS	$490,4 \pm 126,8$	78,9	$86,4 \pm 17,5$	21,1	0,58	$-28,0 \pm 2,7$
REG	$130,3 \pm 43,6$	69,1	$341,0 \pm 139,5$	30,9	0,56	$-25,2 \pm 1,1$

5.2 Carga Superficial da dentina

A carga superficial da dentina antes e após os diferentes tempos de tratamento com os dentifrícios dessensibilizantes e o desafio ácido foi determinada por medidas de potencial ζ superficial, em mV, representados pelo Gráfico 1. Para todos os regimes de tratamento, as amostras de dentina mantiveram sua carga negativa com o tempo, com variação média de -23,3 mV a -45,0 mV. Nenhuma alteração significativa foi observada entre os grupos que foram submetidos ao desafio ácido e os que não foram. Os altos valores de desvio padrão são intrínsecos a amostras biológicas.

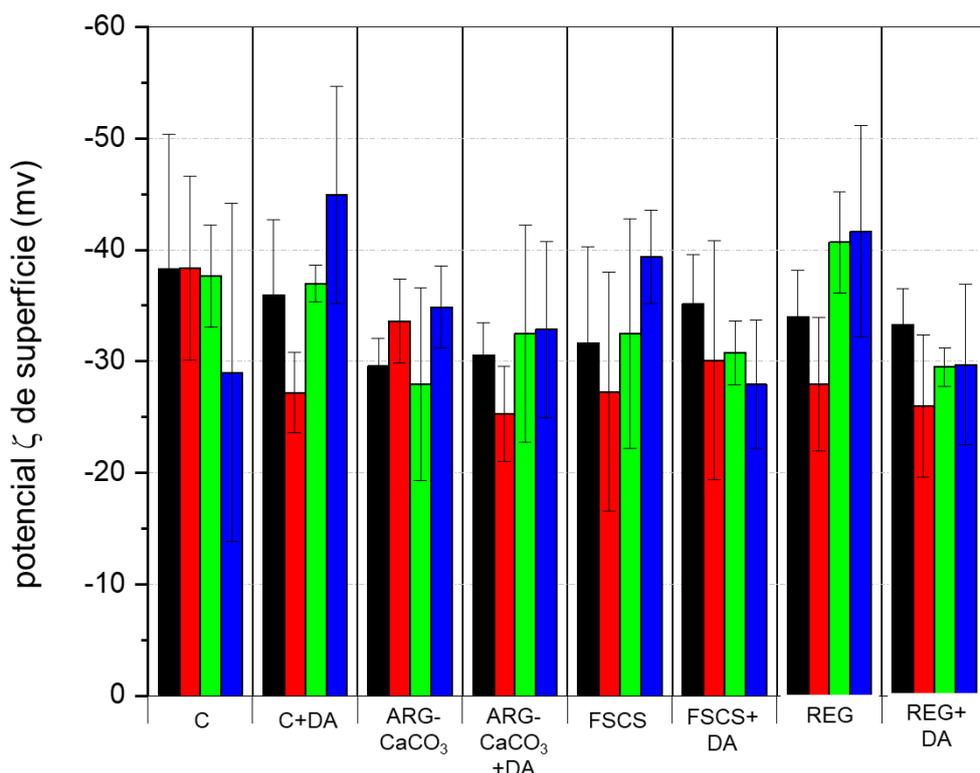


Gráfico 1- Potencial ζ de superfície para cada tratamento em relação ao tempo (barra preta – dentina não tratada; vermelha: 1 dia de tratamento; verde: 7 dias de tratamento; e azul: 21 dias de tratamento).

5.3 Composição química da superfície da dentina – FTIR e EDS

A análise de FTIR-ATR auxiliou a monitorar as mudanças na composição química da superfície da dentina após a escovação, associada ao DA (Figura 11) ou não (Figura 12). Para todos os grupos experimentais, os espectros de FTIR-ATR apresentaram bandas de associadas ao estiramento assimétrico (ν_3) do PO_4^{3-} em $\sim 1060 \text{ cm}^{-1}$ (setas pretas) em todos os tempos de estudo. A banda em 870 cm^{-1} (*) corresponde ao grupo CO_3^{2-} . Estas duas bandas correspondem à composição mineral da dentina. A matriz orgânica, majoritariamente composta por colágeno tipo I, pode ser identificada pelas bandas no comprimento de onda 1650 cm^{-1} (amida I), 1550 cm^{-1} (amida II), e 1250 cm^{-1} (amida III) (ELIADES et al., 2013). Portanto, todos os espectros se comportaram de forma semelhante, com bandas de PO_4 praticamente inalteradas. Isso pode significar que, mesmo após o desafio ácido, a estrutura nativa da dentina é mantida.

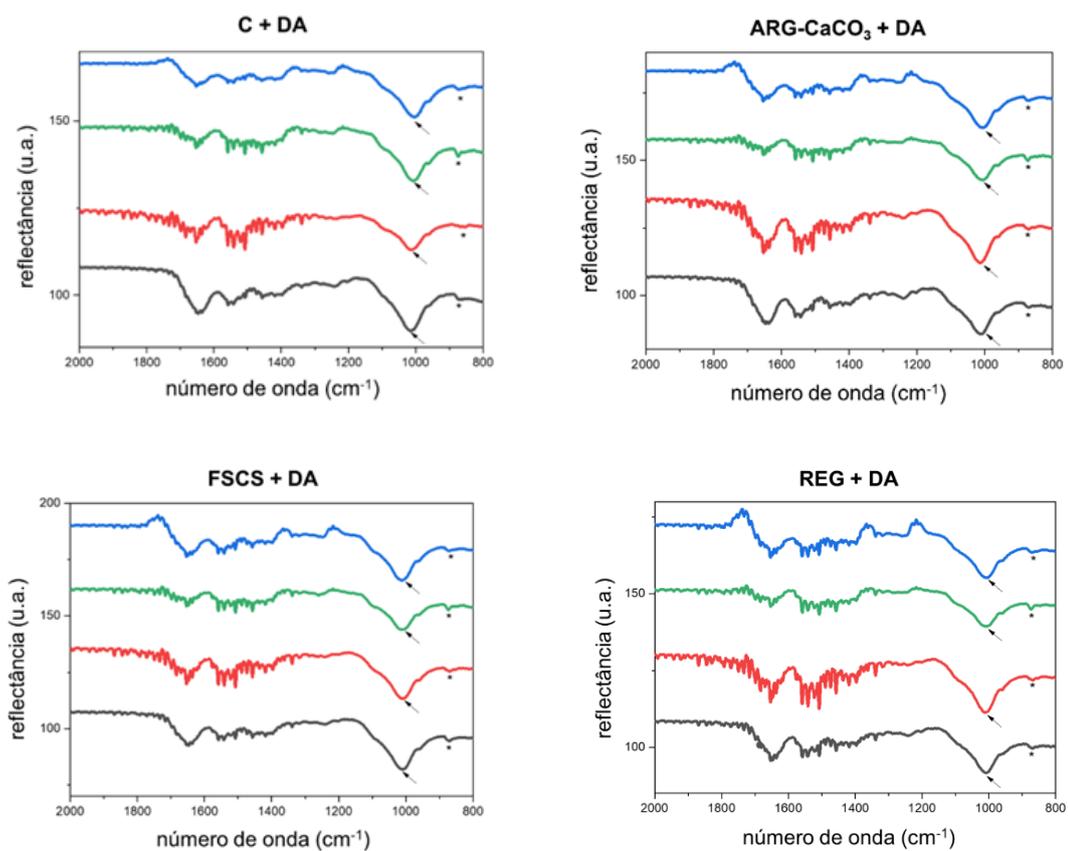


Figura 11- Espectro de ATR-FTIR para os grupos escovados com C+DA, Arg-CaCO₃+DA, FSCS+DA e REG+DA em relação ao tempo (linha preta – dentina não tratada; vermelha: 1 dia de tratamento; verde: 7 dias de tratamento; e azul: 21 dias de tratamento; setas pretas: bandas de PO₄³⁻ e (*): banda de CaCO₃).

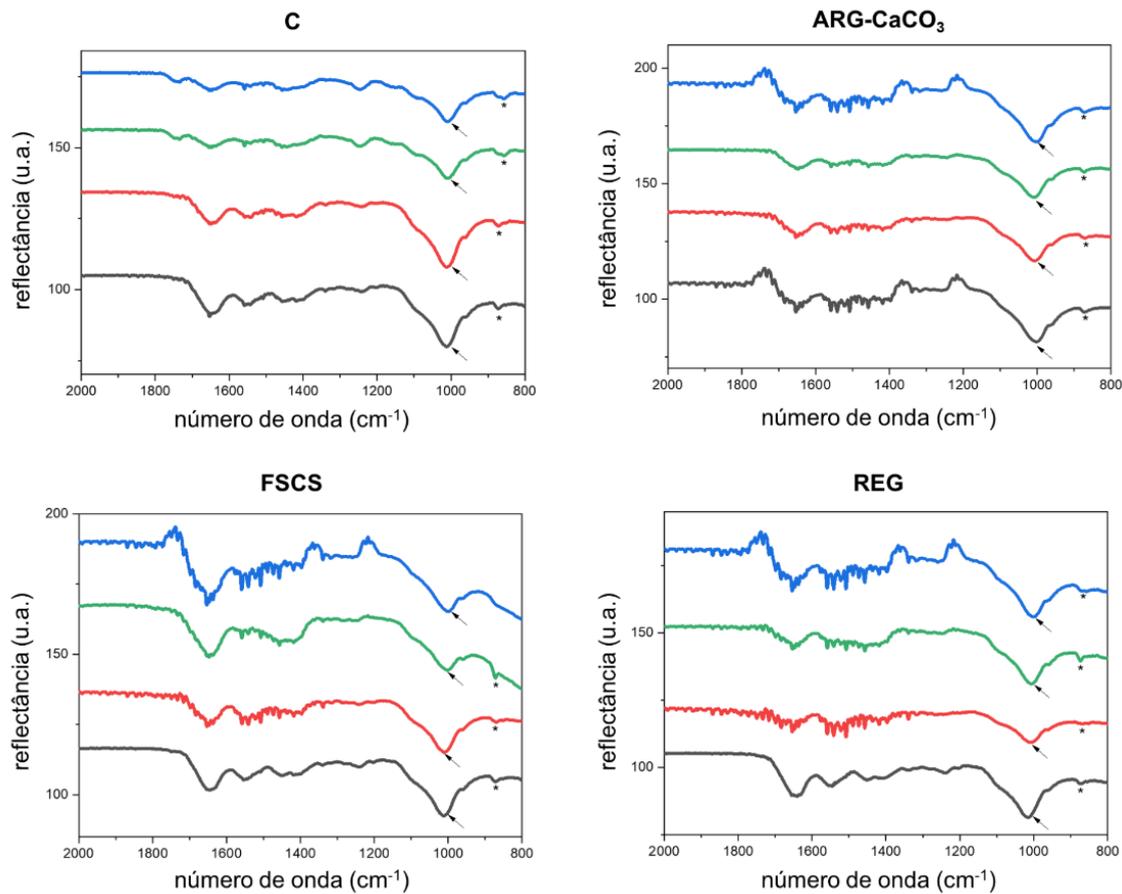


Figura 12- Espectro de ATR-FTIR para os grupos escovados com C, Arg-CaCO₃, FSCS e REG em relação ao tempo (linha preta – dentina não tratada; vermelha: 1 dia de tratamento; verde: 7 dias de tratamento; e azul: 21 dias de tratamento; setas pretas: bandas de PO₄³⁻ e (*): banda de CaCO₃).

A análise EDS-MEV de todas as amostras evidenciou a presença de picos fortes associados ao Ca e P e picos menores relacionados ao Si, alumínio (Al), Mg, Na e O. A razão Ca/P da superfície da dentina para cada condição experimental foi calculada (Tabela 2). O valor de referência da razão Ca/P da hidroxiapatita (Ca₁₀(PO₄)₆OH₂) é de 1,67 (MOHD PU'AD et al., 2019).

Tabela 2- Razão Ca/P para cada condição experimental

Condição experimental	% atômica Ca	% atômica P	Ca/P
Dentina controle	66,28	33,72	1,97
C	61,15	38,85	1,57
C + DA	60,64	39,36	1,54
ARG-CaCO ₃	61,70	38,31	1,61
ARG-CaCO ₃ + DA	61,09	38,91	1,57
FSCS	61,73	38,27	1,61
FSCS + DA	62,30	37,70	1,65
REG	62,24	37,76	1,65
REG + DA	62,37	37,63	1,66

Intervalo de confiança $\pm 10\%$.

5.4 Avaliação da obliteração dos túbulos dentinários

As fotomicrografias da dentina antes e após a escovação foram obtidas por MEV em vista superficial e em secção transversal, com aumento de 5000x. Além de uma superfície de dentina intertubular lisa (Figura 13a), a amostra de dentina controle (Figuras 13a e 13b) apresentou túbulos dentinários desobstruídos. Transversalmente, foi possível observar túbulos desobstruídos em todo o seu comprimento visível (Figura 13b). O valor médio do diâmetro visível do túbulo foi $3,44 + 0,57 \mu\text{m}$ (Tabela 3). Não havia depósitos dentro dos túbulos dentinários.

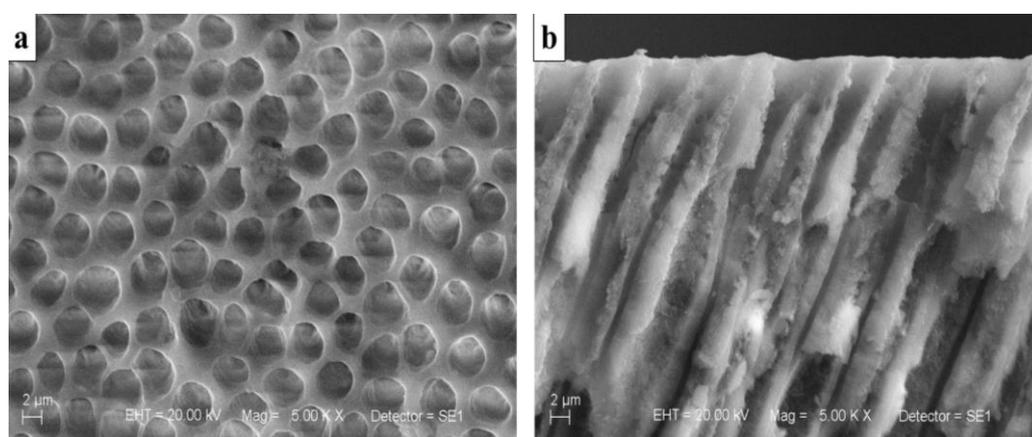


Figura 13- Fotomicrografia superficial (a) e secção transversal (b) da dentina controle. A barra da escala corresponde a $2 \mu\text{m}$.

Tabela 3- Diâmetro médio (μm) da luz dos túbulos visíveis

Condição experimental	Diâmetro médio (μm)
Dentina controle	$3,44 \pm 0,57$
ARG-CaCO ₃	$1,49 \pm 0,48$
ARG-CaCO ₃ +DA	$1,78 \pm 0,57$
FSCS	$1,00 \pm 0,24$
FSCS+DA	$1,10 \pm 0,28$
REG	$1,21 \pm 0,33$
REG+DA	$1,61 \pm 0,40$
C	$1,55 \pm 0,50$
C+DA	$1,55 \pm 0,48$

A escovação com todos os dentifrícios resultou na redução do diâmetro do túbulo, em comparação com a dentina controle, evidenciando a deposição de material na superfície que levou à obliteração parcial ou total) (Tabela 4 e Figura 14). A deposição de uma camada espessa na superfície da dentina escovada com FSCS (Figuras 14e,f), resultou na presença de poucos túbulos não obliterados. A morfologia do interior dos túbulos também foi alterada após a escovação, sugerindo a penetração das partículas. Os valores relatados na Tabela 4 demonstram que a capacidade de penetração nos túbulos mudou em função do dentifrício utilizado. Além disso, o desafio ácido não foi suficiente para remover completamente a camada depositada nas superfícies (Figura 15).

Tabela 4 - Profundidade de penetração de depósitos no interior dos túbulos dentinários para cada grupo experimental (μm).

Condição experimental	Profundidade (μm)
ARG-CaCO ₃	13,7
ARG-CaCO ₃ +DA	11,5
FSCS	22,6
FSCS+DA	20,8
REG	25,0
REG+DA	10,0
C	26,2
C+DA	5,26

As imagens relacionadas com os espécimes tratados com C (Figuras 14a,b e 15a,b) mostram que existe deposição de material no interior dos túbulos dentinários para ambos os grupos, com (15a, 15b) e sem desafio ácido (14a, 14b). Percebe-se que existe diferença entre as superfícies de cada grupo, onde o espécime submetido à desafio ácido apresenta uma superfície aparentemente mais rugosa, com a luz dos túbulos mais visíveis. Em corte transversal é possível identificar aglomerados no interior de alguns túbulos (setas amarelas).

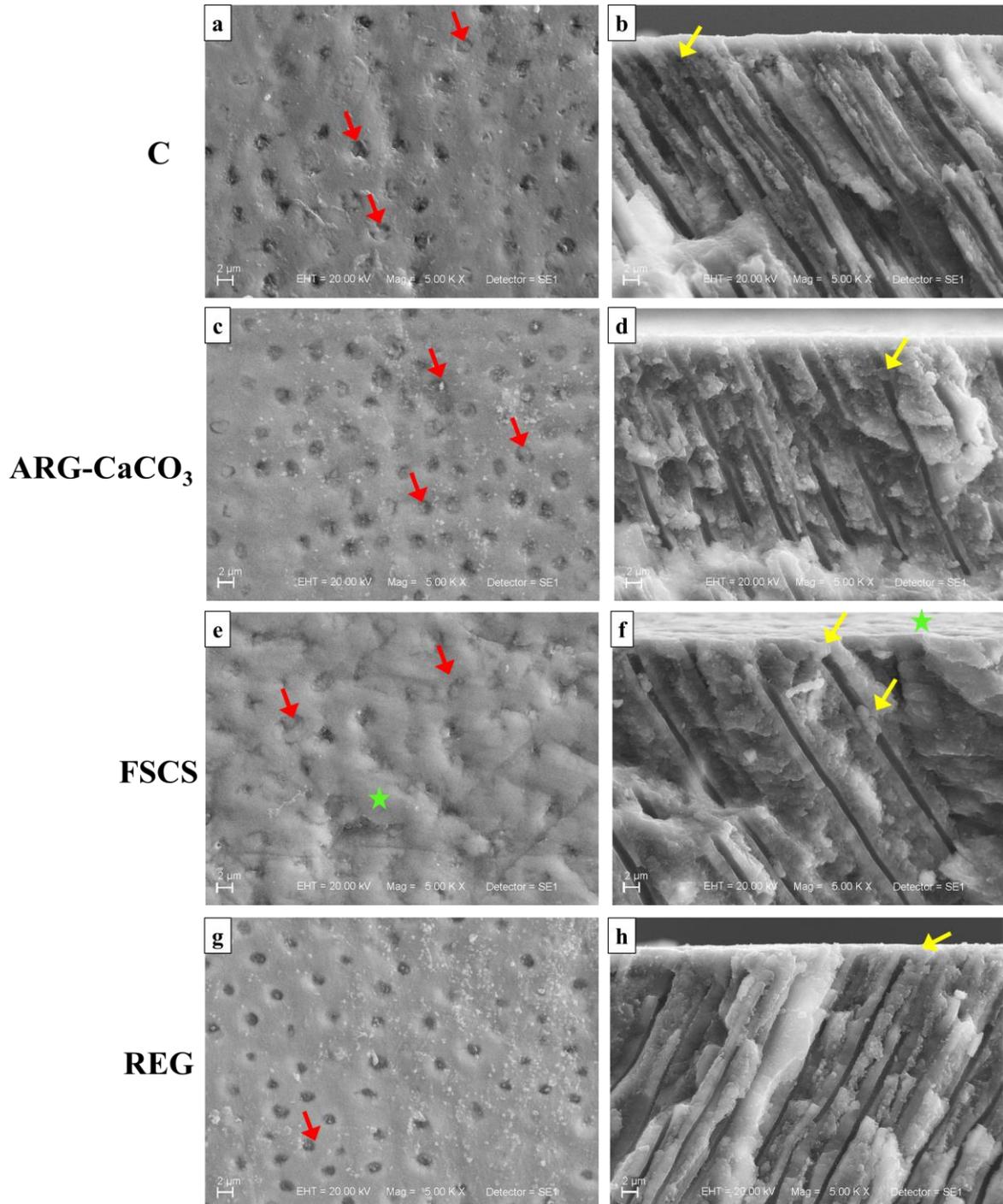


Figura 14 - Fotomicrografias da superfície e da secção transversal de C (a, b), ARG-CaCO₃ (c, d), FSCS (e, f) e REG (g, h). Setas vermelhas indicam obliteração total ou parcial de túbulo dentinário em vista superficial. Estrela indica superfície da dentina alterada. Setas amarelas indicam depósitos no interior dos túbulos dentinários em corte transversal.

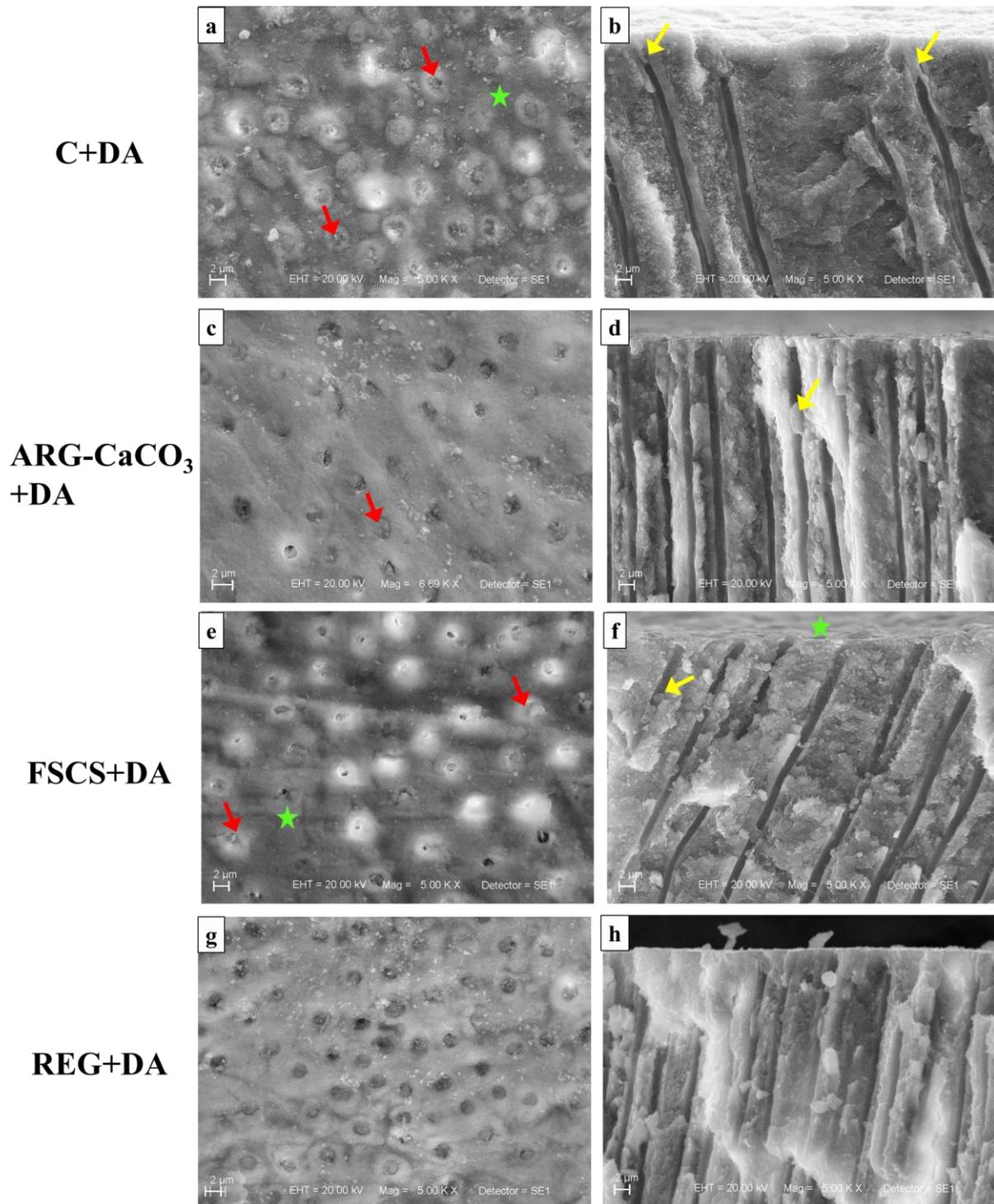


Figura 15- Fotomicrografias da superfície e da secção transversal de C (a, b), ARG-CaCO₃ (c, d), FSCS (e, f) e REG (g, h). Setas vermelhas indicam obliteração total ou parcial de túbulo dentínario em vista superficial. Estrela indica superfície da dentina alterada. Setas amarelas indicam depósitos no interior dos túbulos dentínarios em corte transversal.

De modo superficial, nas Figuras 14c e 15c é possível observar que a escovação com ARG-CaCO₃ não associada ao desafio ácido foi mais eficiente em preencher os túbulos, visto que há mais túbulos livres (triângulo azul) na superfície do espécime que foi submetido ao desafio ácido. Em corte transversal (Figuras 14d e 15d), as setas amarelas indicam

obliterações no interior dos túbulos para os dois grupos, além de um selamento da maior parte da luz dos túbulos dentinários. A quantidade de depósitos superficiais no espécime submetido ao desafio ácido é menor e mais esparsa.

A escovação com dentifrício contendo FSCS promoveu uma camada superficial de depósitos espessa, cobrindo todo o espécime e penetrando nos túbulos dentinários, quando não submetido à desafio ácido (Figura 14 e,f). Em contrapartida, o espécime imerso em refrigerante diariamente não apresentou esta camada superficial espessa, mas ainda assim apresentou túbulos preenchidos (Figura 15 e,f).

A escovação com REG promoveu, de modo geral, obliteração total ou parcial dos túbulos ao nível da luz (Figuras 14 g,h e 15 g,h). Depósitos em dentina intertubular são observados em ambas as condições experimentais, porém há maior irregularidade superficial no espécime que sofreu desafio ácido.

6. Discussão

6. DISCUSSÃO

O uso diário de dentifrícios dessensibilizantes é o método mais comum de tratamento para a hipersensibilidade dentinária. Possui baixo custo, comparado à tratamentos em consultório, é de ação rápida e já se provou eficaz no alívio da sintomatologia dolorosa (ARANTES et al., 2019; WEST; SEONG; DAVIES, 2015). Os dentifrícios dessensibilizantes atuam por dois mecanismos: redução da despolarização neural ou pela obliteração dos túbulos dentinários. A literatura indica que os dentifrícios que atuam por obliteração dos túbulos dentinários são mais eficazes no tratamento da hipersensibilidade do que os dentifrícios de ação neural, como o KNO_3 (ELIAS BONETA et al., 2013; SATYAPAL et al., 2014).

Durante a escovação, estes dentifrícios devem remover lama dentinária e, então, obliterar os túbulos dentinários por meio do depósito de partículas na superfície e no seu interior. Por esta razão, o diâmetro destas partículas deve ser menor que a luz dos túbulos dentinários. A dentina sensível possui túbulos com diâmetros maiores ($\sim 0,8 \mu\text{m}$) quando comparados à dentina saudável ($\sim 0,4 \mu\text{m}$), além de estarem em maior número, o que acarreta um maior fluxo de fluidos no interior dos túbulos dentinários e, conseqüentemente, em dor (MANTZOURANI; SHARMA, 2013). Determinar o tamanho das partículas contidas nos dentifrícios é de extrema importância para avaliar sua capacidade de penetração nos túbulos dentinários. No entanto, na literatura foi identificado somente um trabalho (MOCKDECI et al., 2017) que avaliou o tamanho hidrodinâmico das partículas de dentifrícios dessensibilizantes. Os resultados deste estudo demonstram que todos os dentifrícios possuem partículas com 2 distribuições de tamanhos sub-micrométricos. Para o dentifrício FSCS os valores médios de tamanho hidrodinâmico de partículas ($509,00 \pm 75,19 \text{ nm}$) corroboram com os achados deste estudo ($490,4 \pm 126,8 \text{ nm}$ para 78,9% da amostra). Para ARG+ CaCO_3 , os seus resultados ($407,00 \pm 31,48 \text{ nm}$) diferiram da maior parte (79.1%) da suspensão avaliada no presente estudo ($165 \pm 51.41 \text{ nm}$). Ainda assim, ambos estudos apresentaram partículas de tamanho submicrométrico. Portanto, pode-se dizer que, com relação à propriedade física tamanho, todas as amostras são comparáveis entre si. Isto significa que todas são igualmente capazes de penetrar nos túbulos dentinários. Assim, qualquer dificuldade que possa existir na penetração das partículas no interior dos túbulos não está relacionada com o tamanho hidrodinâmico das partículas, mas sim à sua natureza físico-química, como por exemplo a composição e a carga elétrica superficial das partículas dos dentifrícios.

Desta forma, a capacidade de interação via carga superficial também foi estudada. Esta capacidade é avaliada por medidas de potencial ζ , que também podem ser utilizadas para

inferir sobre a estabilidade coloidal das dispersões. Colóides com valores de potencial ζ de ± 30 mV são classificados como altamente estáveis. Os intervalos entre $\pm 10 - 20$ mV e $\pm 20 - 30$ mV são classificados como relativamente estável e moderadamente estável, respectivamente (BHATTACHARJEE, 2016). Um colóide altamente estável possui menor tendência de agregação das partículas (ADAIR et al., 2005) e menor adesão às superfícies de mesma carga, o que reduz a sua capacidade de interação, o oposto do que se deseja das partículas que compõem os dentifrícios. A liberação de elementos da sua matriz para que se depositem no interior dos túbulos da dentina é dependente de sua adsorção na superfície dentinária (MOCKDECI et al., 2017). O dentifrício controle apresentou-se maior ζ ($-39,9 \pm 2,63$ mV), sendo, portanto, menos favorável para o contato e modificação da composição da dentina. Seguido do FSCS ($-28,0 \pm 2,72$ mV), REG ($-25,2 \pm 1,11$ mV) e ARG-CaCO₃ ($-18,3 \pm 0,79$ mV), sendo este último o mais favorável ao contato superficial. No estudo de Mockdeci (MOCKDECI et al., 2017) os valores de potencial ζ para ARG-CaCO₃ e FSCS foram de $-37,76 \pm 2,66$ mV e $36,87 \pm 5,24$ mV, respectivamente. Não foram encontrados na literatura consultada, estudos que avaliem o tamanho hidrodinâmico e a estabilidade coloidal dos dentifrícios C e REG. Visto que não foram identificadas diferenças entre os dentifrícios estudados com relação às propriedades tamanho hidrodinâmico e estabilidade coloidal, as primeiras hipóteses nulas deste estudo foram aceitas.

Para avaliar o efeito dos dentifrícios nas propriedades de superfície da dentina, espécimes humanos foram submetidos à escovação com carga de 200 g. O potencial de abrasão da superfície dentária em decorrência da fricção provocada pela escovação ainda é discutível, visto que diversos fatores contribuem para potencializar ou amenizar o desgaste, sendo os principais a técnica de escovação (quando inadequada pode gerar força excessiva), o tipo de escova de dentes, o dentifrício, a duração e a intensidade da escovação (GRIPPO; SIMRING; COLEMAN, 2012). Neste estudo, foram padronizadas a força de escovação (200 g), a técnica (horizontal), a escova de dentes (cerdas macias) e a duração da escovação (~10 s).

Partículas abrasivas são acrescentadas à composição dos dentifrícios com o objetivo de auxiliar a remover lama dentinária, manchas, biofilme e depósitos da superfície do dente. Em uso normal, a escovação com o uso de dentifrício resulta em abrasão da dentina expondo sua matriz orgânica, porém, a extensão desta abrasão não possui significância clínica (ADDY, 2005; GANSS et al., 2007). O estudo de LOPES et al., 2021 também afirma que a quantidade de tecido dental perdido no processo de escovação não tem relação significativa com o nível de abrasividade dos dentifrícios. De acordo com ARNOLD et al. (2016) o processo de

abrasão resultante da escovação com dentifrícios pode remover até 61.98 μm da superfície da dentina, podendo, portanto, prejudicar a ação de obliteração dos túbulos dentinários, visto que um alto valor de abrasividade relativa da dentina (RDA) resultaria em grande quantidade de dentina abrasionada e reduziria o efeito dessensibilizante. Os dentifrícios estudados neste trabalho possuem abrasividade moderada, sendo $83,74 \pm 2,66$ para ARG- CaCO_3 , $109,65 \pm 3,90$ para FSCS, $124,58 \pm 5,16$ para REG (LOPES et al., 2021) e 70 para C (DA ROSA et al., 2016).

A biocorrosão dos tecidos duros do dente é considerada fator etiológico e agravante da hipersensibilidade dentinária causando dissolução química da estrutura dental (BAKRI et al., 2017; O'TOOLE et al., 2017; O'TOOLE; BARTLETT, 2017), este fator foi levado em consideração neste estudo a fim de identificar interferência na ação dos dentifrícios sobre a dentina, ao submeter os espécimes após a escovação em bebida com alto teor de acidez. Refrigerantes são amplamente consumidos no mundo, com aumento significativo nas últimas décadas (TAHMASSEBI; BANIHANI, 2020) e seu efeito corrosivo sobre a superfície dental é comprovado por diversos estudos (BASHA et al., 2020; LUSSI et al., 2012; SAADS CARVALHO; LUSSI, 2020). A corrosão causada em decorrência do consumo excessivo de refrigerantes está relacionada à sua composição, podendo possuir ácidos fosfórico, cítrico, ascórbico, láctico e/ou maleico, além do ácido carbônico (TAHMASSEBI et al., 2006). Como exemplo, a Coca-Cola® possui em sua composição o ácido fosfórico, responsável pelo sabor, e ácido carbônico para conferir sua característica gaseificada, seu pH é de 2,45 (LUSSI et al., 2012).

O potencial ζ de superfície da dentina foi mensurado com o objetivo de identificar se os diferentes regimes de tratamento propostos alterariam sua carga elétrica superficial, seja por desgaste ou deposição das partículas provenientes dos dentifrícios, o que provocaria alteração na sua composição química superficial. Não foram identificados estudos que avaliem esta propriedade. Entretanto, todos os tratamentos, sejam associados ou não ao desafio ácido diário, manteve a carga superficial da dentina negativa, em todos os tempos experimentais (-25,3 mV to -45,0 mV). Isto significa que a terceira hipótese nula deste estudo foi aceita.

A composição química da dentina foi avaliada por meio da identificação dos grupos químicos utilizando-se FTIR-ATR. Picos relacionados aos grupos de fosfato ($\sim 1060 \text{ cm}^{-1}$), carbonato (870 cm^{-1}) e matriz orgânica ($1650 - 1250 \text{ cm}^{-1}$) foram observados em todos os grupos experimentais. Isto significa que a dentina manteve a sua estrutura química nativa, mesmo quando submetida à desafios ácidos. Um estudo avaliou o efeito dos dentifrícios com

ARG-CaCO₃ e FSCS na dentina desmineralizada (ELIADES et al., 2013). Os autores observaram que após a aplicação do dentifrício com FSCS houve um pequeno aumento na intensidade da banda relacionada a fosfato, reduzindo novamente após o desafio ácido. A aplicação do dentifrício com ARG-CaCO₃ não apresentou diferença significativa antes e após submissão à desafio ácido. Não é possível comparar este com o presente estudo devido à diferença de método de aplicação do produto (imersão em *slurry* versus escovação, respectivamente) e à duração do tratamento (12 aplicações versus 42 aplicações aos 21 dias de tratamento, respectivamente). Ainda assim, ambos os estudos não provocaram alterações significativas na superfície da dentina após a escovação com dentifrícios de ação dessensibilizante, associada ou não com desafio ácido.

Em concordância com os resultados obtidos na análise de FTIR-ATR, a avaliação química elementar por MEV-EDS, após 21 dias de tratamento, apresentou resultados semelhantes entre todos os regimes experimentais, aceitando a quarta hipótese nula deste estudo. Os elementos químicos identificados em maior quantidade foram: Ca, P, Si, Al, Mg, Na e O. Segundo o estudo de Eliades et al. (2013), após 12 aplicações de ARG-CaCO₃ ocorreu aumento na quantidade de Ca na dentina e, após aplicações de FSCS, houve aumento de Si. Os autores atribuem estes aumentos à adsorção das partículas ou precipitação destes elementos presentes nos dentifrícios sobre a dentina.

As imagens obtidas por MEV ilustram a deposição de partículas sobre a superfície da dentina e no interior dos túbulos dentinários, rejeitando a última hipótese deste estudo. O espécime de dentina não tratada apresenta túbulos amplos e abertos, dentina intertubular regular e, em vista transversal, túbulos sem obstruções. O tratamento com dentifrício controle resulta em deposição de partículas na superfície e no interior dos túbulos, além de uma superfície com mais irregularidades quando associado ao desafio ácido. Visto que o objetivo terapêutico deste dentifrício não está relacionado à obliteração dos túbulos para tratar hipersensibilidade dentinária, é possível que o procedimento de escovação resultou em formação de lama dentinária e deposição de partículas abrasivas (Si) no interior dos túbulos (ARNOLD et al., 2016). O tratamento com ARG-CaCO₃ associado ao desafio ácido resultou em obliteração tubular menos efetiva, quando comparado ao tratamento sem desafio ácido. Isto pode significar que o dentifrício com ARG-CaCO₃ é mais suscetível à degradação em ambientes de maior acidez, como também já foi observado em outros estudos na literatura (OLLEY et al., 2012; SEONG et al., 2013).

A espessa camada de depósitos na superfície da dentina após escovação com FSCS observada aqui é similar aos achados de Jones et al. (2015) e Mockdeci et al. (2017). Em

nosso estudo, essa camada foi parcialmente removida após desafio ácido, porém os túbulos dentinários permaneceram parcialmente obliterados. A possível explicação para isto pode estar relacionada com o mecanismo de ação deste dentifrício (HENCH; ANDERSSON, 1993), no qual o processo de troca iônica da incorporação de ânions de carbonato, seguido da cristalização em hidroxiapatita carbonatada, promove o aumento do pH interfacial ($>7,4$), cessando o processo de desmineralização do substrato. Inicialmente, o FSCS é depositado na forma de partículas individuais e, com o tempo, a sua degradação resulta em uma superfície mais homogênea e permite a sua penetração no interior dos túbulos dentinários (ARAÚJO et al., 2008; GJORGIEVSKA et al., 2013). Porém, em meio ácido pode ocorrer a aceleração desta degradação química, provendo efeito tampão e aumentando a concentração local de Ca^{2+} e PO_4^{3-} (JONES et al., 2015). Uma segunda explicação pode estar relacionada com a afinidade do FSCS ao colágeno. A desmineralização da dentina em meio ácido promove uma maior exposição das suas fibras colágenas, então, o FSCS é capaz de adsorver ao colágeno, abrindo espaços para a formação de mais sítios de nucleação para a reprecipitação do FSCS (JONES et al., 2015).

O dentifrício Regenerate (REG) é originalmente indicado para o tratamento da erosão do esmalte dental, devido à capacidade de promover a sua remineralização através do fornecimento adicional de cálcio e fosfato e nucleação de hidroxiapatita (SUN et al., 2014). Contudo, pudemos observar que a escovação com REG, com ou sem desafio ácido, resultou em obliteração dos túbulos dentinários, de forma superficial. Um estudo recente (JOÃO-SOUZA et al., 2019), na permeabilidade da dentina após 5 dias de ciclos erosivos-abrasivos com REG resultou em diminuição da permeabilidade da dentina, ou seja, em diminuição da passagem de substância ou fluidos no interior dos túbulos, mesmo quando comparados a dentifrícios indicados para a dessensibilização da dentina, como ARG- CaCO_3 e FSCS. Portanto, ao associarmos este efeito de redução da permeabilidade dentinária com a capacidade de obliteração dos túbulos dentinários por este dentifrício, podemos dizer que este dentifrício anti-erosivos também pode ser eficaz no tratamento da hipersensibilidade dentinária.

É importante ressaltar que o tratamento com dentifrícios para a hipersensibilidade dentinária deve ser corretamente indicado pelo cirurgião-dentista e que estes produtos são eficazes no alívio da sintomatologia dolorosa, auxiliam a manter e dão suporte ao tratamento individualizado no consultório odontológico, visto que não são capazes de tratar a causa da exposição da dentina ao meio externo (GRIPPO, SOARES; 2017).

A relação entre estruturas dentais, dentifrícios, escovação e ingestão alimentar é complexa e envolve muitos fatores biológicos, químicos, físicos e mecânicos que tornam difícil investigá-los simultaneamente, especialmente *in vitro*. Entretanto, compreender os mecanismos de ação dos dentifrícios obliteradores dos túbulos e como eles interagem química e fisicamente com a dentina, abre caminho para o aprimoramento da formulação de dentifrícios com melhores indicações clínicas, aplicação e eficácia.

7. Conclusões

7. CONCLUSÕES

Ao explorar as mudanças físicas e químicas na superfície da dentina antes e depois da escovação com pastas de dente contendo diferentes ingredientes ativos e correlacionar os resultados com a carga e o tamanho das partículas, podemos concluir:

1. O tamanho hidrodinâmico dos dentifrícios ARG-CaCO₃, FSCS e REG favorece a penetração das partículas nos túbulos dentinários;
2. A estabilidade coloidal (potencial ζ das partículas) de todos os dentifrícios estudados é moderadamente estável e favorece a deposição das partículas na dentina;
3. Todos os tratamentos, associados ou não ao desafio ácido, mantiveram a carga negativa da superfície dentinária ao longo do tempo estabelecido;
4. A dentina mantém sua composição química nativa em todas as condições de tratamento;
5. Todos os dentifrícios foram capazes de ocluir parcialmente os túbulos dentinários após 21 dias de tratamento. O dentifrício FSCS resistiu melhor ao desafio ácido e manteve os túbulos parcialmente ocluídos.

Portanto, partículas de tamanho manométrico e carga levemente negativa são importantes para promover a deposição de partículas dos dentifrícios e sua penetração no interior dos túbulos. As camadas de dentifrícios depositadas não foram capazes de alterar a composição química da dentina e podem atuar como uma camada protetora contra meios ácidos que favorecem a biocorrosão.

Relevância do trabalho: Este trabalho provocou novas perguntas que precisam ser respondidas, principalmente com relação à composição e à interação físico-química dos dentifrícios com a dentina, visto que muitas variáveis físicas, químicas e biológicas estão envolvidas durante a higiene bucal. Compreender como os dentifrícios dessensibilizantes interagem a nível molecular com a superfície dentinária poderá auxiliar no desenvolvimento de novos materiais.

Referências

REFERÊNCIAS

ABBASI, Z. et al. Bioactive Glasses in Dentistry: A Review. **Journal of Glasses in Dentistry: A Review**, v. 2, n. 1, p. 1–9, 2015.

ABSI, E. G.; ADDY, M.; ADAMS, D. Dentine hypersensitivity: uptake of toothpastes onto dentine and effects of brushing, washing and dietary acid –SEM in vitro study. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 22, n. 3, p. 175–182, 1995.

ADAIR, J. H. et al. **Colloidal Lessons Learned for Dispersion of Nanosize Particulate Suspensions**. [s.l: s.n.].

ADDY, M. Tooth brushing, tooth wear and dentine hypersensitivity - Are they associated? **International Dental Journal**, v. 55, n. 4 SUPPL. 1, p. 261–267, 2005.

ADDY, M.; HUNTER, M. L. Can tooth brushing damage your health? Effects on oral and dental tissues. **International dental journal**, v. 53 Suppl 3, p. 177–86, 2003.

AMAECHE, B. T.; HIGHAM, S. M.; EDGAR, W. M. Factors influencing the development of dental erosion in vitro: enamel type, temperature and exposure time. **Journal of oral rehabilitation**, v. 26, n. 8, p. 624–30, ago. 1999.

ARANA-CHAVEZ, V. E.; MASSA, L. F. Odontoblasts: The cells forming and maintaining dentine. **International Journal of Biochemistry and Cell Biology**, v. 36, n. 8, p. 1367–1373, 2004.

ARANTES, D. C. et al. Comparison of Clinical Efficacy of Pro-Argin and NovaMin Toothpastes in Relieving Dentin Hypersensitivity: A Systematic Review and Meta-analysis. **Oral health & preventive dentistry**, v. 17, n. 5, p. 403–412, 2019.

ARAÚJO, J. C. DE et al. Análise estrutural de uma hidroxiapatita carbonatada pelo método de Rietveld aplicando funções de perfil diferentes. **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 61, n. 4, p. 479–484, 2008.

ARAUJO, E. A. et al. Colloidal Aspects of Bacterial Adhesion. **Quimica Nova**, v. 33, n. 9, p. 1940–1948, 2010.

ARNOLD, W. H. et al. Dentin abrasivity of various desensitizing toothpastes. **Head & Face Medicine**, v. 12, n. 1, p. 16, 2016.

ARNOLD, W. H.; PRANGE, M.; NAUMOVA, E. A. Effectiveness of various toothpastes on dentine tubule occlusion. **Journal of Dentistry**, p. 1–10, 2015.

AYAD, F. et al. Comparing the efficacy in reducing dentin hypersensitivity of a new toothpaste containing 8.0% arginine, calcium carbonate, and 1450 ppm fluoride to a commercial sensitive toothpaste containing 2% potassium ion: an eight-week clinical study on Canadian adults. **The Journal of clinical dentistry**, v. 20, n. 1, p. 10–6, 2009.

AYKUT-YETKINER, A.; ATTIN, T.; WIEGAND, A. Prevention of dentine erosion by brushing with anti-erosive toothpastes. **Journal of Dentistry**, v. 42, n. 7, p. 856–861, 2014.

BAE, J. H.; KIM, Y. K.; MYUNG, S. K. Desensitizing toothpaste versus placebo for dentin hypersensitivity: A systematic review and meta-analysis. **Journal of Clinical Periodontology**, v. 42, n. 2, p. 131–141, 2015.

BAKRI, M. M. et al. Dentinal tubules occluded by bioactive glass-containing toothpaste exhibit high resistance toward acidic soft drink challenge. **Australian Dental Journal**, v. 62, n. 2, p. 186–191, 2017.

BASHA, S. et al. Association between soft drink consumption, gastric reflux, dental erosion, and obesity among special care children. **Special Care in Dentistry**, v. 40, n. 1, p. 97–105, 9 jan. 2020.

BHATTACHARJEE, S. DLS and zeta potential - What they are and what they are not? **Journal of Controlled Release**, v. 235, p. 337–351, 2016.

BRANNSTROM, M. The hydrodynamic theory of dentinal pain: sensation in preparations, caries, and the dentinal crack syndrome. **Journal of endodontics**, v. 12, n. 10, p. 453–7, 1 out. 1986.

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, 20 fev. 2012.

COSTA, R. S. A. et al. Prevalence and risk indicators of dentin hypersensitivity in adult and elderly populations from Porto Alegre, Brazil. **Journal of periodontology**, v. 85, n. 9, p. 1247–58, 2014.

CUMMINS, D. Dentin hypersensitivity: from diagnosis to a breakthrough therapy for everyday sensitivity relief. **The Journal of clinical dentistry**, v. 20, n. 1, p. 1–9, 2009.

DA ROSA, G. M. et al. Effect of whitening dentifrices on the surface roughness of a nanohybrid composite resin. **European Journal of Dentistry**, v. 10, n. 2, p. 170–175, 2016.

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.

DOCIMO, R. et al. Comparing the efficacy in reducing dentin hypersensitivity of a new toothpaste containing 8.0% arginine, calcium carbonate, and 1450 ppm fluoride to a benchmark commercial desensitizing toothpaste containing 2% potassium ion: an eight-week clinical study in Rome, Italy. **The Journal of clinical dentistry**, v. 20, n. 4, p. 137–43, 2009.

DORVEE, J. R. et al. Peritubular dentin, a highly mineralized, non-collagenous, component of dentin: isolation and capture by laser microdissection. **Connective Tissue Research**, v. 55, n. sup1, p. 9–14, 2014.

ELIADES, G. et al. Interactions of dentine desensitisers with human dentine: Morphology and composition. **Journal of Dentistry**, v. 41, n. SUPPL. 4, p. S28–S39, 2013.

ELIAS BONETA, A. R. et al. Efficacy in reducing dentine hypersensitivity of a regimen using a toothpaste containing 8% arginine and calcium carbonate, a mouthwash containing 0.8% arginine, pyrophosphate and PVM/MA copolymer and a toothbrush compared to potassium and negative contro. **Journal of Dentistry**, v. 41, n. SUPPL. 1, p. S42–S49, 2013.

- FAVARO ZEOLA, L.; SOARES, P. V.; CUNHA-CRUZ, J. Prevalence of dentin hypersensitivity: Systematic review and meta-analysis. **Journal of Dentistry**, v. 81, n. October 2018, p. 1–6, 2019.
- FERNANDES, H. P.; CESAR, C. L.; BARJAS-CASTRO, M. D. L. Electrical properties of the red blood cell membrane and immunohematological investigation. **Revista Brasileira de Hematologia e Hemoterapia**, v. 33, n. 4, p. 297–301, 2011.
- FERNANDO, D. et al. Bioactive glass for dentin remineralization: A systematic review. **Materials Science and Engineering C**, v. 76, p. 1369–1377, 2017.
- GANSS, C. et al. Effects of toothbrushing on eroded dentine. **European Journal of Oral Sciences**, v. 115, n. 5, p. 390–396, 2007.
- GILLAM, D. G. et al. Dentine hypersensitivity in subjects recruited for clinical trials: Clinical evaluation, prevalence and intra-oral distribution. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 29, n. 3, p. 226–231, 2002.
- GJORGIEVSKA, E. S. et al. Remineralization of demineralized enamel by toothpastes: a scanning electron microscopy, energy dispersive x-ray analysis, and three-dimensional stereomicrographic study. **Microsc Microanal**, v. 19, n. 3, p. 587–595, 2013.
- GLATTER, O. Dynamic Light Scattering (DLS). In: **Scattering Methods and their Application in Colloid and Interface Science**. [s.l.] Elsevier, 2018. p. 223–263.
- GRIPPO, J. O.; SIMRING, M.; COLEMAN, T. A. Abfraction, abrasion, biocorrosion, and the enigma of noncarious cervical lesions: A 20-year perspective. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 24, n. 1, p. 10–23, 2012.
- GRÜNBERG, C. et al. Effectiveness of dentifrices with new formulations for the treatment of dentin hypersensitivity - A meta-analysis. **American journal of dentistry**, v. 30, n. 4, p. 221–226, ago. 2017.
- HANEET, R. K.; VANDANA, L. K. Prevalence of dentinal hypersensitivity and study of associated factors: A cross-sectional study based on the general dental population of Davangere, Karnataka, India. **International Dental Journal**, v. 66, n. 1, p. 49–57, 2016.
- HENCH, L. L. Chronology of Bioactive Glass Development and Clinical Applications. **New Journal of Glass and Ceramics**, v. 03, n. 02, p. 67–73, 30 abr. 2013.
- HENCH, L. L.; ANDERSSON, Ö. BIOACTIVE GLASSES. In: **An Introduction to Bioceramics**. [s.l.] WORLD SCIENTIFIC, 1993. p. 41–62.
- JOÃO-SOUZA, S. H. et al. Influence of desensitizing and anti-erosive toothpastes on dentine permeability: An in vitro study. **Journal of Dentistry**, v. 89, p. 103176, 1 out. 2019.
- JONES, J. R. Review of bioactive glass: From Hench to hybrids. **Acta Biomaterialia**, v. 9, n. 1, p. 4457–4486, jan. 2013.
- JONES, S. B. et al. A randomised clinical trial investigating calcium sodium phosphosilicate as a dentine mineralising agent in the oral environment. **Journal of Dentistry**, v. 43, n. 6, p. 757–764, 2015.

KINNEY, J. H.; MARSHALL, S. J.; MARSHALL, G. W. **The mechanical properties of human dentin: A critical review and re-evaluation of the dental literature** *Critical Reviews in Oral Biology and Medicine*, 2003.

KLASSMANN, L. M. **ANÁLISE BIOQUÍMICA DA COMPOSIÇÃO INORGÂNICA DA DENTINA EM DENTES PERMANENTES**. [s.l.] UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL FACULDADE, 2010.

KLEINBERG, I. SensiStat. A new saliva-based composition for simple and effective treatment of dentinal sensitivity pain. **Dentistry today**, v. 21, n. 12, p. 42–47, 2002.

KULAL, R. et al. An in-vitro comparison of nano hydroxyapatite, novamin and proargin desensitizing toothpastes -A SEM study. **Journal of Clinical and Diagnostic Research**, v. 10, n. 10, p. ZC51–ZC54, 2016.

LEGEROS, R. Z.; LEGEROS, J. P. DENSE HYDROXYAPATITE. In: **An Introduction to Bioceramics**. [s.l.] WORLD SCIENTIFIC, 1993. p. 139–180.

LEPRI, C. P.; PALMA-DIBB, R. G. Surface roughness and color change of a composite: Influence of beverages and brushing. **Dental Materials Journal**, v. 31, n. 4, p. 689–696, 2012.

LIU, X. X. et al. Pathogenesis, diagnosis and management of dentin hypersensitivity: An evidence-based overview for dental practitioners. **BMC Oral Health**, v. 20, n. 1, p. 1–10, 2020.

LOPES, R. M. et al. In situ evaluation of desensitizing toothpastes for protecting against erosive tooth wear and its characterization. **Clinical Oral Investigations**, 2021.

LUSSI, A. et al. Analysis of the erosive effect of different dietary substances and medications. **British Journal of Nutrition**, v. 107, n. 2, p. 252–262, 28 jan. 2012.

LUSSI, A.; SCHAFFNER, M. Progression of and Risk Factors for Dental Erosion and Wedge-Shaped Defects over a 6-Year Period. **Caries Research**, v. 34, n. 2, p. 182–187, 2000.

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

MARSHALL, G. W. J. et al. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **Journal of Dentistry**, v. 25, n. 6, p. 441–458, 1997.

MCKNIGHT-HANES, C.; WHITFORD, G. M. Fluoride release from three glass ionomer materials and the effects of varnishing with or without finishing. **Caries research**, v. 26, n. 5, p. 345–50, 1992.

MOCKDECI, H. et al. Evaluation of ex vivo effectiveness of commercial desensitizing dentifrices. **Journal of Clinical and Experimental Dentistry**, v. 9, n. 4, p. e503–e510, 2017.

MOHD PU'AD, N. A. S. et al. Syntheses of hydroxyapatite from natural sources. **Heliyon**, v. 5, n. 5, p. e01588, maio 2019.

- MULLAN, F. et al. Effects of tooth-brushing force with a desensitising dentifrice on dentine tubule patency and surface roughness. **Journal of Dentistry**, v. 60, p. 50–55, 2017.
- NEUVALD, L.; CONSOLARO, A. Cementoenamel junction: Microscopic analysis and external cervical resorption. **Journal of Endodontics**, v. 26, n. 9, p. 503–508, 2000.
- O'TOOLE, S. et al. Timing of dietary acid intake and erosive tooth wear: A case-control study. **Journal of Dentistry**, v. 56, p. 99–104, 2017.
- O'TOOLE, S.; BARTLETT, D. The relationship between dentine hypersensitivity, dietary acid intake and erosive tooth wear. **Journal of Dentistry**, v. 67, n. September, p. 84–87, 2017.
- 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.
- PETROU, I. et al. A breakthrough therapy for dentin hypersensitivity: how dental products containing 8% arginine and calcium carbonate work to deliver effective relief of sensitive teeth. **Journal of Clinical and Diagnostic Research**, v. 20, n. 1, p. 23–31, 2009.
- POGGIO, C. et al. Preventive effects of different protective agents on dentin erosion: An in vitro investigation. **Journal of Clinical and Experimental Dentistry**, v. 9, n. 1, p. e7–e12, 2017.
- RAMOS, A. P. ESPALHAMENTO DE LUZ DINÂMICO APLICADO À CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS. In: **Técnicas de Nanocaracterização**. 1. ed. Rio de Janeiro: Elsevier Editora Ltda., 2015. p. 113–127.
- SAADS CARVALHO, T.; LUSSI, A. Chapter 9: Acidic beverages and foods associated with dental erosion and erosive tooth wear. **Monographs in Oral Science**, v. 28, p. 91–98, 2020.
- SATYAPAL, T. et al. Comparative evaluation of a dentifrice containing calcium sodium phosphosilicate to a dentifrice containing potassium nitrate for dentinal hypersensitivity: A clinical study. **Journal of Indian Society of Periodontology**, v. 18, n. 5, p. 581, 2014.
- SEHMI, H.; OLLEY, R. C. The effect of toothbrush abrasion force on dentine hypersensitivity in- vitro. **Journal of Dentistry**, v. 43, n. 12, p. 1442–1447, 2015.
- 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.
- SHELLIS, R. P. R.; FEATHERSTONE, J. D. B.; LUSSI, A. Understanding the Chemistry of Dental Erosion. **Monographs in Oral Science**, v. 25, p. 163–179, 2014.
- SOUZA, P. G. et al. The dentin chemical degradation and saliva roles on Noncarious Cervical Lesions - literature review. **Revista Odonto Ciencia**, v. 32, n. 4, p. 199–203, 2017.
- SUN, Y. et al. Mode of action studies on the formation of enamel minerals from a novel toothpaste containing calcium silicate and sodium phosphate salts. **Journal of Dentistry**, v. 42, p. S30–S38, 2014.

TAHMASSEBI, J. F. et al. **Soft drinks and dental health: A review of the current literature***Journal of Dentistry* J Dent, , jan. 2006. Disponível em: <<https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/16157439/>>. Acesso em: 22 fev. 2021

TAHMASSEBI, J. F.; BANIHANI, A. Impact of soft drinks to health and economy: a critical review. **European Archives of Paediatric Dentistry**, v. 21, n. 1, p. 109–117, 1 fev. 2020.

TIRAPELLI, C. et al. A novel bioactive glass-ceramic for treating dentin hypersensitivity. **Brazilian oral research**, v. 24, n. 4, p. 381–7, 2010.

TSCHOPPE, P. et al. Enamel and dentine remineralization by nano-hydroxyapatite toothpastes. **Journal of Dentistry**, v. 39, n. 6, p. 430–437, 2011.

TUCKER, I. M. et al. **Laser Doppler Electrophoresis applied to colloids and surfaces***Current Opinion in Colloid and Interface Science* Elsevier, , 1 ago. 2015. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359029415000369>>. Acesso em: 18 fev. 2019

VANUSPONG, W.; EISENBURGER, M.; ADDY, M. Cervical tooth wear and sensitivity: erosion, softening and rehardening of dentine; effects of pH, time and ultrasonication. **Journal of Clinical Periodontology**, v. 29, n. 4, p. 351–357, abr. 2002.

WANG, X.; LUSSI, A. Functional foods/ingredients on dental erosion. **European Journal of Nutrition**, v. 51, n. SUPPL.2, 2012.

WANG, Y. et al. Effect of an 8.0% arginine and calcium carbonate in-office desensitizing paste on the microtensile bond strength of self-etching dental adhesives to human dentin. **American Journal of Dentistry**, v. 25, n. 5, p. 281–286, 2012.

WEST, N. X.; SEONG, J.; DAVIES, M. Management of dentine hypersensitivity: efficacy of professionally and self-administered agents. **Journal of clinical periodontology**, v. 42 Suppl 1, p. S256-302, 2015.

XU, R. Progress in nanoparticles characterization: Sizing and zeta potential measurement. **Particuology**, v. 6, n. 2, p. 112–115, 2008.

ZHU, M. et al. The effect of calcium sodium phosphosilicate on dentin hypersensitivity: A systematic review and meta-analysis. **PLoS ONE**, v. 10, n. 11, p. 1–15, 2015.

Anexos



ANEXO A - Comitê de ética (número de processo e aprovação).

USP - FACULDADE DE
ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO
PRETO DA USP - FORP/USP



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DA EMENDA

Título da Pesquisa: ALTERAÇÕES NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DA DENTINA PELA AÇÃO DE DENTIFRÍCIOS DESSENSIBILIZANTES

Pesquisador: Alma Blásida Concepcion Elizaur Benitez Catirse

Área Temática:

Versão: 2

CAAE: 72738017.1.0000.5419

Instituição Proponente: Universidade de Sao Paulo

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 3.761.186

Apresentação do Projeto:

Submissão de Emenda, solicitando modificação na metodologia (exclusão dos grupos dos enxagatórios bucais da pesquisa, a fim de delimitar o projeto e reduzir a quantidade de dentes necessária; inclusão da Prof. Dra. Ana Paula Ramos do Departamento de Química da FFCLRP-USP, coorientadora da pesquisa; alteração de título para: Alterações nas propriedades físico-químicas e morfológicas da dentina pela ação de dentifrícios dessensibilizantes, justificando que foi necessária a alteração, pois os enxagatórios bucais foram removidos da pesquisa; prorrogação de prazo por 6 meses, em virtude da dificuldade em conseguir a quantidade de dentes necessária e período de intercâmbio sanduíche de Raísa Castelo Bessa Nogueira durante 6 meses, no ano de 2018.

Objetivo da Pesquisa:

Os mesmos descritos inicialmente.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Os mesmos descritos inicialmente.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Emenda com justificativa adequada.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

O pedido de Emenda está adequado.

Endereço: Avenida do Café s/nº

Bairro: Monte Alegre

CEP: 14.040-904

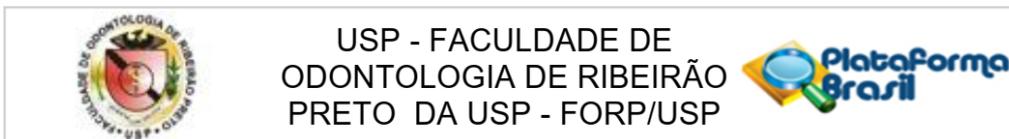
UF: SP

Município: RIBEIRAO PRETO

Telefone: (16)3315-0493

Fax: (16)3315-4102

E-mail: cep@forp.usp.br

ANEXO A (continuação) - Comitê de ética (número de processo e aprovação).

Continuação do Parecer: 3.761.186

Porém, o pesquisador apresentou o pedido da Emenda no formulário de acompanhamento dos projetos de pesquisa aprovados (Relatório Parcial), solicitando as alterações descritas.

Foram anexados novamente: Projeto na PB e projeto completo.

Recomendações:

O pesquisador deverá fazer as alterações aprovadas usando o formulário para Emenda e atualizar o cronograma na Plataforma Brasil.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Emenda aprovada. O pesquisador deverá fazer as alterações aprovadas usando o formulário para Emenda e atualizar o cronograma na Plataforma Brasil.

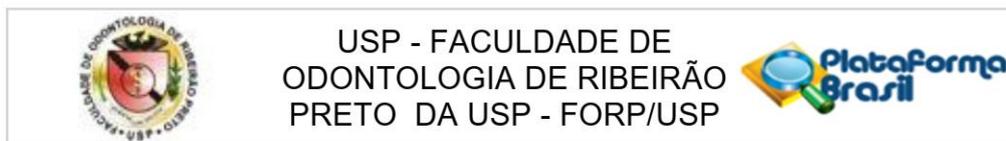
Considerações Finais a critério do CEP:

Emenda aprovada conforme deliberado na 232ª Reunião Ordinária do CEP/FORP de 09/12/2019.

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_1460136_E1.pdf	28/10/2019 19:17:13		Aceito
Outros	relatorio_parcial_alteracoesaprovadas.docx	28/10/2019 19:04:49	Raísa Castelo Bessa Nogueira	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	Projeto de Pesquisa Detalhado Alterado.pdf	28/10/2019 11:29:08	Raísa Castelo Bessa Nogueira	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	Projeto de Pesquisa Detalhado.pdf	04/08/2017 09:45:06	Alma Blásida Concepcion Elizaur Benitez Catirse	Aceito
Folha de Rosto	folhaderosto.pdf	04/08/2017 09:44:41	Alma Blásida Concepcion Elizaur Benitez Catirse	Aceito
Outros	DeclaracaoBiobancodeDentes.pdf	31/07/2017 12:31:36	Alma Blásida Concepcion Elizaur Benitez Catirse	Aceito
Outros	Aut_Infra_Dentistica.pdf	31/07/2017 12:30:47	Alma Blásida Concepcion Elizaur Benitez Catirse	Aceito
Outros	Aut_Infra_LIPEM.pdf	31/07/2017 12:30:12	Alma Blásida Concepcion Elizaur Benitez Catirse	Aceito
Outros	Aut_Infra_FFCLRP.pdf	31/07/2017 12:30:01	Alma Blásida Concepcion Elizaur Benitez Catirse	Aceito

Endereço: Avenida do Café s/nº**Bairro:** Monte Alegre**CEP:** 14.040-904**UF:** SP**Município:** RIBEIRAO PRETO**Telefone:** (16)3315-0493**Fax:** (16)3315-4102**E-mail:** cep@forp.usp.br

ANEXO A (continuação) - Comitê de ética (número de processo e aprovação).

Continuação do Parecer: 3.761.186

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

RIBEIRAO PRETO, 11 de Dezembro de 2019

Assinado por:
Simone Cecílio Hallak Regalo
(Coordenador(a))

Endereço: Avenida do Café s/n°
Bairro: Monte Alegre **CEP:** 14.040-904
UF: SP **Município:** RIBEIRAO PRETO
Telefone: (16)3315-0493 **Fax:** (16)3315-4102 **E-mail:** cep@forp.usp.br

ANEXO B – Tabela de dados da distribuição de tamanho hidrodinâmico em triplicata

Nome da amostra	T	Tamanho médio (Z-Ave)	PdI	Média do Pico 1	Média do Pico 2	Média do Pico 3	Área do Pico 1	Área do Pico 2	Área do Pico 3
(repetição)	(°C)	(d.nm)		(d.nm)	(d.nm)	(d.nm)	%	%	%
C 1 (1)	25	1081	0,531	593,3	0	0	100	0	0
C 1 (2)	25	1173	0,568	668,3	0	0	100	0	0
C 1 (3)	25	985,6	0,605	681	0	0	100	0	0
C 2 (1)	25	1257	0,701	584,2	0	0	100	0	0
C 2 (2)	25	996,7	0,599	648,3	0	0	100	0	0
C 2 (3)	25	867,3	0,548	581	0	0	100	0	0
C 3 (1)	25	850,7	0,525	639,3	0	0	100	0	0
C 3 (2)	25	888,3	0,629	725,5	204,5	0	92,8	7,2	0
C 3 (3)	25	954,5	0,586	598,8	0	0	100	0	0
ARG-CaCO ₃ 1 (1)	25	1078	0,772	431,2	0	0	100	0	0
ARG-CaCO ₃ 1 (2)	25	799,7	0,621	609,5	150,2	0	76,7	23,3	0
ARG-CaCO ₃ 1 (3)	25	677,3	0,62	673	196,2	0	69,8	30,2	0
ARG-CaCO ₃ 2 (1)	25	602,8	0,574	1073	225	0	53,6	46,4	0
ARG-CaCO ₃ 2 (2)	25	629,7	0,7	717,8	192,6	0	61,3	38,7	0
ARG-CaCO ₃ 2 (3)	25	481,6	0,595	343,4	1758	4456	60,6	25,9	13,5
ARG-CaCO ₃ 3 (1)	25	444,7	0,517	414,9	5389	0	95	5	0
ARG-CaCO ₃ 3 (2)	25	439,9	0,525	418,8	5382	0	94,7	5,3	0
ARG-CaCO ₃ 3 (3)	25	507,4	0,612	292,3	863,1	5427	62,2	33,3	4,6
FSCS 1 (1)	25	1051	0,682	474,3	0	0	100	0	0
FSCS 1 (2)	25	916,4	0,619	555,8	0	0	100	0	0
FSCS 1 (3)	25	924,3	0,643	487,7	0	0	100	0	0
FSCS 2 (1)	25	667,5	0,472	628,2	101,7	0	93,4	6,6	0
FSCS 2 (2)	25	768,3	0,681	499,4	0	0	100	0	0
FSCS 2 (3)	25	724,9	0,447	567,2	0	0	100	0	0
FSCS 3 (1)	25	656,1	0,546	588	0	0	100	0	0
FSCS 3 (2)	25	919,1	0,623	508,2	0	0	100	0	0
FSCS 3 (3)	25	679,7	0,518	636,5	101,8	0	94,3	5,7	0
REG 1 (1)	25	825	0,64	379,5	0	0	100	0	0
REG 1 (2)	25	621,9	0,535	321,9	0	0	100	0	0
REG 1 (3)	25	796,7	0,804	333,1	84,86	0	90,4	9,6	0
REG 2 (1)	25	515,8	0,416	465	128,1	5560	87,1	11	2
REG 2 (2)	25	617,6	0,501	514,1	5216	0	88,8	11,2	0
REG 2 (3)	25	613,2	0,665	808,2	222	5399	53,4	39,9	6,7
REG 3 (1)	25	510,6	0,503	652,9	178,8	0	64,1	35,9	0
REG 3 (2)	25	466,2	0,561	673,8	208,5	5560	56	42,7	1,3
REG 3 (3)	25	401,6	0,498	509,9	153	5398	69,5	26,7	3,8

ANEXO C – Tabela de dados de potencial ζ das partículas em triplicata

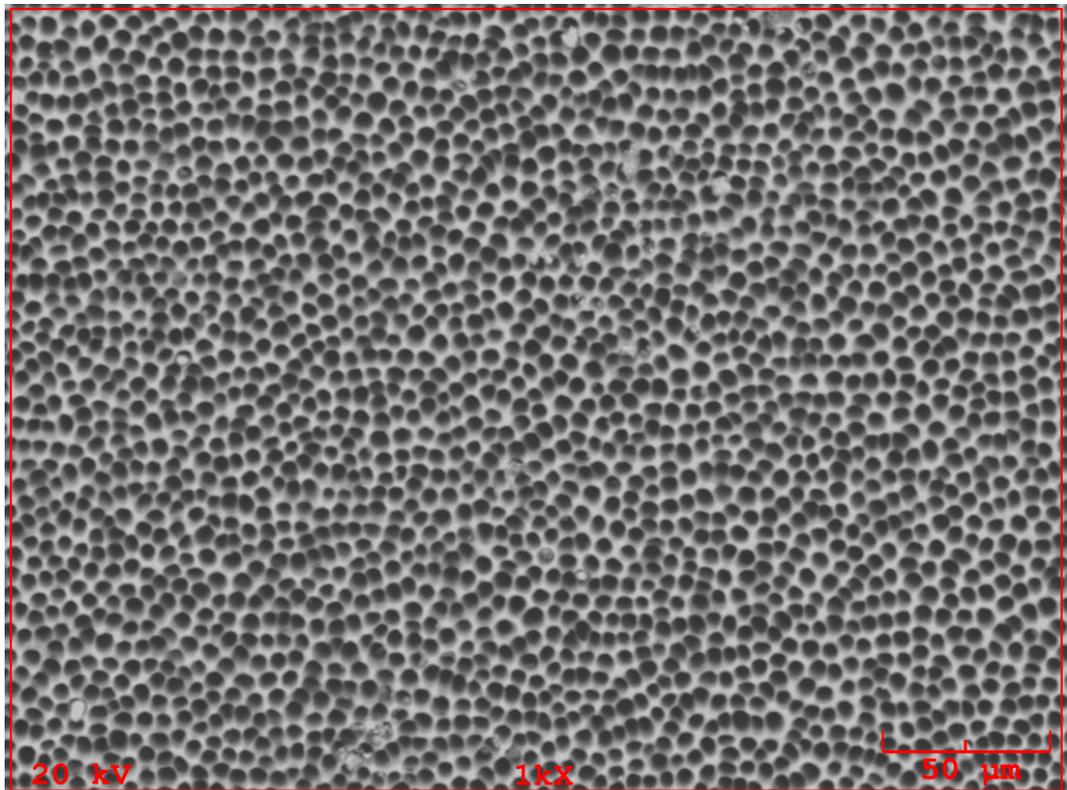
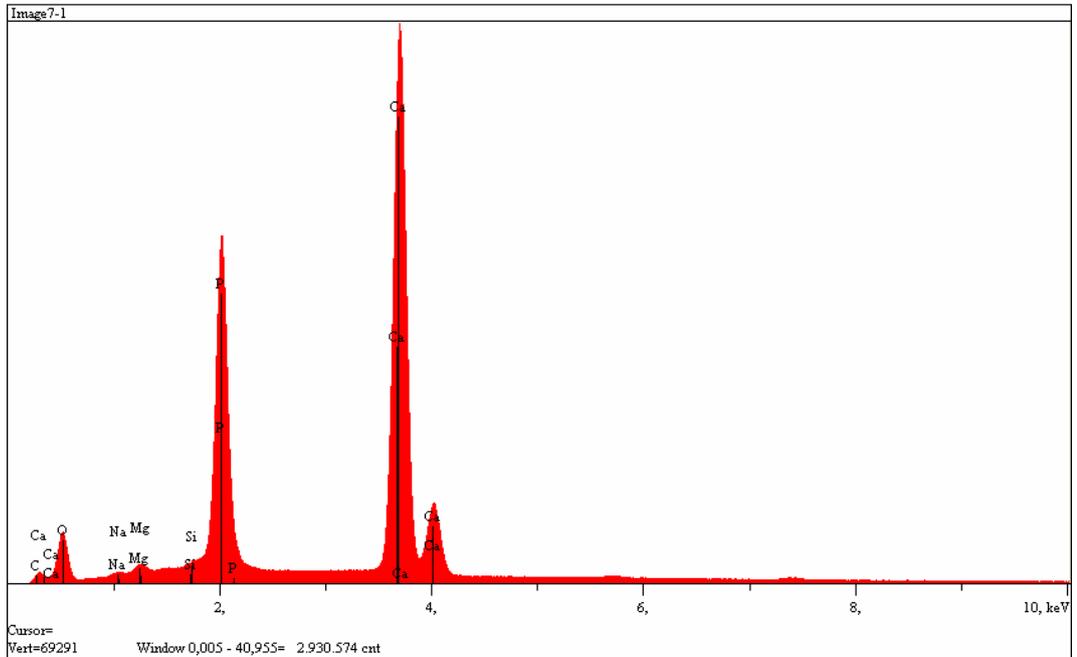
Nome da amostra	T	Potencial ζ	Desvio padrão	Mobilidade eletroforética	Conductividade
<i>(repetição)</i>	<i>(°C)</i>	<i>(mV)</i>		<i>($\mu\text{mcm/Vs}$)</i>	<i>(mS/cm)</i>
C 1 (1)	25	-41,4	6,9	-3,243	0,0574
C 1 (2)	25	-42,8	6,47	-3,351	0,0582
C 1 (3)	25	-44	6,22	-3,446	0,0587
C 2 (1)	25	-40,7	7,64	-3,192	0,0602
C 2 (2)	25	-40,3	16,9	-3,162	0,0608
C 2 (3)	25	-39,4	6,11	-3,092	0,0617
C 3 (1)	25	-36,9	8,23	-2,894	0,0616
C 3 (2)	25	-37,3	8,32	-2,926	0,0621
C 3 (3)	25	-36,6	11	-2,869	0,0625
ARG-CaCO ₃ 1 (1)	25	-18,5	3,73	-1,453	0,0383
ARG-CaCO ₃ 1 (2)	25	-19,3	5,33	-1,514	0,0451
ARG-CaCO ₃ 1 (3)	25	-18,9	3,91	-1,482	0,0365
ARG-CaCO ₃ 2 (1)	25	-17,6	4,36	-1,377	0,0375
ARG-CaCO ₃ 2 (2)	25	-17,9	6,46	-1,403	0,038
ARG-CaCO ₃ 2 (3)	25	-18,8	5,85	-1,471	0,0419
ARG-CaCO ₃ 3 (1)	25	-18,5	4,11	-1,453	0,0421
ARG-CaCO ₃ 3 (2)	25	-16,7	4,34	-1,308	0,0453
ARG-CaCO ₃ 3 (3)	25	-18,5	4,64	-1,448	0,0389
FSCS 1 (1)	25	-31,4	8,09	-2,465	0,0268
FSCS 1 (2)	25	-31,5	10,3	-2,471	0,025
FSCS 1 (3)	25	-30,8	9,54	-2,412	0,0182
FSCS 2 (1)	25	-28,4	6,66	-2,229	0,0184
FSCS 2 (2)	25	-27,5	6,54	-2,159	0,0183
FSCS 2 (3)	25	-26,7	8,11	-2,093	0,0184
FSCS 3 (1)	25	-26,7	9,09	-2,089	0,0185
FSCS 3 (2)	25	-24,4	6,75	-1,915	0,0185
FSCS 3 (3)	25	-24,7	6,62	-1,939	0,0186
REG 1 (1)	25	-26,3	5,72	-2,061	0,0147
REG 1 (2)	25	-24,1	8,96	-1,892	0,0147
REG 1 (3)	25	-22,9	5,67	-1,792	0,0147
REG 2 (1)	25	-25,2	6,94	-1,976	0,019
REG 2 (2)	25	-25,7	20,9	-2,015	0,0299
REG 2 (3)	25	-25	12,5	-1,958	0,0205
REG 3 (1)	25	-25,2	8,15	-1,977	0,016
REG 3 (2)	25	-25,6	8,16	-2,004	0,0217
REG 3 (3)	25	-26,5	7,95	-2,076	0,0304

ANEXO D – Tabela de medidas de potencial ζ de superfície

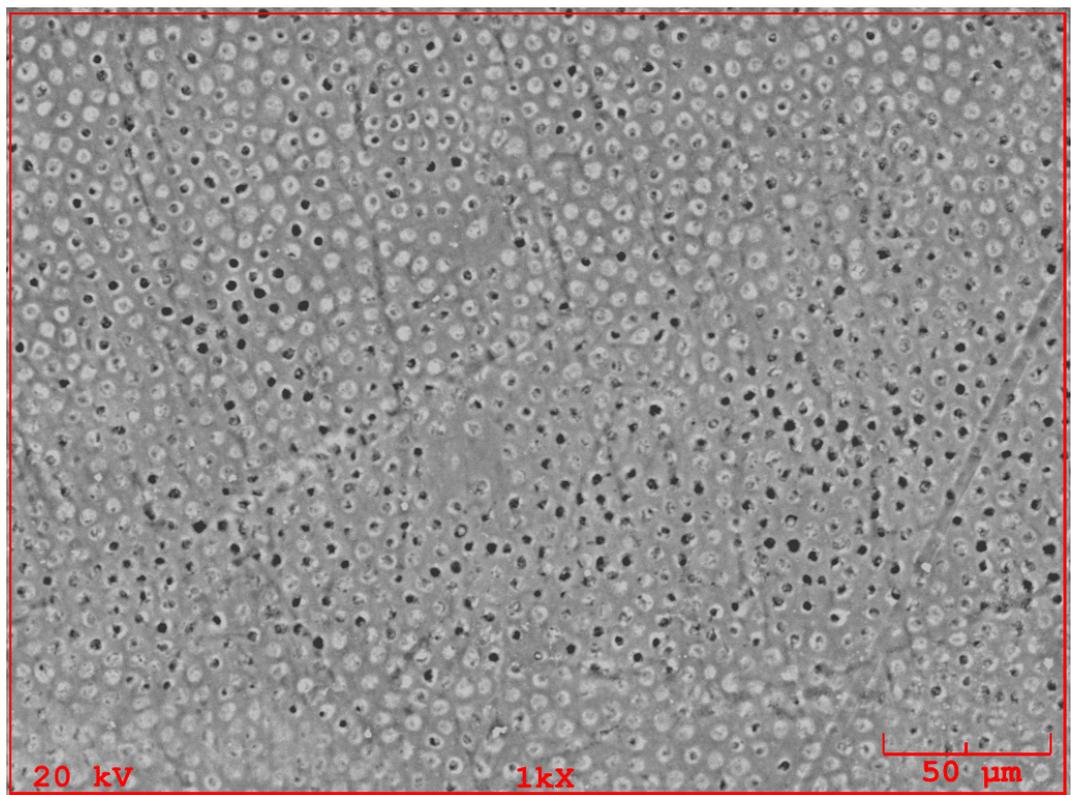
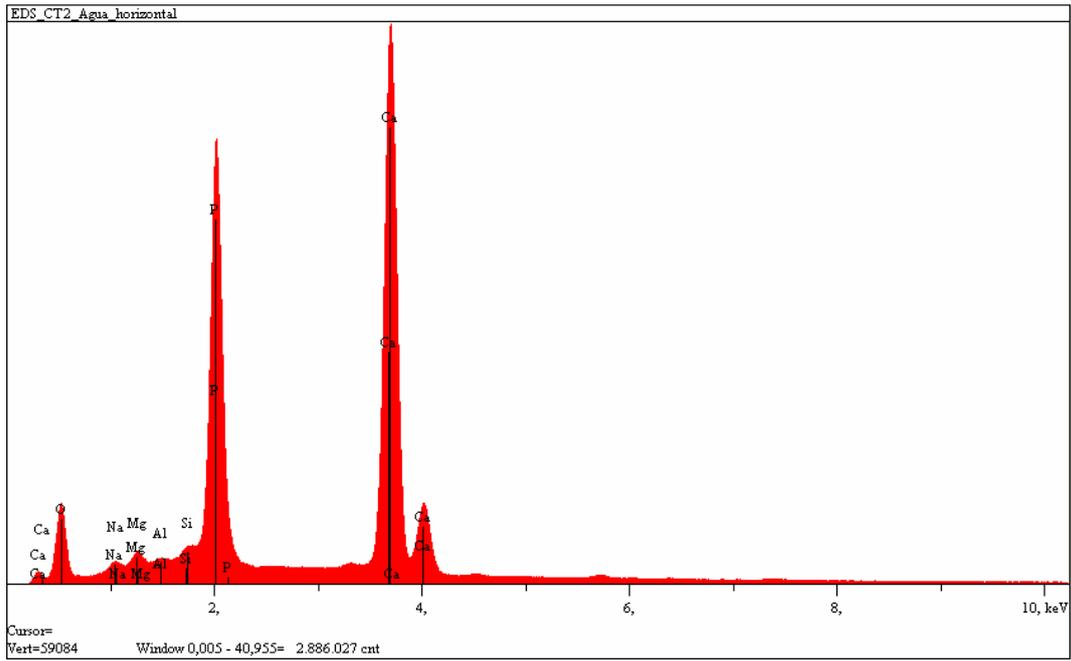
Condição experimental (repetição)	Tempo de tratamento			
	0 dias	1 dia	7 dias	21 dias
C (1)	-50	-47,8	-40,1	-12,9
C (2)	-39,1	-32,6	-32,4	-31
C (3)	-25,8	-34,7	-40,5	-43,1
C + DA (1)	-32	-23,1	-38,6	-38
C + DA (2)	-32	-29,8	-35,3	-56,1
C + DA (3)	-43,8	-28,7	-37	-40,8
ARG-CaCO ₃ (1)	-32,2	-37,9	-31,4	-31,5
ARG-CaCO ₃ (2)	-29,3	-31,9	-34,4	-38,8
ARG-CaCO ₃ (3)	-27,2	-31	-18,1	-34,3
ARG-CaCO ₃ + DA (1)	-29,7	-20,6	-22,1	-31,7
ARG-CaCO ₃ + DA (2)	-28,2	-26,4	-33,9	-25,6
ARG-CaCO ₃ + DA (3)	-33,8	-28,9	-41,4	-41,3
FSCS (1)	-23,8	-38,4	-40,4	-34,9
FSCS (2)	-40,9	-17	-36,2	-43,2
FSCS (3)	-30,2	-26,4	-20,9	-40
FSCS + DA (1)	-29,7	-20,6	-22,1	-31,7
FSCS + DA (2)	-28,2	-26,4	-33,9	-25,6
FSCS + DA (3)	-33,8	-28,9	-41,4	-41,3
REG (1)	-32,7	-25,9	-35,6	-32,6
REG (2)	-38,7	-23,2	-44,4	-40,9
REG (3)	-30,6	-34,7	-42	-51,5
REG + DA (1)	-35,9	-24,2	-30,4	-24
REG + DA (2)	-34,3	-20,7	-30,6	-27,3
REG + DA (3)	-29,6	-33,1	-27,5	-37,8

ANEXO E – Espectros de EDS e MEV da superfície da dentina, por condição experimental

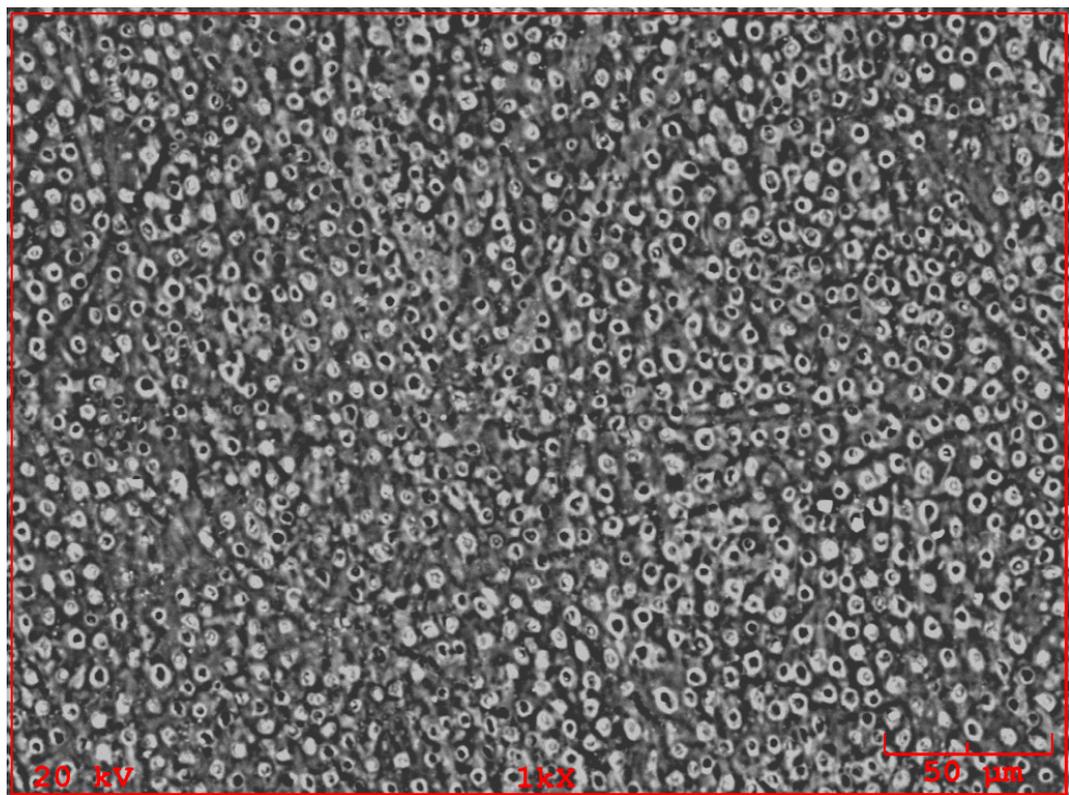
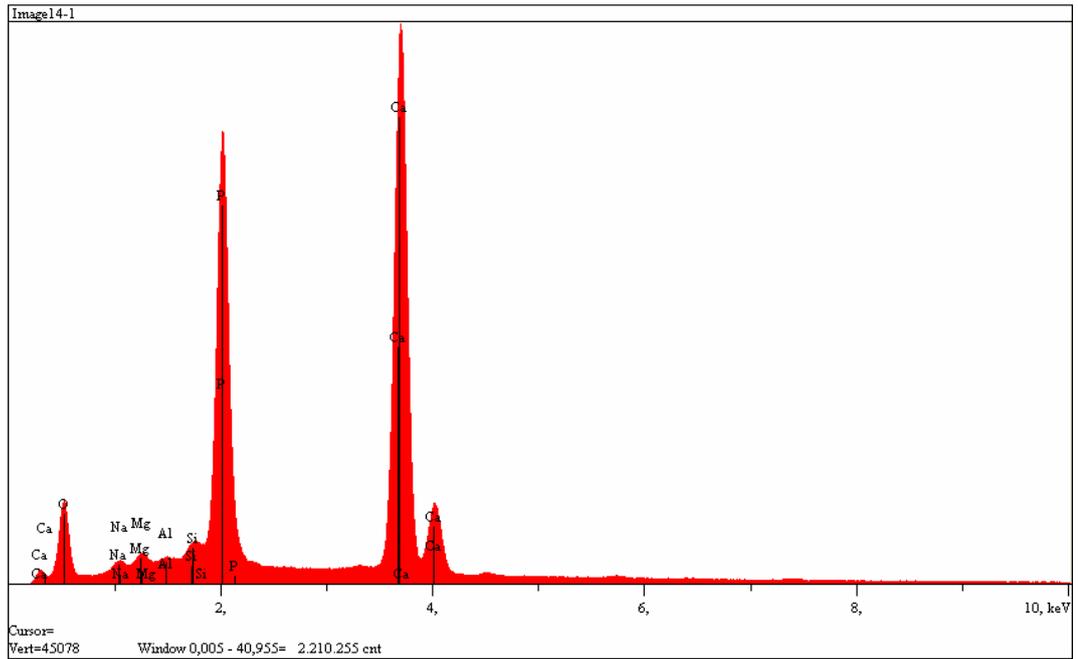
1. Dentina controle



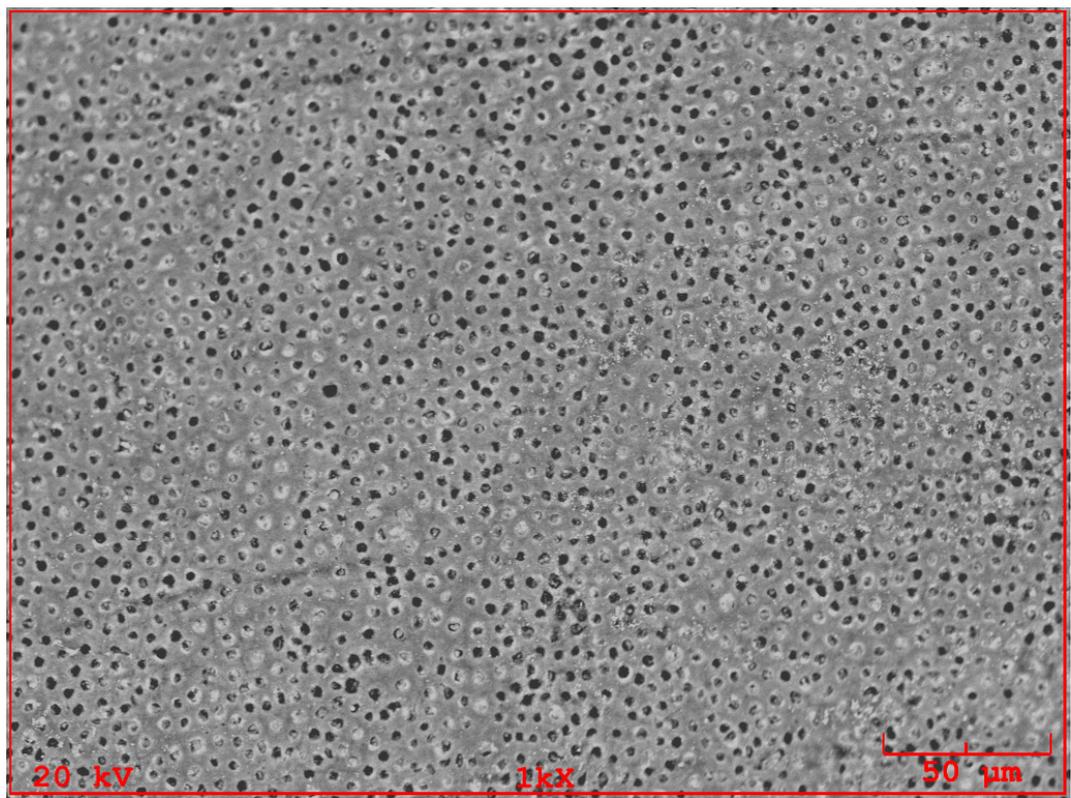
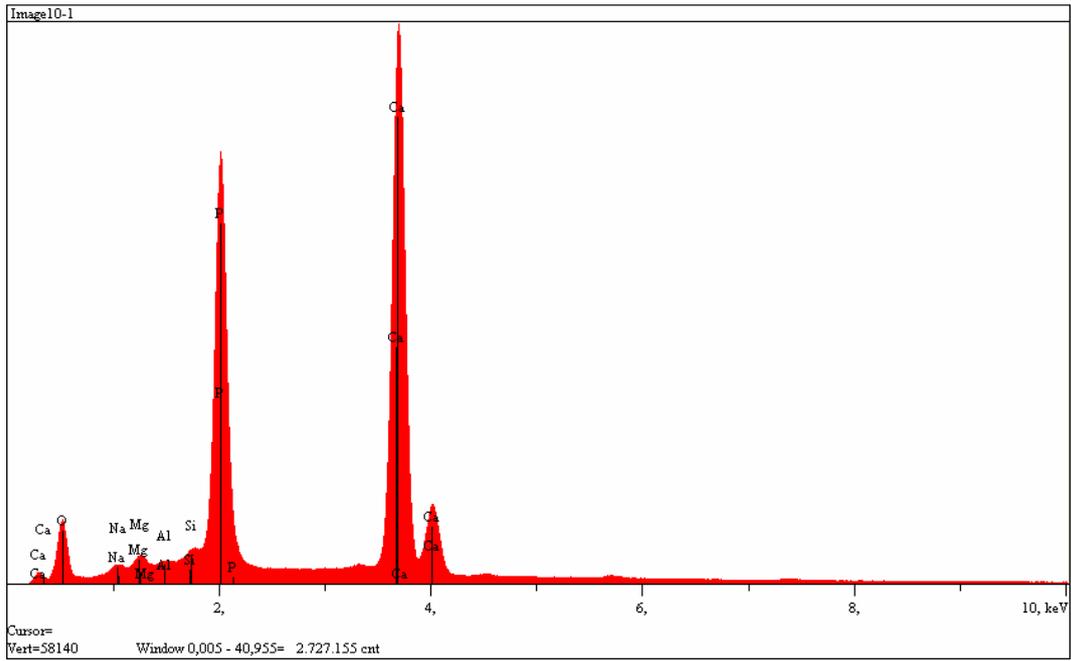
2. C

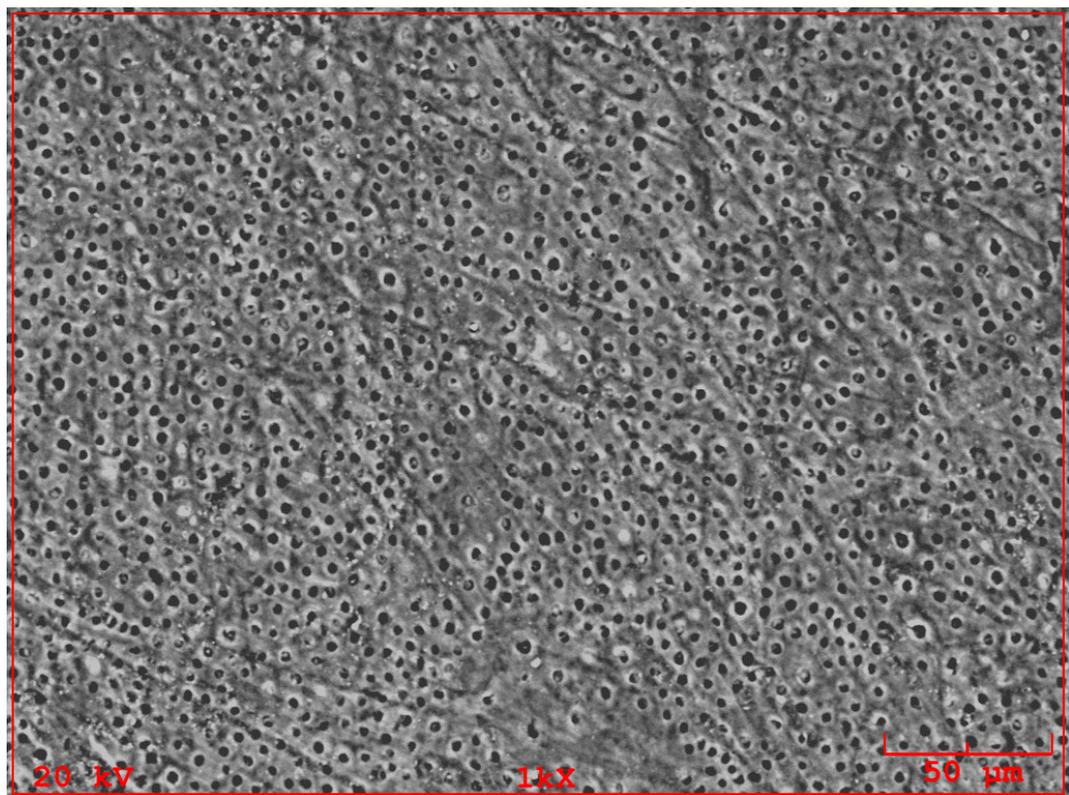
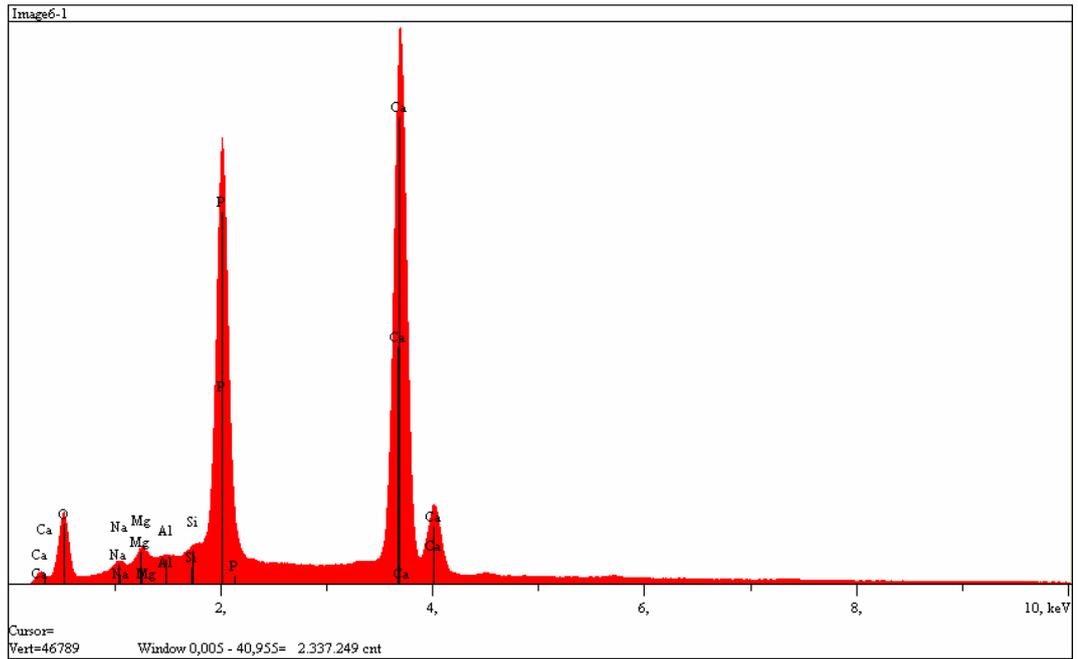


3. C + DA

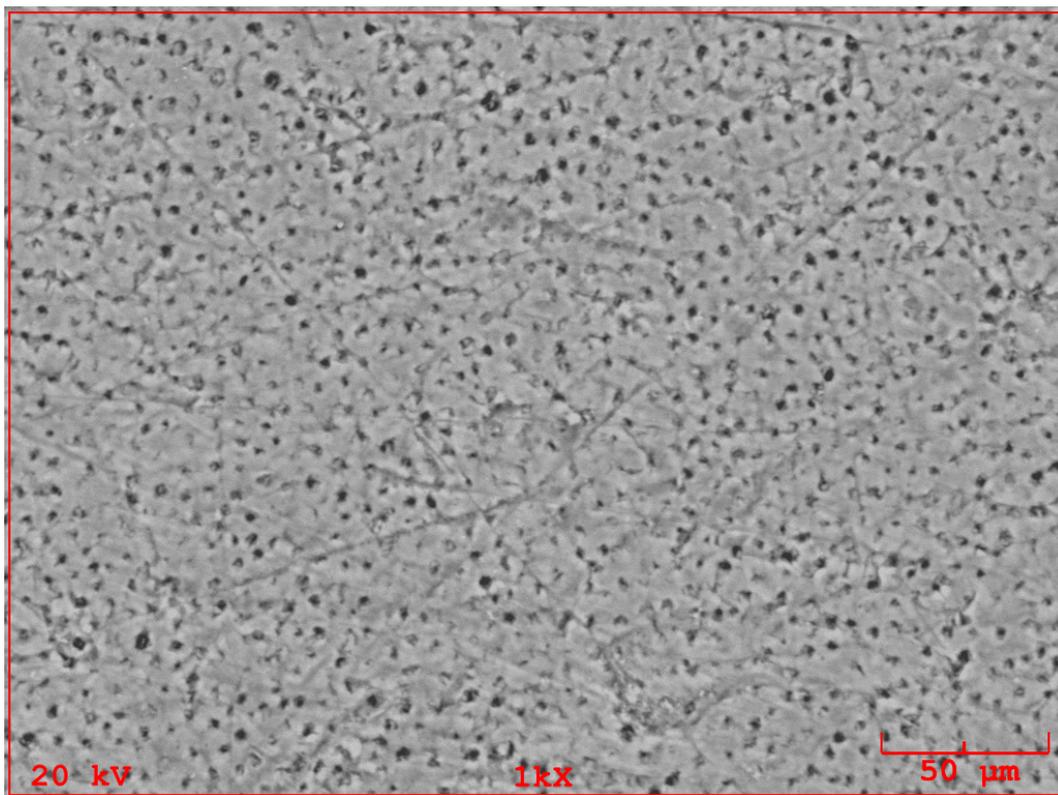
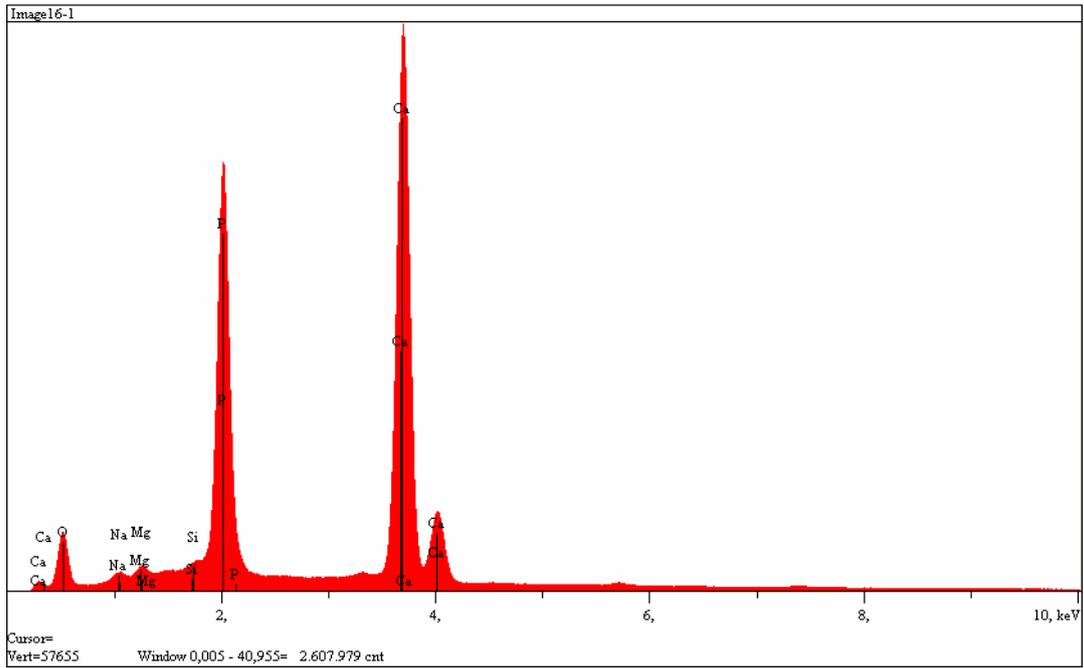


4. ARG+CaCO₃

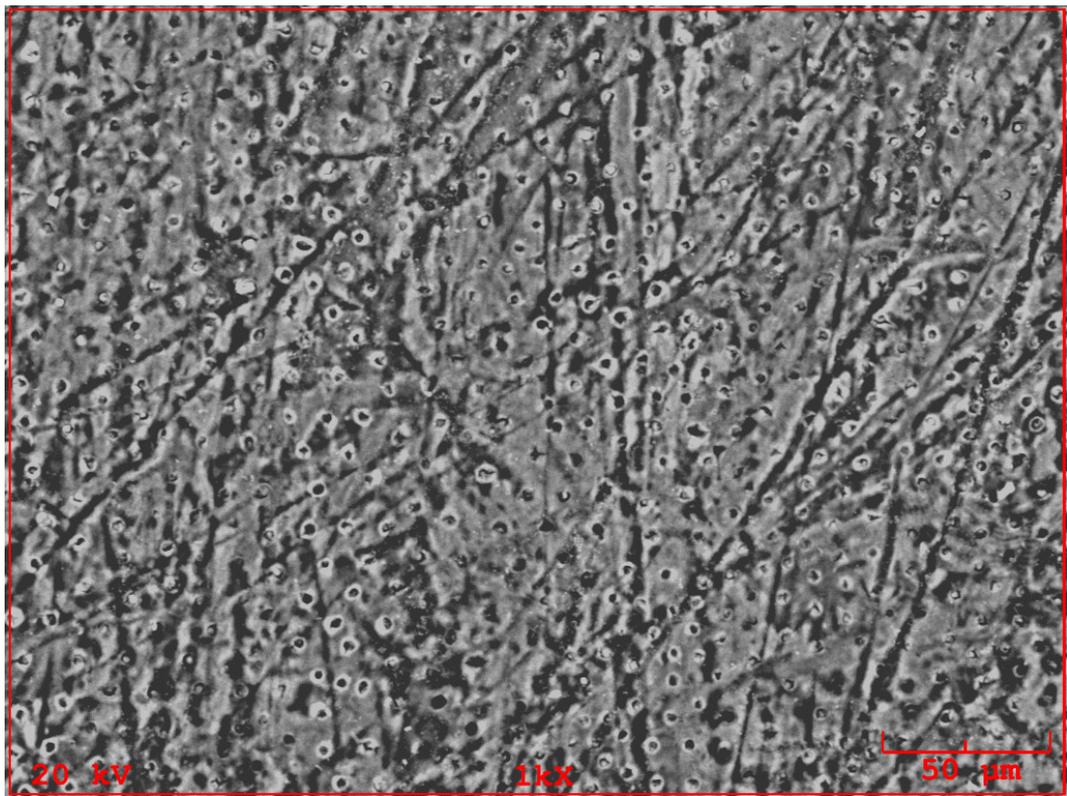
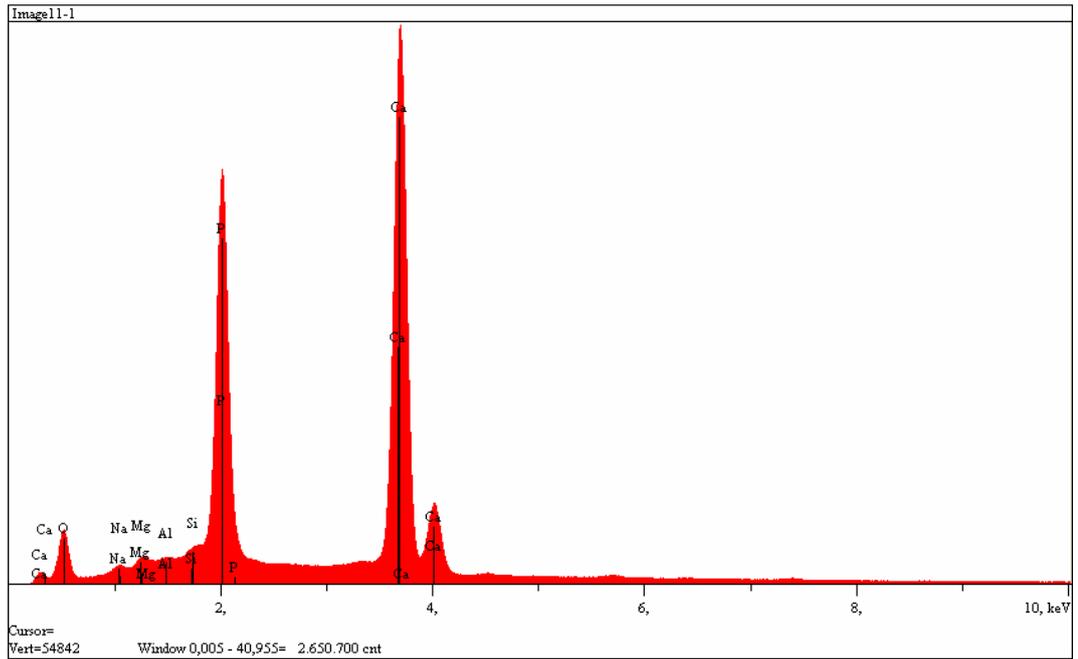


5. ARG+CaCO₃ + DA

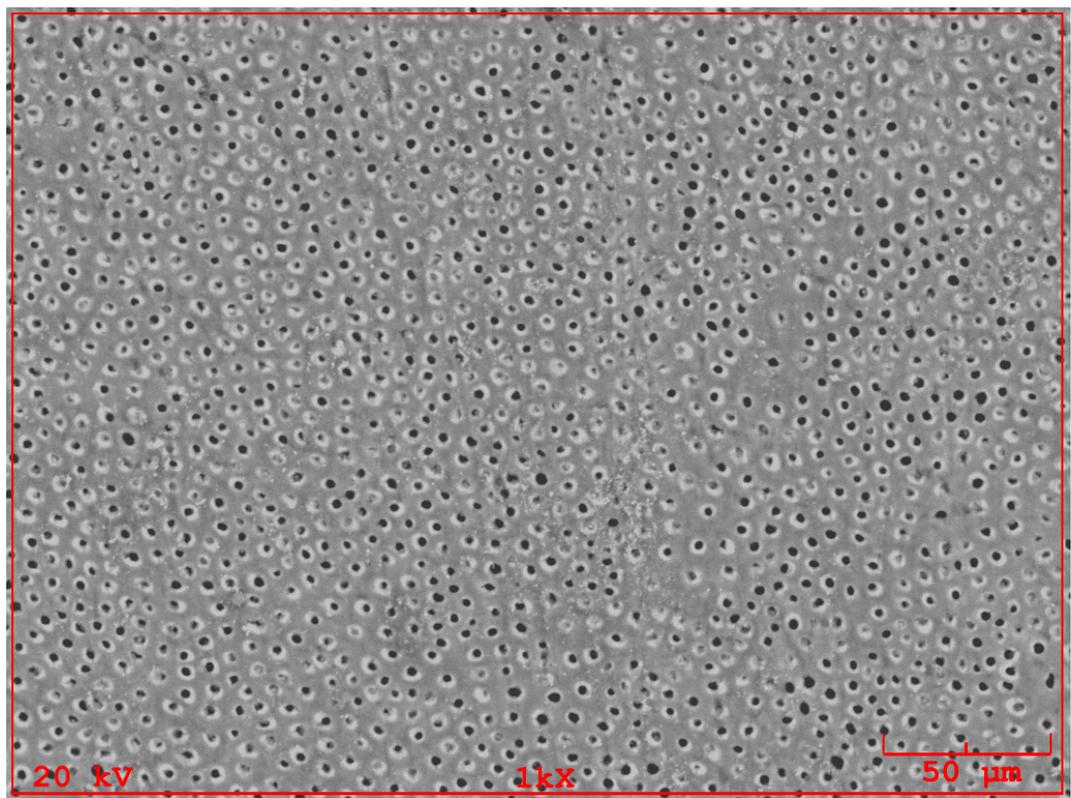
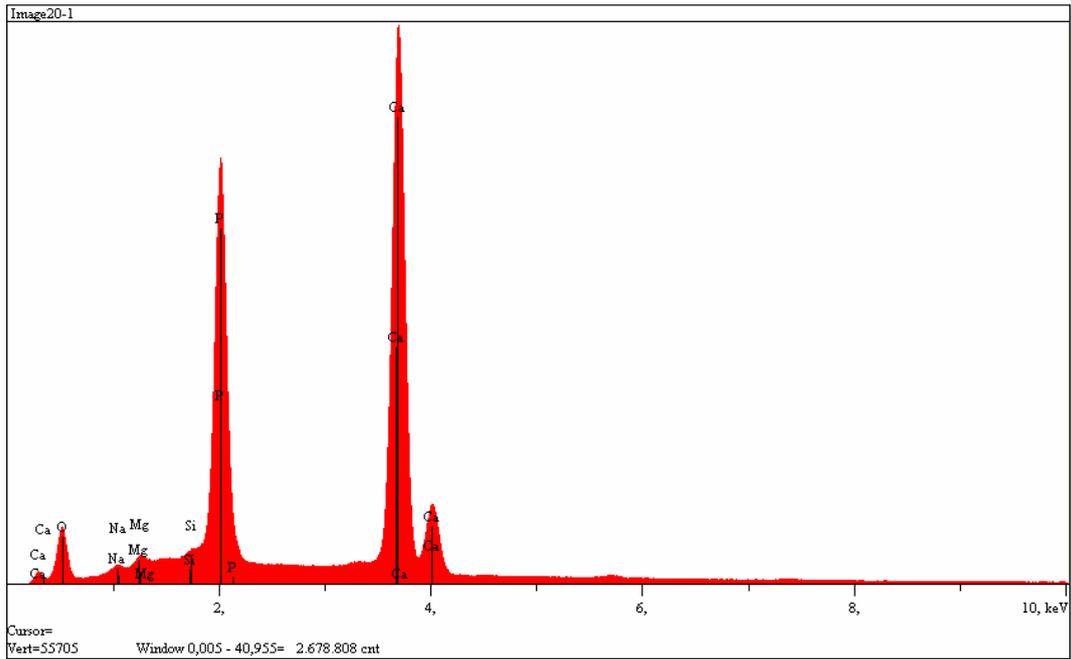
6. FSCS



7. FSCS + DA



8. REG



9. REG + DA

