

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO CLÍNICA ODONTOLÓGICA - ODONTOPEDIATRIA

**RESINA ADESIVA ACRESCIDA DE α -FOSFATO TRICÁLCICO:
CARACTERIZAÇÃO E POTENCIAL DE REMINERALIZAÇÃO APÓS REMOÇÃO
SELETIVA DE TECIDO CARIADO EM DENTES DECÍDUOS**

FERNANDA CORADINI NOAL

PORTO ALEGRE

2016

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
CLÍNICA ODONTOLÓGICA – ODONTOPEDIATRIA

Linha de Pesquisa:

Biomateriais e Técnicas Terapêuticas em Odontologia

**RESINA ADESIVA ACRESCIDA DE α -FOSFATO TRICÁLCICO:
CARACTERIZAÇÃO E POTENCIAL DE REMINERALIZAÇÃO APÓS REMOÇÃO
SELETIVA DE TECIDO CARIADO EM DENTES DECÍDUOS**

FERNANDA CORADINI NOAL

Dissertação apresentada ao Programa de Pós
Graduação em Odontologia, como parte dos
requisitos obrigatórios para obtenção do Título
de Mestre em Clínica Odontológica –
Odontopediatria

Orientador: Prof. Dr. Fernando Borba de Araujo

Porto Alegre

2016

CIP - Catalogação na Publicação

NOAL, FERNANDA CORADINI

RESINA ADESIVA ACRESCIDA DE α-FOSFATO
TRICÁLCICO: CARACTERIZAÇÃO E POTENCIAL DE
REMINERALIZAÇÃO APÓS REMOÇÃO SELETIVA DE TECIDO
CARIADO EM DENTES DECÍDUOS / FERNANDA CORADINI NOAL.
-- 2016.
34 f.

Orientador: FERNANDO BORBA DE ARAUJO.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do
Rio Grande do Sul, Faculdade de Odontologia,
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Porto
Alegre, BR-RS, 2016.

1. REMOÇÃO SELETIVA DE TECIDO CARIADO. 2.
BIOMATERIAIS. 3. ALPHA FOSFATO TRICÁLCICO. 4.
Remineralização dentinária. 5. Deposição mineral. I.
BORBA DE ARAUJO, FERNANDO , orient. II. Título.

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da UFRGS com os
dados fornecidos pelo(a) autor(a).

“O correr da vida embrulha tudo.

A vida é assim:

Esquenta e esfria,

aperta e daí afrouxa

sossega e depois desinquieta.

O que ela quer da gente é coragem”

Guimarães Rosa

DEDICATÓRIA

Aos meus amores

Ernani Noal e Rosane Coradini Noal

Pela linda vida que construímos e compartilhamos.

Nós Três somos para sempre!

AGRADECIMENTOS

Ao meu professor orientador Doutor Fernando Borba de Araujo pela confiança, respeito e valorização do meu trabalho. Sou muito grata em ter a oportunidade de diariamente aprender as mais diversas habilidades Odontológicas, Pesquisa e Ensino com um dos mais respeitados Odontopediatras desse país.

Aos Professores Fabrício Mezzomo Collares, Vicente Leitune Branco por abrir as portas do Laboratório de Materiais Dentários (LAMAD) e pela disponibilidade em auxiliar o planejamento e execução do presente projeto de pesquisa.

Ao Programa de Pós Graduação em Odontologia pelas oportunidades de aprendizado e vivências;

À CAPES pela bolsa de estudos cedida para que essa e as minhas demais pesquisas pudessem ser desenvolvidas;

À colega e amiga Priscila Schiroky pela atenção que teve em ajudar a conduzir esse trabalho e por todos os ensinamentos de materiais dentários e também pelos bons momentos compartilhados.

À minha mãe Rosane Coradini Noal pelas incansáveis coletas semanais de dentes decíduos e permanentes nos Postos de Saúde e Hospitais da cidade de Santa Maria. Esse apoio foi fundamental para que esse projeto saísse do papel.

Aos colegas de Pós Graduação em Materiais dentários Nélio Dornelles, Juliana Walcher, Patrícia Franken, Gabriela Balbinot, Isadora Garcia, Fábio Bohns, Marla Cuppini, Stéfani Rodrigues, Carolina Jung, Bruna Genari e Felipe Degrazia pelo

acolhimento e carinho que sempre tiveram comigo ao longo desses dois anos de pesquisa no LAMAD.

À amiga e parceira de Odontopediatria Márcia Gomes Massa pelos laços fortes de amizade que criamos e pelos ensinamentos em Odontologia e pesquisa.

À secretária Julcelaine Silva pela convivência agradável e disponibilidade.

Aos professores de Odontopediatria Adriela Mariath, Jonas Rodrigues e Luciano Casagrande pelos ensinamentos e trocas de experiências clínicas e de pesquisa.

À ATO 2015/01 por ter sido escolhida a “Cirurgiã Dentista Homenageada”. Os momentos que vivemos juntos estarão para sempre em minha memória. Agradeço ao prestígio e valorização do meu trabalho e por poder dividir um dos momentos mais felizes da vida de vocês, momento esse que se tornou o mais simbólico da minha vida.

Aos amigos que fiz em Porto Alegre e na Faculdade de Odontologia Ana Leonor, Juliane Severo, Luciana Ruiz, Amanda Sari, Laura Mayumi Sasada, Taiane Berguemaier, José Carlos d’Ornelas, Rodrigo Montezzano, Aline Mendes.

Às Companheiras de vida e de tantas lutas. As minhas melhores amigas Adriana Stamm, Fernanda Aguirre, Gabriela Cezimbra, Juliany Carvalho e Nathália Ruviano. Em especial ao Benjamim filho da Nathália que esta chegando ao mundo e será paciente da Tia Fê.

SUMÁRIO

ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVAS.....	10
OBJETIVOS.....	14
ARTIGO CIENTÍFICO.....	15
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	33
REFERÊNCIAS.....	35
APÊNDICE	

RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi desenvolver e caracterizar uma resina adesiva acrescida de α -fosfato tricálcico (α TCP), que reconhecidamente apresenta potencial de estimular a deposição mineral, avaliando o seu desempenho in vitro quando utilizada em restaurações adesivas de dentes decíduos submetidos à remoção seletiva de tecido cariado. Sessenta dentes decíduos posteriores com lesões de cárie profunda em metade interna de dentina foram submetidos in vitro à remoção seletiva de tecido cariado, e restaurados utilizando sistema adesivo com incorporação de 0% e 2% de α TCP (n=30). As resinas adesivas foram caracterizadas pelos ensaios de taxa de polimerização e grau de conversão (n=3) e degradação em solvente. O desempenho restaurador foi avaliado através de ensaios imediatos e longitudinais (6 meses) de grau de conversão, resistência de união à microtração (Two-Way ANOVA $p<0,05$) o grupo controle em 24 horas (2,899) e seis meses após (2,450), o grupo experimental (2,646) em 24 horas e seis meses (2,646). Dureza Knoop (Two-Way ANOVA $p<0,05$), houve aumento da dureza com o passar do tempo e avaliação da deposição mineral por Espectroscopia Raman, o grupo experimental apresentou maior deposição (3 meses).

Palavras-chave: Fosfatos de cálcio, Remineralização dentinária, Deposição mineral.

ABSTRACT

The objective of the present work was to develop and characterize an adhesive resin added with tricalcium α -phosphate (α TCP), which has the potential to stimulate mineral deposition, evaluating its in vitro performance when used in adhesive restorations of deciduous teeth submitted to selective removal Of carious tissue. Sixty posterior deciduous teeth with deep caries lesions in the inner half of dentin were submitted in vitro to the selective removal of carious tissue and restored using adhesive system with 0% and 2% incorporation of α TCP (n = 30). Adhesive resins were characterized by polymerization rate and conversion degree (n = 3) and solvent degradation assays. The restorative performance was evaluated by means of immediate and longitudinal trials (6 months) of conversion grade, bond strength to microtraction (Two-Way ANOVA p <0.05) in the control group in 24 hours (2,899) and six months after (2,450), experimental group (2,646) at 24 hours and six months (2,646). There was an increase in hardness over time and mineral deposition by Raman Spectroscopy, the experimental group presented higher deposition (3 months).

Key Words: Calcium phosphates, Dentin remineralization, Mineral deposition.

1. ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVAS

O avanço das pesquisas laboratoriais e clínicas em Odontologia proporcionou uma melhor compreensão da etiologia e do desenvolvimento da doença cárie, fazendo com que a evolução dos materiais adesivos nas últimas décadas contemplasse uma abordagem mais conservadora da lesão cariiosa [Leal et al., 2014]. A Odontologia de Mínima Intervenção tem como princípios a prevenção da instalação da doença cárie, a detecção precoce da lesão, e a instituição de tratamentos menos invasivos [Frenchen et al., 2012].

Em revisões sistemáticas recentes da literatura envolvendo a remoção seletiva de tecido cariado [Ricketts et al., 2006,2013; Schwendicke et al, 2013], uma abordagem invasiva mais conservadora em lesões cariosas agudas e profundas em dentina de dentes decíduos assintomáticos tem sido associada a uma menor ocorrência de exposições pulpares. Durante muito tempo o conceito de remoção não seletiva até a dentina endurecida (remoção total de dentina cariada) foi utilizado, caracterizando-se pela remoção de todo tecido desmineralizado e infectado. [Bjørndal et al 2010, Ricketts et al, 2006 e 2013; Schwendicke et al, 2013a; Maltz et al, 2013].

Em um evento na Europa realizado em fevereiro de 2015, denominado “Consensus Recommendations on Carious Tissue Removal”, que reuniu diversos especialistas e renomados pesquisadores da área da Cariologia, chegou-se a conclusão que a remoção não seletiva de tecido cariado até a dentina endurecida não é mais recomendada como uma alternativa para o tratamento de lesões cariosas profundas em dentina em dentes decíduos, sendo considerado um sobretratamento [Innes et al 2016; Schwendicke et al, 2016].

Em termos biológicos, a RSTC está fundamentada no princípio de que em dentes assintomáticos portadores de lesões cariosas profundas em dentina a manutenção da camada mais profunda de tecido cariado viabilizará condições para que a polpa reaja ao estímulo agressor através da formação de esclerose dentinária (Ricketts et al, 2013). A remoção total de tecido cariado das paredes circundantes da cavidade cariada é imperativo para o adequado selamento da cavidade, inviabilizando a entrada de substrato e conseqüentemente, a progressão da lesão. [Ricketts et al, 2006 e 2013; Schwendicke et al, 2013^a]. Em síntese, os princípios que sustentam a RSTC envolvem a preservação da estrutura dental, a diminuição do risco de exposição pulpar, a conseqüente manutenção da vitalidade pulpar, resultando em um procedimento clínico com menor tempo de consulta, interferindo positivamente na ansiedade do paciente, principalmente quando se trata de uma criança [Innes et al, 2016].

Ensaio clínicos randomizados em dentes decíduos mostraram altos índices de sucesso clínico e radiográfico após RSTC [Falster et al., 2002; Casagrande et al., 2010; Franzon et al., 2007, 2014 e 2015]. Recentemente Franzon e colaboradores [2015] realizaram um ensaio clínico em dentes decíduos com 24 meses de acompanhamento, em que as restaurações adesivas após RSTC apresentaram desempenho menos satisfatório que as realizadas após RTTC. A percentagem de falha de acordo com os critérios USPHS foi significativamente mais elevada no grupo de escavação incompleta, especialmente nos quesitos forma anatômica, descoloração marginal e lesão cariada adjacente, em comparação com o grupo de escavação completa. Os autores concluíram que a remoção total de tecido cariado interferiu no sucesso das restaurações a uma taxa de sobrevivência de 2 anos (86%), embora este grupo tenha apresentado consideravelmente mais exposições pulpares. Já a técnica de RSTC resultou em menos

exposições pulpares, mas com as restaurações adesivas apresentando mais falhas principalmente em cavidades com mais de uma superfície envolvida.

As falhas restauradoras de origem não pulpar da técnica de RSTC são observadas em poucos ensaios clínicos até agora publicados. Em um estudo retrospectivo, Dalpian e colaboradores (2014) observaram que as falhas restauradoras foram a razão para a maioria dos desfechos de insucesso no tratamento de RSTC (13%). Já as falhas decorrentes de sinais e sintomas de necrose pulpar como fístula, edema, necrose e radiolucidez na região interradicular e /ou periapical, foram encontradas em 6,7% dos casos. Os autores também observaram que pacientes que apresentavam maiores índices de placa visível após o tratamento e durante as consultas de manutenção profissional periódica tinham maiores chances da ocorrência de falhas no tratamento. Com isso, os autores concluem que os insucessos na RSTC em dentes decíduos estão relacionadas ao risco de cárie do indivíduo, bem como ao alto índice de placa visível do que à questão técnica propriamente dita (dentina cariada deixada intencionalmente abaixo da restauração).

Com relação à resistência mecânica de restaurações adesivas de resina composta em dentes submetidos à RSTC, um estudo laboratorial em pré-molares com lesão de cárie artificial, Schwendicke e colaboradores (2014) não encontraram diferenças significativas entre RSTC e RTTC, independente da profundidade da cavidade. Esses dados diferem dos dados de Hevinga e colaboradores (2010), onde molares permanentes com lesões de cárie (não artificial) em dentes submetidos à RSTC apresentaram menor resistência à fratura (54%), quando comparados aos submetidos à remoção total de tecido cariado.

O aprimoramento de técnicas que visam melhorar o desempenho restaurador após a RSTC se faz necessário, uma vez que maioria dos túbulos dentinários está ocluída por depósitos minerais resistentes aos ácidos [Nakajima *et al.*, 2005], o que por si só

interfere na formação de tags resinosos [ERHARDT *et al.*, 2008] promovendo assim a desmineralização não uniforme do substrato ao ácido fosfórico [Wang *et al.*, 2007]. Esses fatores fazem com que a camada híbrida formada em um substrato com tecido cariado remanescente seja menos estável [Haj-Ali *et al.*, 2006; Erhardt *et al.*, 2008].

O uso de biomateriais tem sido amplamente pesquisado em dentes submetidos à RSTC [Tay e Pashley em 2009]. Os compostos de fosfato de cálcio são utilizados em diversas áreas da Odontologia, tais como na aplicação de revestimento em implante de titânio [Niwa *et al.*, 2009], como material restaurador [Arcis *et al.*, 2002], como cimento para capeamento pulpar [Peters *et al.*, 2010], como cimentos endodônticos [Portella *et al.*, 2015] e como sistemas adesivos [Melo *et al.*, 2013]. Por conta deste histórico, biomateriais como os íons cálcio e fosfato podem ser incorporados a uma resina adesiva. Com relação à manutenção intencional na cavidade de um tecido desmineralizado na parede pulpar da cavidade, a precipitação desses íons pode contribuir para a formação de hidroxiapatita [Xin *et al.*, 2005; Gandolfi *et al.*, 2010], levando a remineralização da dentina afetada, e conseqüentemente, o restabelecimento das propriedades mecânicas e resistência de união de um material adesivo ao substrato dentário [Bertassoni *et al.*, 2011].

O fosfato tricálcico (TCP) utilizado para liberar hidroxiapatita apresenta em sua variação alotrópica alpha um produto mais reativo comparado à variação beta em soluções aquosas, visto que o seu arranjo estrutural possibilita a maior troca de íons fosfato e cálcio com o meio [Guastaldi *et al.*, 2010]. Com isso o α -TCP deve ser analisado quanto ao seu acréscimo na composição de uma resina adesiva para casos clínicos onde a técnica de remoção seletiva de tecido cariado estaria indicada.

2. OBJETIVOS

O objetivo do presente trabalho foi desenvolver e caracterizar uma resina adesiva com a incorporação de α -fosfato tricálcico que apresente potencial de estimular a deposição mineral, avaliando o seu desempenho (*in vitro*) em restaurações adesivas de dentes decíduos após a técnica de remoção seletiva de tecido cariado.

3. ARTIGO CIENTÍFICO*

Influence of an adhesive resin with α -tricalcium phosphate on the remineralization of caries-affected dentin in deciduous teeth

F. C. Noal^(a), P. Schiroky^(b), V.C.B Leitune^(b), F.M. Collares^(b), F.B. Araujo^(a)

(a) Department of Surgery and Orthopedic, School of Dentistry of the Federal University of Rio Grande do Sul – UFRGS, Porto Alegre, RS, Brazil.

(b) Department of Department of Conservative Dentistry, School of Dentistry of the Federal University of Rio Grande do Sul – UFRGS, Porto Alegre, RS, Brazil.

Corresponding Author:

Fernanda Coradini Noal

Faculdade de Odontologia – UFRGS

Departamento de Cirurgia e Ortopedia

Rua Ramiro Barcelos, 2492

Bairro: Santa Cecília

CEP: 90035-003 (Brazil)

Telefone: (51) 3308.5003

E-mail: fe_noal@hotmail.com

*To be submitted to Caries Research

ABSTRACT

The objective of the present work was to develop and characterize an adhesive resin added with tricalcium α -phosphate (α TCP), which has the potential to stimulate mineral deposition, evaluating its in vitro performance when used in adhesive restorations of deciduous teeth submitted to selective removal Of carious tissue. Sixty posterior deciduous teeth with deep caries lesions in the inner half of dentin were submitted in vitro to the selective removal of carious tissue and restored using adhesive system with 0% and 2% incorporation of α TCP (n = 30). Adhesive resins were characterized by polymerization rate and conversion degree (n = 3) and solvent degradation assays. The restorative performance was evaluated by means of immediate and longitudinal trials (6 months) of conversion grade, bond strength to microtraction (Two-Way ANOVA p <0.05) in the control group in 24 hours (2,899) and six months after 2,450), the experimental group (2,646) at 24 hours and six months (2,646). There was an increase in hardness over time and mineral deposition by Raman Spectroscopy, the experimental group presented higher deposition (3 months).

Key Words: Calcium phosphates, Dentin remineralization, Mineral deposition.

1. Introduction

The advancement of laboratory and clinical research in dentistry has provided a better understanding of the etiology and development of caries disease, making the evolution of adhesive materials in recent decades contemplate a more conservative approach to carious lesion [Leal et al., 2014]. Selective removal to firm dentine has demonstrated effectiveness clinical, radiographic and lower risk of pulpal exposure [Falster et al, 2002; Franzon et al, 2007, 2014,2015., Casagrande et al, 2010].

Franzon et al., [2015] demonstrated through a clinical trial in deciduous teeth that restorations after Selective removal to firm dentine presented a less satisfactory performance than those performed after total caries removal (TCR). [Hevinga et al.,2010] found a reduction of the in vitro fracture resistance of occlusal composite restorations performed on carious dentine compared with total caries removal restorations. The authors suggest that possibly these restorations present clinical failures over the time.

The low values of adhesion and mechanical effects of teeth submitted to PCR can compromise the longevity of the restoration in the long term. The use of biomaterials has been widely researched in teeth submitted to PCR [Tay and Pashley, 2009].

Calcium phosphates are used in the preparation of biomaterials for remineralization. Thus, biomaterials that release calcium and phosphate ions can be incorporated into the adhesive system that will be used on the altered dentin, because the precipitation of these ions can stimulate the formation of hydroxyapatite [Gandolfi et al., 2010].

The aim of this study was develop and characterize an adhesive system with tricalcium α -phosphate (α TCP) to submit potential to stimulate mineral deposition, and evaluate in vitro performance when used in restoring teeth to PCR.

2. Subject and Methods

Experimental adhesive resins

The reagents bisphenol A glycol dimethacrylate (BisGMA), 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA), camphorquinone (CQ), ethyl 4-dimethylaminobenzoate (EDAB) and hydroxytoluene butylated (BHT) were used (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA). The experimental adhesive resins were formulated by mixing 66.66 wt% BisGMA and 33.33 wt% HEMA. CQ and EDAB were added, as the photo-initiator system, at 1 mol% according to the moles of monomer used; and BHT at 0.01 wt% as polymerization inhibitor. The experimental ion-releasing adhesive resin was obtained with the incorporation of the inorganic filler α TCP at 2 wt% (G2%), synthesized according to dos Santos et al [dos Santos, et al 2002] and presenting a mean particle size of 6,03 μ m [Portella 2015] An experimental adhesive resin without inorganic filler was used as control (G0%). All formulations were weighed with an analytical balance (AUW220D; Shimadzu, Kyoto, Japan), mixed and ultrasonicated (L100; Schuster, Santa Maria, RS, Brazil) to obtain homogenous solutions. To perform photoactivation, light source device used was Radium cal (1200 mW/cm², SDI, Bayswater, Victoria, Australia).

Softening in ethanol

To determine the resistance to degradation in solvent, 5 specimens per group (n=5) with 4 mm of diameter and 1 mm thick were used. The specimens were obtained with a

silicon matrix that was covered with a polyester strip and photoactivated for 20 seconds in both sides. Specimens were then embedded in an acrylic resin and polished in a polisher (Model 3v, Arotec, Cotia, SP, Brazil) with silicon carbide sandpapers (1000 and 1200 granulation) and a felt disc saturated with alumina suspension (Alumina, 0,5 μm , Arotec, Cotia, SP, Brazil). After, the specimens were dried at 37 °C for 24 h. Five indentations, 100 μm apart from each other, were assessed (at 10 g for 5 s) in each specimen with a microhardness tester (HMV 2; Shimadzu, Tokyo, Japan) in order to obtain the initial Knoop hardness number (KHN1). The specimens were immersed in a solution of 50% ethanol (Labsynth, Diadema, SP, Brazil) and 50% distilled water for 1 h and washed with distilled water. Another five indentations were assessed to determine the final Knoop hardness number (KHN2). The percentage difference of KHN1 and KHN2 was also calculated ($\Delta\text{KHN}\%$).

Polymerization kinetics and degree of conversion

The polymerization kinetics and degree of conversion for each experimental adhesive resin were evaluated via Fourier-transform infrared spectroscopy with a spectrometer (Vertex 70, Bruker Optics, Ettlingen, Germany) coupled to a horizontal attenuated total reflectance (ATR) device consisting of a diamond crystal (Platinum ATR-QL, Bruker Optics, Ettlingen, Germany). A support device was used to affix the light-curing unit at a distance of 1 mm from the top of the sample. The samples ($n = 3$) were directly dispensed onto the ATR crystal and photoactivated for 30 s by a light-emitting diode Radian Cal (1200 mW/cm^2 , SDI, Bayswater, Australia). One hundred scans were made at 10 kHz velocity and 4 cm^{-1} resolution, with an instrument aperture of 6 mm. Absorbance spectra were obtained using Opus software (Opus 6.5, Bruker Optics, Ettlingen, Germany), with Blackman-Harris 3-Term apodization over the range

of 4000 to 400 cm^{-1} . The degree of conversion was calculated considering the intensity of carbon-carbon double bond stretching vibration (correspondent peak at 1640 cm^{-1}) and using the aromatic carbon-carbon double bond stretching vibration at 1610 cm^{-1} from the polymerized and unpolymerized samples as an internal standard. Data were plotted and curve fitting was applied. In addition, the polymerization rate (R_p (s^{-1})) was calculated as the degree of conversion at time t subtracted from the degree of conversion at time $t-1$.

Tooth selection and preparation

Sixty extracted human posterior deciduous teeth with deep carious lesions, radiographically involving the inner pulpal third or quarter of dentine, were selected. The teeth were obtained under a protocol approved by the Research Ethics Committee of Federal University of Rio Grande do Sul, Brazil. They were stored in distilled water at 4°C until use. The teeth were submitted to selective removal to soft dentin. The necrotic tissue at the pulpal wall was removed with dentin excavators, and the cavity margins were prepared to hard dentin with low-speed round burs and dentin excavators. When necessary, the cavities were also assessed and prepared using high-speed round diamond burs under water cooling.

Bonding and restoring procedures

Specimens were randomly allocated into two groups ($n=30$) according to the adhesive resin used: (1) control, (2) experimental. Cavities were conditioned with 37% phosphoric acid etching of enamel for 15 s and dentine for 7 s. A commercial primer (Primer Scotch Bond Multi Purpose, 3 M ESPE, St. Paul, MN, USA) was actively applied to dentin for 20 s and air-dried until solvent was visually volatilized. Adhesives

resins were applied and light-cured for 20 s using a LED unit Radium Cal (1200 mW/cm², SDI, Australia), followed by placement of two 2 mm-thick increments of a resin composite (Filtek Z350XT, 3M-ESPE, St. Paul, USA), light-cured for 40 s each. After resin composite restoration, the teeth were stored in distilled water at 37 °C for 24 h. The longitudinal storage of samples will be in SBF [Kokubo, et al 2006].

Microtensile bond strength and failure pattern analysis

The teeth were longitudinally sectioned in slices using a diamond saw (Isomet, Buehler, Lake Bluff, USA). One slice per tooth from the middle of the cavity was kept and the others were further sectioned in sticks (0.7 mm x 0.7 mm). The specimens from each group were then randomly reassigned into two subgroups (n=15) according to the storage time before testing: (1) no storage, (2) 6 months in simulated body fluid (SBF). The SBF was renewed at each 15 days. The specimens were fixed in a metallic device by using cyanoacrylate adhesive, and submitted to the microtensile bond strength at a universal testing machine (EZ-SX Series; Shimadzu) with a crosshead speed of 1 mm/min. The fracture pattern was evaluated with a stereomicroscope (HMV2; Shimadzu) and classified as adhesive, mixed, cohesive in dentin or cohesive in composite.

Knoop hardness

One slice per tooth was kept and stored in SBF during 6 months. Initially, the slices were hand-polished using 600#, 1200#, 1500# and 2000#-grits SiC abrasive papers and felt disc saturated with an alumina suspension (Alumina, 1 µm, Arotec, Cotia, SP, Brazil), under water irrigation (60 s each step). The specimens were subjected to a microhardness test in which five lines of indentations (10 g/5 s) starting 10 µm from the

cavity floor toward the pulp chamber wall and 100 μm apart of each other were evaluated. A 100- μm distance was left between each point in lines, resulting in 6 measurement points at 10, 110, 210, 310, 410 and 510 μm from the cavity floor. Microhardness was assessed using a digital microhardness tester (HMV 2, Shimadzu, Tokyo, Japan). This analysis was done at baseline, after 3 months and after 6 months of SBF storage. The slices were maintained vertically suspended in SBF to avoid that the precipitated hydroxyapatite to be deposited on the specimens' surface.

Interface analysis for mineral deposition

Micro-Raman spectroscopy was performed, using a SENTERRA Raman Microscope (Bruker Optics, Ettlingen, Germany), to assess mineral deposition of one stick per teeth. The same side of the stick was analyzed at baseline, and after 1 and 2 months of storage in SBF. The following micro-Raman parameters were used: a 100 mW diode laser with 785 nm wavelength and spectral resolution of $\sim 3.5\text{ cm}^{-1}$, with 5 coadditions and an accumulation time of 3 s. A two-dimensional mapping was performed over a square of 500 μm x 500 μm , at intervals of 20 μm using a computerized XYZ stage. It covered the composite resin, adhesive layer, hybrid layer and caries-affected dentin. Spectra were acquired between 110 and 1540 cm^{-1} , and with the software Opus7.2 (Bruker Optics, Ettlingen, Germany) the correspondent peak of PO_4 (960 cm^{-1}) were used for integration.

Sample Calculation

The sample number was established according to the literature for the conversion degree and polymerization rate tests [Collares et al., 2011], and degradation in solvent [Leitune et al., 2013]. For the microtensile test the sample number was based on a study

that used 16 teeth per group to evaluate the bond strength to microtraction in dentin affected by caries after partial removal of carious tissue by different methods (Hamama et al., 2014). The parameters used for the sample calculation were: minimum significant difference (5 MPa), mean (26.1 MPa), estimated standard deviation of residues (3.7 MPa) and number of groups (4). The sample calculation was performed with the statistical analysis program SigmaPlot 12.0 (Systat Software Inc., San Jose, USA) for a significance level of 5% and a study power of 80%.

Statistical analysis

The paired t-tests and one-way ANOVA for solvent degradation, and one-way ANOVA and Tukey to Degree of conversion. The Two-way ANOVA (RM) for Knoop hardness and microtraction Two-way ANOVA.

3. Results

The characterization of the experimental adhesive system required information on how this new material behaves in the face of solvent degradation. The experimental adhesive resin showed the same initial Knoop hardness (KHN1) of control group. After the immersion in solvent, all groups showed decreased values of microhardness (KHN2). There was no difference between the groups for percentage of reduction (Δ KHN%).

The Table 1 presents a resistance to solvent degradation, per group KHN1 (Knoop hardness initial), KHN2 (Knoop hardness final) and Δ KHN% (Knoop hardness percentage of reduction).

Table 1 Microhardness values before (KHN1) and after the immersion in solvent (KHN2) and the percentage variation of microhardness value (Δ KHN%) and degree of conversion (DC%) for experimental adhesive resins.

	KHN1	KHN2	Δ KHN%	DC(%)
Contr	23,48 (\pm 1,58) Aa	15,16 (\pm 1,61) b	35,51 (\pm 3,81) A	62,16 (\pm 0,31)
Exp	21,40 (\pm 5,79) Aa	14,83 (\pm 3,44) b	26,49 (\pm 25,48) A	63,0(\pm -0,82)

Different capital letter indicates statistical difference in same column ($p < 0.05$).

Different small letter indicates statistical difference in same row ($p < 0.05$).

The Polymerization kinetics of experimental adhesive resins are shown in Figure 1 and 2.

Figure 1. Polymerization rate as a function of time (experimental resin)

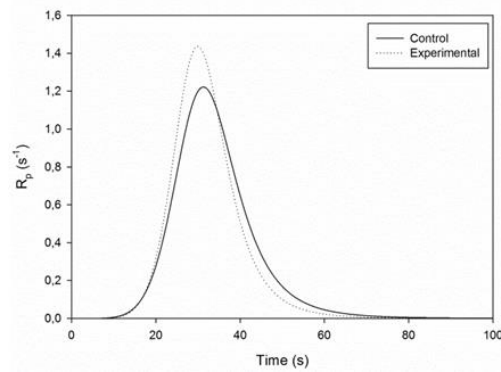
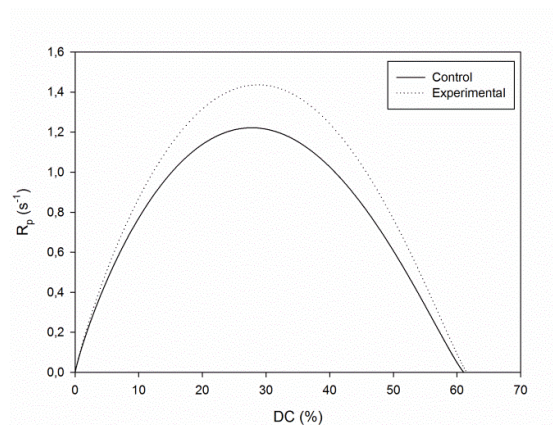


Figure 2. Degree of conversion of experimental adhesive resins.



On the performance tests of adhesive systems Microtensile bond strength values, there was no statistical difference between the groups for immediate and after aging bond strengths.

The table 2 presents Microtensile bond strength immediate and after 6 months of SBF storage, there was no statistical difference between the groups for immediate and after aging bond strengths. The microtensile remained stable after six months.

Table 2 Microtensile bond strength immediate and after six months of SBF storage.

	24h	6m
Ctroll	21,988 (+/- 2,899) Aa	19,055 (+/- 2,450) Aa
Experimental	14,431 (+/- 2,646) Aa	21,03 (+/- 2,646) Aa

Different capital letter indicates statistical difference in same column ($p < 0.05$). Different small letter indicates statistical difference in same row ($p < 0.05$).

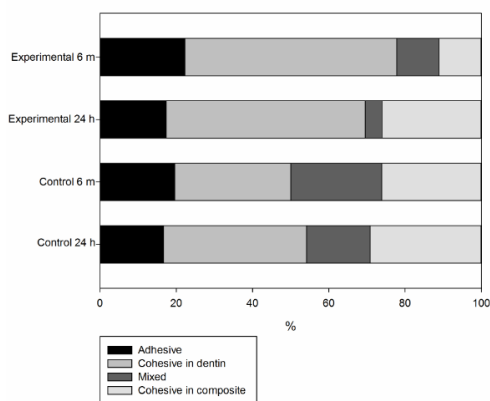
There was no difference between them for the same depth and time of evaluation, except on the depths 300 and 400 (24h). From 100 μm depth to 500 μm depth it could be observed an increasing or a maintenance in Knoop hardness for both groups when comparing 24 h and 3 m values. All the values are shown in Table 3.

Table 3 Knoop hardness values according depth and time.

	Depth	24h	3m	6m
Ctroll	10	9,735 ($\pm 7,81$) Ab	16,285 ($\pm 6,64$) Aa	14,550 ($\pm 6,29$) Aa
Exp	10	9,008 ($\pm 11,98$) Ab	16,805 ($\pm 4,54$) Aa	15,161 ($\pm 4,51$) Aa
Ctroll	100	12,205 ($\pm 6,12$) Ab	19,899 ($\pm 9,9$) Aa	17,625 ($\pm 4,01$) Aa
Exp	100	8,383 ($\pm 4,86$) Ab	17,010 ($\pm 4,96$) Aa	16,747 ($\pm 5,37$) Aa
Ctroll	200	13,563 ($\pm 4,82$) Ab	19,620 ($\pm 9,6$) Aa	25,066 ($\pm 3,7$) Aa
Exp	200	8,313 ($\pm 5,8$) Ab	18,568 ($\pm 17,3$) Aa	24,395 ($\pm 22,8$) Aa
Ctroll	300	13,563 ($\pm 3,9$) Aa	19,620 ($\pm 13,04$) Aa	25,066 ($\pm 3,6$) Aa
Exp	300	8,313 ($\pm 6,92$) Ab	18,568 ($\pm 4,22$) Aa	24,395 ($\pm 15,64$) Aa
Ctroll	400	20,384 ($\pm 13,5$) Aa	20,321 ($\pm 14,7$) Aa	21,935 ($\pm 5,59$) Aa
Exp	400	12,188 ($\pm 9,01$) Ab	21,694 ($\pm 5,77$) Aa	18,205 ($\pm 5,80$) Aab
Ctroll	500	14,933 ($\pm 6,13$) Ab	20,245 ($\pm 13,35$) Aa	22,2 ($\pm 5,9$) Aa
Exp	500	11,128 ($\pm 8,89$) Ab	21,133 ($\pm 23,01$) Aa	17,755 ($\pm 7,35$) Aa

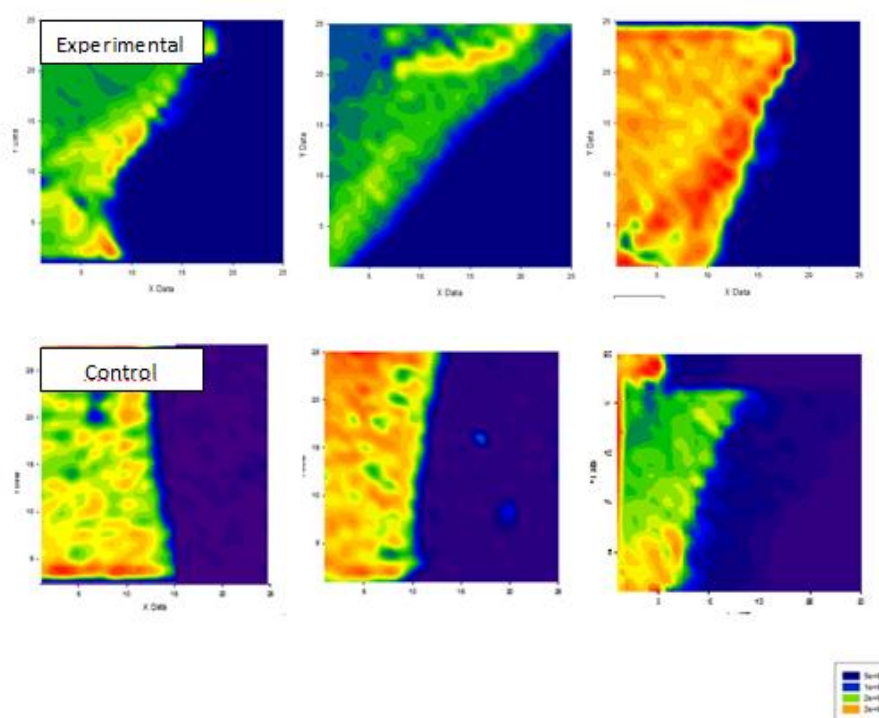
Different capital letter indicates statistical difference in same column for the same depth ($p < 0.05$). Different small letter indicates statistical difference in same row ($p < 0.05$).

The cohesive dentin fracture pattern was predominant in all groups. The control group, immediately (37,5%) and after 6 months (30,43%). The experimental group, both cohesive dentin fracture patterns (52,17%) in 24 hours and after 6 months the cohesive dentin (55,5%) (Figure 2).



The figure 3 presented a mineral deposition analyzed by Raman spectroscopy, and be observed an increased mineral content over time for the experimental group.

Figure 3 Representative images of mineral deposition at dentin/adhesive resin interfaces of control and experimental evaluated by Raman spectroscopy using the the correspondent peak of PO_4 (960 cm^{-1}) for integration.



4. Discussion

The PCR causes concern about the increase of other non-pulpal risks to the tooth [Schwendicke et al, 2013]. The hypothesis is that the reduced adhesion strength of carious dentin and the mechanical effects of softened dentin could compromise the longevity of the restoration in the long term. Therefore, the possible acceleration of marginal degradation with gaps formation could increase susceptibility to adjacent caries and increase micro infiltration [Schwendicke et al, 2014].

The higher bond strengths are achieved when a restoration material is bonded to sound instead of carious dentin [Xie et al., 1996; Yoshiyama et al., 2002; Say et al., 2005] and carious dentin is softer and has a lower Young's modulus than sound dentin [Marshall et al., 2001; Zheng et al., 2003]. Both factors may result in larger deformation of the tooth-restoration complex, leading to higher marginal stresses and increased susceptibility to fatigue failure.

The demineralized dentin may not sufficiently support the restoration and may reduce adhesion between the adhesive restoration and the tooth. Youshiama et al. [2002] found significantly higher values of bond strength in healthy dentin when compared to dentin and infected dentin, the latter of which presented the worst results.

The aim of this study were to develop and characterized an adhesive resin with the incorporation of α -tricalcium phosphate (α TCP), to induce intrafibrillar collagen biomimetic remineralization, to the bonding longevity of the resin-dentin interface could be enhanced and the mechanical properties restored [Niu L, et al; 2014]. The addition of 2% of α TCP might not have been sufficient to represent a reduction in the fraction of polymeric matrix, which is in turn degraded by the solvent, and result in a reduced variation on Knoop hardness [Leitune, et al; 2013]. Because the initial value of

Knoop hardness of experimental group was the same as when compared to control group.

The incorporation of fillers may also affect the polymerization behavior, by acting like rigid centers for chain initiation [Farooq, et al; 2000]. In this study, the incorporation of α TCP did not influence the degree of conversion of adhesive resin, possibly because it was added at a concentration of 2 %. Regarding the polymerization kinetics, the polymerization rate of experimental group was higher than control group. The filler addition increases the viscosity of the mixture, and the limited mobility results in an autoacceleration at a higher rate and more rapid [Ribeiro, et al.,1999; Miller, et al., 1962]. Also, the α TCP may have increased the polymerization reaction due to diffraction and scattering effects, which influence the availability of light energy within the polymer [Miller, et al., 1962].

The performance of experimental adhesive resin, were observed important results like of hardness knoop From 100 μ m depth to 500 μ m depth it could be observed an increasing or a maintenance in Knoop hardness for both groups when comparing 24 h and 3 m values, this situation was the in a study of Dalpian e colaboradores em 2012 When the microhardness was analyzed toward the pulp, the intermediate depths (200–600 μ m) showed a significant increase for the treated teeth , compared with decayed teeth, suggesting mineral gain (remineralization) in the affected area. Maybe the depth of the lesion was a factor that negatively influenced the fracture resistance and also the cusp deflection was significantly increased in teeth with selective removal of carious tissue in deep cavities. The difficulty of adhesion may impair cusp deflection, since adequate adhesive restoration can stabilize a cusp deflection in large cavities [Schwendicke, et al., 2014].

The experimental adhesive resins showed the largest deposition (top-down) on the interface over time, compared with control group. This information is important to possible future clinical studies, because the deposition associated with non-collagenous proteins along with specific MMPs and other important enzymes secreted by odontoblasts may play critical roles in orchestrating the mineralization of dentin [Li-Niu, et al., 2013].

References

1. Casagrande L., Bento L.W, Dalpian D.M, Garcia-Godoy F., de Araujo F.B, Indirect pulp treatment in primary teeth: 4-year results, **Am. J. Dent.** 2010; 23: 34–38.
2. Casagrande, L, Falster C.A, Di Hipolito V., De Goes M.F., Straffon L.H., Nor J.E, et al., Effect of adhesive restorations over incomplete dentin caries removal: 5- year follow-up study in primary teeth, **J. Dent. Child** 2009; 76: 117–122.
3. Collares, F. M.; Ogliari, F. A.; Zanchi, C. H.; Petzhold, C. L.; Piva, E.; Samuel, S. M. Influence of 2-hydroxyethyl methacrylate concentration on polymer network of adhesive resin. **J Adhes Dent.** 2011; 13: 125-129.
4. Dos Santos L.A, Carrodeguas R.G, Rogero S.O, Higa O.Z, Boschi A.O, De Arruda A.C. Alpha-tricalcium phosphate cement: "in vitro" cytotoxicity. **Biomaterials**; 2002; 23;. 20, 35-42.
5. Falster CA, Araujo FB, Straffon LH, Nör JE. Indirect pulp treatment: In vivo outcomes of an adhesive resin system vs calcium hydroxide for protection of the dentin-pulp complex. **Pediatr Dent.** 2002 ; 24: 241-48.

6. Farooq N.S., Coll J.A., Kuwabara A., Shelton P. Success rates of formocresol pulpotomy and indirect pulp therapy in the treatment of deep dentinal caries in primary teeth. **Pediatr. Dent.** 2000; 22: 278–286.
7. Franzon R, Casagrande L, Pinto AS, García-Godoy F, Maltz M, de Araujo, FB. Clinical and radiographic evaluation of indirect pulp treatment in primary molars: 36 months follow-up. **Am J Dent.** 2007; 20; 189:192.
8. Franzon R, Guimarães LF, Magalhães C, Haas AN, Araujo FB. Outcomes of one-step incomplete and complete excavation in primary teeth: a 24-month randomized controlled trial. **Caries Res.** 2014; 48:376-383.
9. Franzon R, Opdam NJ, Guimarães LF, Demarco FF, Casagrande L, Haas AN, Araujo FB. Randomized controlled clinical trial of the 24-months survival of composite resin restorations after one-step incomplete and complete excavation on primary teeth. **J Dent** 2015; 43: 1235-41.
10. Gandolfi MG, Ciapetti G, Taddei P, Perut F, Tinti A, Cardoso MV, Van Meerbeek B, Prati C. Apatite formation on bioactive calcium-silicate cements for dentistry affects surface topography and human marrow stromal cells proliferation. **Dent Mater** 2010;26: 974-92.
11. Hevinga M.A, Opdam N.J, Frencken J.E., Truin G.J., Huysmans M.C. Does incomplete caries removal reduce strength of restored teeth, **J. Dent. Res** 2010; 89: 1270–1275.
12. Kokubo T, Takadama H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? **Biomaterials** 2006;27:2907-15.
13. Leal, A.S. Minimal intervention dentistry in the management of the paediatric patient. **Br Dent J.** , 2014; 13: 623-627. 2014.

14. Leitune VC, Collares FM, Trommer RM, ANDRIOLI DG, BERGMANN CP, Samuel SM . The addition of nanostructured hydroxyapatite to an experimental adhesive resin. **J Dent** 2013; 41: 321-327.
15. Marshall GW, Habelitz S, Gallagher R, Balooch M, Balooch G, Marshall SJ. Nanomechanical properties of hydrated carious human dentin. **J Dent Res.** 2001; 80: 1768-71.
16. Miller,W., Massler ,M, Permeability and staining of active and arrested lesions in dentine, **Br. Dent. J.** 1962; 62: 187–197.
17. Niu LN, Jiao K, Ryou H, Yiu CK, Chen JH, Breschi L, Arola DD, Pashley DH, Tay FR. Multiphase intrafibrillar mineralization of collagen. **Angew Chem Int Ed Engl.** 2013; 52: 5762-6.
18. Niu LN, Zhang W, Pashley DH, Breschi L, Mao J, Chen JH, Tay FR . Biomimetic remineralization of dentin. **Dent Mater** 2014; 30: 77-96.
19. Portella, F. F.; Collares, F. M.; Dos Santos, L. A.; Dos Santos, B. P.; Camassola, M.; Leitune, V. C. et al. Glycerol salicylate-based containing α tricalcium phosphate as a bioactive root canal sealer. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.**2015,. 3.1663-9.
20. Ribeiro C.C, Baratieri L.N, Perdigao J, Baratieri N.M, Ritter A.V. A clinical, radiographic, and scanning electron microscopic evaluation of adhesive restorations on carious dentin in primary teeth, **Quintessence Int.** 1999; 30: 591–599.
21. Say EC, Nakajima M, Senawongse P, Soyman M, Özer F, Tagami. Bonding to sound vs caries-affected dentin using photo- and dual-cure adhesives. **Oper Dent** 2005; 30: 90-98.

22. Schwendicke F, Dörfer CE, Paris S. Incomplete caries removal: a systematic review and meta-analysis. **J Dent Res.** 2013; 92: 306-314.
23. Schwendicke F, Kern M, Blunck U, Dörfer CE, Drenck J, Paris S. Marginal integrity and secondary caries of selectively excavated teeth in vitro. **J Dent.** 2014; 42: 261-268.
24. Tay, F. R.; Pashley, D. H. Biomimetic remineralization of resin-bonded acid-etched dentin. **J Dent Res.** 2009; 88: 719-724.
25. Xie, J., Flaitz, C.M., Hicks, M.J., Powers, J.M. Bond strength of composite to sound and artificial carious dentin. **Am J Dent** 1996; 9: 31-3.
26. Yoshiyama, M., Tay, FR., DOI, J., Nishitani, Y., Yamada, T., Itou, K. Bonding of self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. **J Dent Res** 2002 ; 81: 556-60.
27. Zheng L, Hilton JF, Habelitz S, Marshall GW. Dentin caries activity status related to hardness and elasticity. **Eur J Oral Sci** 2013; 11: 243-252.

4. Considerações finais

A técnica da RSTC em dentes decíduos apresenta bons resultados clínicos e radiográficos, além de preservação da estrutura dental com consequente diminuição do risco de exposição pulpar, refletindo assim em um menor tempo de consulta, sendo este quesito fundamental para o melhor manejo dos pacientes pediátricos.

As taxas de sucesso em restaurações adesivas (sobrevida) para RSTC em ensaios clínicos tem se mostrado menor comparado a RTTC. Com objetivo de melhorar o desempenho restaurador da técnica adesiva em dentes decíduos, o intuito do presente artigo foi desenvolver e caracterizar uma resina adesiva com a incorporação de um

fosfato de cálcio (alpha-TCP) visando aumento da deposição mineral e conseqüentemente uma melhor performance do substrato para fins de desempenho clínico da restauração. Este ganho estaria materializado nos resultados extraídos dos ensaios de resistência de união e dureza Knoop.

Na análise em Espectroscopia Raman, foi possível observar uma maior deposição mineral no grupo experimental, porém insuficiente para um considerável aumento dos valores de Microdureza Knoop e Resistência de União à microtração quando comparada à resina adesiva controle. No entanto, há que se considerar uma limitação no presente estudo por ter sido avaliado o desempenho dessa resina experimental por apenas seis meses. Um período maior de acompanhamento é importante ser realizado e analisado, para que estes resultados sejam extrapolados para a prática clínica.

Não se trata de uma ação com vistas à resposta biológica do complexo dentina-polpa, até porque a literatura já o faz com muita sustentação pelas evidências disponíveis. Trata-se de uma ação voltada para a melhoria das condições daquele substrato desmineralizado deixado intencionalmente na parede pulpar implicado em uma melhor adesão. Assim está sendo sugerido que para uma melhora do desempenho do alpha-TCP seja realizada através da união do mesmo à análogos biomiméticos. Com a utilização desses na presença de uma resina adesiva que libere íons cálcio e fosfato é constituída uma remineralização intrafibrilar da matriz colágena. A recuperação do conteúdo mineral desse compartimento da dentina tem sido reportado como essencial para a recuperação do módulo de elasticidade e da dureza da dentina cariada.

Outro aspecto importante a ser considerado é que por tratar-se de um estudo *in vitro* não foi possível determinar como será o comportamento do alpha-TCP junto às reações do complexo dentina-polpa, como por exemplo, a esclerose dentinária, que

consiste na deposição de minerais nos túbulos dentinários, e dos fatores de crescimento, potencialmente disponíveis na matriz dentinária em casos de injúria.

Diante dos animadores resultados apresentados no artigos, é possível recomendar que o potencial dos biomateriais, como a adição do alpha-TCP em resina adesiva, deve ser alvo de mais estudos, especificamente na Odontopediatria em situações clínicas onde técnicas de mínima intervenção em lesões cariosas estariam indicadas.

REFERÊNCIAS

1. AL-ZAYER, M.A.; STRAFFON, L.H.; FEIGAL, R.J.; WELCH, K.B. Indirect pulp treatment of primary posterior teeth: A retrospective study. **Pediatr. Dent.**, Chicago, v. 25, no. 1, p. 29-36, Jan./Feb. 2003.
2. ARCIS, R. W., LOPEZ-MACIPE, A.; TOLEDANO, M.; OSORIO, E.; RODRIGUEZ-CLEMENTE, R.; MURTRA, J. et al. Mechanical properties of visible light-cured resins reinforced with hydroxyapatite for dental restoration. **Dent Mater**, v. 18, n. 1, p. 49-57. 2002.
3. BJÖRNDAL, L.; LARSEN, L. Changes in the cultivable flora in deep carious lesions following a stepwise excavation procedure. **Caries Res.**, Basel, v. 34, n. 6, p. 502-508, 2000.
4. CASAGRANDE, L.; BENTO, L.W.; DALPIAN, D.M.; GARCÍA-GODOY, F.; DE ARAUJO, F.B. Indirect pulp treatment in primary teeth: 4-year results. **Am J Dent**, v.23, no. 1, p. 34-38, 2010.

5. CASAGRANDE, L.; FALSTER, C. A.; DI HIPOLITO, V.; DE GOES, M. F.; STRAFFON, L. H.; NOR, J. E. et al. Effect of adhesive restorations over incomplete dentin caries removal: 5-year follow-up study in primary teeth. **J Dent Child**, v. 76, n. 2, p. 117-122. 2009.
6. COLLARES, F. M.; OGLIARI, F. A.; ZANCHI, C. H.; PETZHOLD, C. L.; PIVA, E.; SAMUEL, S. M. Influence of 2-hydroxyethyl methacrylate concentration on polymer network of adhesive resin. **J Adhes Dent**, v. 13, n. 2, p. 125-129. 2011.
7. Dalpian DM, Ardenghi, TM, Demarco FF, Garcia-Godoy F, De Araujo FB, Casagrande L. Clinical and radiographic outcomes of partial caries removal restorations performed in primary teeth. **Am J Dent**. v. 27, n.2, p.68-72.2014
8. DOS SANTOS LA, CARRODEGUAS RG, ROGERO SO, HIGA OZ, BOSCHI AO, DE ARRUDA AC. Alpha-tricalcium phosphate cement: "in vitro" cytotoxicity. **Biomaterials**; v .23; n. 20, p..35-42. 2002.
9. ERHARDT, M. C.; TOLEDANO, M.; OSORIO, R.; PIMENTA, L. A. Histomorphologic characterization and bond strength evaluation of caries-affected dentin/resin interfaces: effects of long-term water exposure. **Dent Mater**, v. 24, n. 6, p. 786-798, 2008.
10. F.B. Analysis of primary tooth dentin after indirect pulp capping. **J Dent Child**.v. 75, n.3, p. 295-300, 2008.

11. FALSTER, C.A., ARAÚJO, F.B., STRAFFON, L.H., NOR, J.E. Indirect pulp treatment: in vivo outcomes of an adhesive resin system vs calcium hydroxide for protection of the dentin-pulp complex. **Pediatr Dent**, v.24, n.3, p 241-248. 2002.

12. FAROOQ, N.S., COLL, J.A., KUWABARA, A., SHELTON, P. Success rates of formocresol pulpotomy and indirect pulp therapy in the treatment of deep dentinal caries in primary teeth. **Pediatr Dent**, v. 22, n. 4, p. 278-86.2000.

13. FRANZON R, OPDAM NJ, GUIMARÃES LF, DEMARCO FF, CASAGRANDE L, HAAS AN, ARAUJO FB. Randomized controlled clinical trial of the 24-months survival of composite resin restorations after one-step incomplete and complete excavation on primary teeth. **J Dent**. v.43, n.10, p. 1235-41, 2015.

14. FRANZON, R.; GOMES, M.; PITONI, C. M.; BERGMANN, C. P.; ARAUJO, F. B. Dentin rehardening after indirect pulp treatment in primary teeth. **J Dent Child** , v. 76, n. 3, p. 223-228. 2009.

15. FRENCHEN, J.E., PETERS, M.C., MANTON, D.J, LEAL, S.C., GORDAN, VV., EDEN.,E . Minimal intervention dentistry for managing dental caries - a review: report of a FDI task group. **Int Dent J**, v. 5, p. 223-243. 2012.

16. FUSAYAMA, T. Two layers of carious dentin; diagnosis and treatment. **Oper Dent**, v. 4, n. 2, p. 63-70. 1979.

17. GANDOLFI MG, CIAPETTI G, TADDEI P, PERUT F, TINTI A, CARDOSO MV, VAN MEERBEEK B, PRATI C. Apatite formation on bioactive calcium-silicate cements for dentistry affects surface topography and human marrow stromal cells proliferation. **Dent Mater** v.26, n.10, p. 974-92. 2010.

18. HAJ-ALI, R.; WALKER, M.; WILLIAMS, K.; WANG, Y.; SPENCER, P. Histomorphologic characterization of noncarious and caries-affected dentin/adhesive interfaces. **J Prosthodont**, v. 15, n. 2, p. 82-88. 2006.

19. ITO, S.; SAITO, T.; TAY, F. R.; CARVALHO, R. M.; YOSHIYAMA, M.; PASHLEY, D. H. Water content and apparent stiffness of non-caries versus caries-affected human dentin. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v. 72, n. 1, p. 109-116. 2005.

20. KOKUBO T, TAKADAMA H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? **Biomaterials.**, v.27, p. 2907-15. 2006

21. LEAL, A.S. Minimal intervention dentistry in the management of the paediatric patient. **Br Dent J.** , v. 13, p. 623-627. 2014.

22. LEITUNE, V. C.; COLLARES, F. M.; TROMMER, R. M.; ANDRIOLI, D. G.; BERGMANN, C. P.; SAMUEL, S. M. The addition of nanostructured hydroxyapatite to an experimental adhesive resin. **J Dent**, v. 41, n. 4, p. 321-327. 2013.
23. LEKSELL E; RIDELL K, CVEK M, MEJÀRE I. Pulp exposure after stepwise versus direct complete excavation of deep carious lesions in young posterior permanent teeth. **Endod Dent Traumatol**, v. 12, n. 4,p.192-196,1996.
24. LULA ECO, MONTEIRO-NETO V, ALVES CMC, RIBEIRO CCC. Microbiological analysis after complete or partial removal of carious dentin in primary teeth: a randomized clinical trial. **Caries Res.**;v.43,n.5, p.354-358, 2009.
25. LULA, E.C.O., MONTEIRO-NETO, V., ALVES, C.M.C., RIBEIRO, C.C.C. Microbiological analysis after complete or partial removal of carious dentin in primary teeth: a randomized clinical trial. **Caries Res.** v. 43, n.5, p. 354-358, 2009.
26. MAGNUSSON BO, SUNDELL SO. Stepwise excavation of deep carious lesions in primary molars. **J Int Assoc Dent Child.**; v. 8, n.2, p. 36-40, 1977.
- MARCHI JJ, ARAUJO FB, FRÖNER AM, STRAFFON LH, NÖR JE. Indirect pulp capping in the primary dentition: A 4 year follow-up study. **J Clin Pediatr Dent.**;v. 31, n.2, p. 68-71.2006.

27. MELO, M. A.; CHENG, L.; ZHANG, K.; WEIR, M. D.; RODRIGUES, L. K.; XU, H. H. Novel dental adhesives containing nanoparticles of silver and amorphous calcium phosphate. **Dent Mater**, v. 29, n. 2, p. 199-210. 2013.
28. NAKAJIMA, M.; KITASAKO, Y.; OKUDA, M.; FOXTON, R. M.; TAGAMI, J. Elemental distributions and microtensile bond strength of the adhesive interface to normal and caries-affected dentin. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v. 72, n. 2, p. 268-275. 2005.
29. NIWA, K.; OGAWA, K.; MIYAZAWA, K.; AOKI, T.; KAWAI, T.; GOTO, S. Application of alpha-tricalcium phosphate coatings on titanium subperiosteal orthodontic implants reduces the time for absolute anchorage: a study using rabbit femora. **Dent Mater J**, v. 28, n. 4, p. 477-486. 2009.
30. ORHAN, A.I.; OZ, F.T.; OZCELIK, B.; ORHAN, K. A clinical and microbiological comparative study of deep carious lesions treatment in deciduous and young permanent molars. **Clin Oral Invest**, v.12, n.4, p. 369-378, Dec, 2008.
31. PETERS, M. C.; BRESCIANI, E.; BARATA, T. J.; FAGUNDES, T. C.; NAVARRO, R. L.; NAVARRO, M. F. et al. In vivo dentin remineralization by calcium-phosphate cement. **J Dent Res**, v. 89, n. 3, p. 286-291. 2010.

32. PINTO, A.S., DE ARAUJO, F.B., FRANZON, R, FIGUEIREDO, M.C., HENZ, S., GARCIA-GODOY, F, et al.: Clinical and microbiological effect of calcium hydroxide protection in indirect pulp capping in primary teeth. **Am J Dent**, v.19, n.6, p.382-386, 2006.
33. PORTELLA, F. F.; COLLARES, F. M.; DOS SANTOS, L. A.; DOS SANTOS, B. P.; CAMASSOLA, M.; LEITUNE, V. C. et al. Glycerol salicylate-based containing α tricalcium phosphate as a bioactive root canal sealer. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v. 3, n.8,p.1663-9.2015
34. PUGACH, M. K.; STROTHER, J.; DARLING, C. L.; FRIED, D.; GANSKY, S. A.; MARSHALL, S. J. et al. Dentin caries zones: mineral, structure, and properties. **J Dent Res**, v. 88, n. 1, p. 71-76. 2009.
35. SCHWENDICKE, F., DÖRFER, CE., PARIS, S. Incomplete caries removal: a systematic review and meta-analysis. **J Dent Res**. v. 92, n. 4, p. 306-14, 2013.
36. TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Biomimetic remineralization of resin-bonded acid-etched dentin. **J Dent Res**, v. 88, n. 8, p. 719-724. 2009.
37. PORTELLA, F. F.; COLLARES, F. M.; DOS SANTOS, L. A.; DOS SANTOS, B. P.; CAMASSOLA, M.; LEITUNE, V. C. et al. Glycerol salicylate-based containing alpha- tricalcium phosphate as a bioactive root canal sealer. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**. v.103, n. 8, p. 1663-1669. 2015.

38. WANG Y, SPENCER P, WALKER MP (2007) Chemical profile of adhesive/caries-affected dentin interfaces using Raman microspectroscopy. **J Biomed Mater Res**, v. 81, n.279-286, 2007.
39. XIE, J., FLAITZ, C.M., HICKS, M.J., POWERS, J.M. Bond strength of composite to sound and artificial carious dentin. **Am J Dent**. v.9, n.1, p. 31-3, 1996.
40. YOUSHIAMA M, TAY FR, DOI J, Nishitani Y, YAMADA T, ITOU K, CARVALHO RM, Nakagima M, Pashley DH. Bonding of self-etch and total etch adhesives to carious dentine. **J Dent Res**. v.81, n.8, p. 556-60, 2002.



UFRGS - PRÓ-REITORIA DE
PESQUISA DA UNIVERSIDADE
FEDERAL DO RIO GRANDE DO



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: RESINA ADESIVA ACRESCIDADA DE β -FOSFATO TRICALCICO: CARACTERIZAÇÃO E POTENCIAL DE REMINERALIZAÇÃO BIOMIMÉTICA EM DENTES DECÍDUOS

Pesquisador: Fernando Borba de Araujo

Área Temática:

Versão: 2

CAAE: 60959516.7.0000.5347

Instituição Proponente: Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 1.885.419

Apresentação do Projeto:

O projeto de pesquisa "Resina adesiva acrescida de β -fosfato tricálcico: caracterização e potencial de remineralização biomimética em dentes decíduos" é coordenado pelo Prof Dr Fernando Borba de Araújo, e constitui projeto de mestrado da aluna Fernanda Coradini Noal, do PPG Odontologia da UFRGS.

Objetivo da Pesquisa:

O objetivo do projeto é desenvolver e caracterizar um sistema adesivo com a incorporação de β -fosfato tricálcico que apresente potencial de estimular a deposição mineral, e avaliar o seu desempenho em restaurações de dentes com dentina afetada por cárie.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Os autores indicam que há riscos associados ao procedimento de extração dentária, que não são relacionados diretamente à pesquisa, pois os dentes serão extraídos conforme indicação clínica. Os pesquisadores garantem a não divulgação dos dados relativos aos participantes que doarem os dentes.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Trata-se de um trabalho in vitro, que será realizado no Laboratório de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia da UFRGS. Será desenvolvida uma resina adesiva acrescida de alfa-

Endereço: Av. Paulo Gama, 110 - Sala 317 do Prédio Anexo 1 da Reitoria - Campus Centro
Bairro: Farroupilha CEP: 90.040-060
UF: RS Município: PORTO ALEGRE
Telefone: (51)3308-3738 Fax: (51)3308-4085 E-mail: etica@propeq.ufrgs.br



Continuação do Parecer: 1.005.419

fosfato tricálcico. Serão selecionados 60 dentes deciduos. Os testes realizados serão grau de conversão e taxa de polimerização, degradação em solvente, resistência de união a microtração, dureza Knoop e análise de Interface. Os grupos a serem avaliados são: G1 – ausência de alfa-fosfato tricálcico + avaliação após 24h; G2 – ausência de alfa-fosfato tricálcico + avaliação após 6 meses; G3 – ausência de alfa-fosfato tricálcico + avaliação após 24 horas; G4 – ausência de alfa-fosfato tricálcico + avaliação após 6 meses. Consta parecer consubstanciado da COMPEAQ-ODO, aprovando-o quanto ao mérito.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

- a) Concordância do responsável pelo Laboratório de Pesquisa - presente;
- b) Aprovação pela COMPEAQ-ODO - presente;
- c) TCLE - adequado;
- d) Termo Assentimento - adequado;
- e) Termo de doação de dente decíduo - adequado.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Os autores responderam aos questionamentos encaminhados em diligência. Os arquivos e o formulário da Plataforma Brasil foram atualizados.

- 1. A carta de anuência do Laboratório foi inserida.
- 2. O número de participantes e de dentes foi corrigido no projeto e no formulário da Plataforma Brasil (64 dentes deciduos, provenientes de 64 participantes).
- 3. Constava que os dentes serão obtidos em consultórios odontológicos. Solicitou-se termo de concordância de participação, emitido pelo Cirurgião-dentista. Os pesquisadores indicaram que os participantes potenciais serão pacientes recrutados na Clínica Infante-Juvenil da FO-UFRGS, em tratamento odontológico, que tiverem dentes com indicação de extração, e que preencham os critérios de inclusão.
- 4. Os critérios para seleção dos dentes foram incluídos.
- 5. Os riscos de participação na pesquisa foram incluídos no formulário da Plataforma Brasil e constam no TCLE, e medidas para minimizá-los.
- 6. As datas no cronograma foram adequadas.
- 7. O TCLE foi modificado e está adequado.
- 8. O Termo de doação de dentes foi incluído e as modificações foram realizadas.
- 9. Foi excluído o termo de doação de material biológico.

Projeto encontra-se em condições de aprovação quanto aos seus aspectos éticos, conforme a resolução 466/12 do Conselho Nacional de Saúde.

Endereço: Av. Paulo Gama, 110 - Sala 317 do Prédio Anexo 1 da Reitoria - Campus Centro
Bairro: Farroupilha CEP: 90.040-060
UF: RS Município: PORTO ALEGRE
Telefone: (51)3308-3738 Fax: (51)3308-4085 E-mail: etica@propesq.ufrgs.br



Continuação do Parecer: 1.005.419

Considerações Finais a critério do CEP:

Encaminha-se.

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Outros	declaracao.pdf	30/11/2016 09:16:56	MARIA DA GRAÇA CORSO DA MOTTA	Aceito
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_P ROJETO_772242.pdf	29/11/2016 17:05:34		Aceito
Outros	assentiment.pdf	29/11/2016 17:03:11	Femada Coradini Noal	Aceito
Outros	doacao.pdf	29/11/2016 16:58:41	Femada Coradini Noal	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	tcle231.pdf	29/11/2016 16:57:32	Femada Coradini Noal	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	projmestrado2.pdf	29/11/2016 16:54:49	Femada Coradini Noal	Aceito
Brochura Pesquisa	parecer.pdf	13/10/2016 15:06:00	Femada Coradini Noal	Aceito
Folha de Rosto	fr.pdf	20/09/2016 21:59:06	Femada Coradini Noal	Aceito

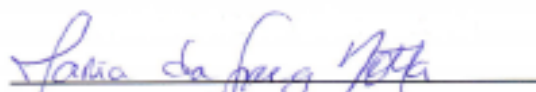
Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

PORTO ALEGRE, 04 de Janeiro de 2017


Assinado por:
MARIA DA GRAÇA CORSO DA MOTTA
(Coordenador)

Endereço: Av. Paulo Gama, 110 - Sala 317 do Prédio Anexo 1 da Reitoria - Campus Centro
Bairro: Farroupilha CEP: 90.040-060
UF: RS Município: PORTO ALEGRE
Telefone: (51)3308-3738 Fax: (51)3308-4085 E-mail: etica@propeq.ufrgs.br