

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS
ODONTOLÓGICAS ASSOCIAÇÃO COM PROGRAMA DE PÓS-
GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL
DO RIO GRANDE DO SUL**

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE SISTEMAS ADESIVOS
ATUAIS EM DENTINA SUBMETIDA A DIFERENTES
TRATAMENTOS**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Anelise Fernandes Montagner

Santa Maria, RS, Brasil, 2010.

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE SISTEMAS ADESIVOS
ATUAIS EM DENTINA SUBMETIDA A DIFERENTES
TRATAMENTOS**

por

Anelise Fernandes Montagner

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas da Universidade Federal de Santa Maria associação com Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Ciências Odontológicas; Especialidade: Dentística**

Orientador: Prof. Dr. Alexandre Henrique Susin

**Santa Maria, RS, Brasil
2010**

Universidade Federal de Santa Maria
Centro de Ciências da Saúde
Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas
associação com Programa de Pós-Graduação em Odontologia da
Universidade Federal do Rio Grande do Sul

A Comissão Examinadora, abaixo assinada, aprova a
Dissertação de Mestrado

RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE SISTEMAS ADESIVOS ATUAIS EM
DENTINA SUBMETIDA A DIFERENTES TRATAMENTOS

elaborada por
Anelise Fernandes Montagner

como requisito parcial para obtenção do grau de
Mestre em Ciências Odontológicas – Especialidade: Dentística

Comissão Examinadora:

Alexandre Henrique Susin, Dr. (UFSM)
(Presidente/Orientador)

Alessandra Nara de Souza Rastelli, Dr^a. (UNESP)

Roselaine Terezinha Pozzobon, Dr^a. (UFSM)

Letícia Brandão Durand, Dr^a. (UFSM) (Suplente)

Santa Maria, 17 de dezembro de 2010.

DEDICATÓRIA

À **Deus** – por Seu vento forte que sempre me empurra pra frente, Sua fortaleza nos momentos de dificuldade e Sua iluminação em cada passo meu.

Aos meus pais, **Aildo Montagner e Laci Maria Fernandes Montagner**, meus mais antigos professores, com os quais aprendi a força do exemplo. Exemplo de amor, de respeito, de carinho e de garra. Obrigada por todo o amor, por me ensinarem o significado da palavra família, obrigado por transmitirem valores gloriosos, pelo apoio sempre nas decisões tomadas e por não medirem esforços para proporcionar o melhor para mim e para a mana. É difícil agradecer com palavras, mas obrigada, obrigada e obrigada. Com todo o meu amor, carinho e gratidão. Amo muito vocês!

À minha irmã **Alessandra Fernandes Montagner**, pelo apoio de sempre. Mesmo longe, sempre estive tão perto. É a pessoa que me ouve, incentiva e aconselha. Tenho por ti grande carinho e amor, e uma grande admiração. Te amo mana!

Ao Dudu, **Eduardo Peterini Alves**, que me faz querer ser uma pessoa melhor a cada dia. Obrigada pelo teu companheirismo e pelos sonhos em conjunto. Pelos estímulos em todos os momentos, primeiro na graduação e agora na pós-graduação. Te amo!

“Ainda que eu falasse a língua dos homens e dos anjos, se não tivesse amor eu nada seria.

Ainda que eu tenha o dom de profetizar e conheça todos os mistérios e toda a ciência, ainda que eu tenha tanta fé ao ponto de transportar montes, se não tiver amor, nada serei. O amor é paciente, benigno, não se conduz inconvenientemente. O amor tudo sofre, tudo crê, tudo espera, tudo suporta. O amor jamais acaba”
(I coríntios, 13:1-8)

AGRADECIMENTOS

Ao **Professor Dr. Alexandre Henrique Susin**, exemplo a ser seguido. Agradeço por contribuir para meu crescimento científico e humano, com sua sabedoria, experiência e simplicidade. Sincera gratidão pela orientação no mestrado; ter me acolhido como orientada foi e será motivo de grande felicidade e orgulho. Meu respeito e admiração.

À **Universidade Federal de Santa Maria (UFSM)** e ao **Curso de Odontologia**, minha casa de formação que me proporcionou uma excelente equipe de professores para a base do meu conhecimento de odontologia; profissão a qual tenho orgulho de exercer.

Ao **Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas (PPGCO)** pela oportunidade e aos professores do PPGCO; **Kátia Braun, Letícia Jaques, Osvaldo Kaizer, Paulo Burmann, Renésio Grehs**, e principalmente **Beatriz Unfer, Carlos Heitor Moreira, Karla Kantorsky, Luiz Felipe Valandro, Roselaine Pozzobon, Thiago Ardenghi** e **Rachel Rocha** pelo aprendizado constante durante esses dois anos de convivência. Vocês foram importantíssimos e contribuíram muito para o meu crescimento.

Aos professores da **Disciplina de Dentística**, **Prof. Dr. Bruno Lopes da Silveira, Prof. Dr. Jeferson da Costa Marchiori, Prof^a. Dr^a. Letícia Brandão Durand, Prof. Dr. Roberto Bisogno e Prof^a. Dr^a. Roselaine Terezinha Pozzobon**, pela confiança, pelos ensinamentos e

pela agradável convivência. Em especial à **Prof.^a Dr.^a Roselaine Terezinha Pozzobon** que foi minha orientadora durante a Dentística na graduação e quem me entusiasmou em escolher essa área.

À Professora **Dr.^a Rachel de Oliveira Rocha**, pelo início de tudo. Foi quem me apresentou a pesquisa por meio da iniciação científica durante a graduação e despertou em mim o desejo de querer mais. Meu muito obrigada por todos os ensinamentos. Te admiro muito!

As minhas amigas do coração, **Tamara Tedesco e Patrícia Daniela Merchiors Angst**, sem vocês nada seria igual. Obrigada por tudo, pelas conversas incentivadoras, pelos desabafos, pelas palavras amigas, pela presença sempre constante. E, principalmente, obrigada por todos os momentos maravilhosos; quando nos juntamos a risada e descontração é garantida. Agradeço pela amizade e confiança que existe entre nós. Contem sempre comigo! Amo vocês!

As minhas amigas **Caroline Bittencourt, Daiana Broll, Nathália Gomes, Luísa Angonesi e Gabriele Vieira**; não poderia deixar de mencionar as minhas amigas de todas as horas. Foi ao lado de vocês durante a graduação que passei uma fase linda da minha vida com momentos maravilhosos. Amo vocês!

Ao meu colega e amigo **Jovito Adiel Skupien**, pela presença e disponibilidade que foram muito importantes durante toda a realização deste curso. E pela oportunidade de acompanhá-lo em sua dissertação de mestrado onde aprendi ensinamentos imprescindíveis.

Ao colega e amigo **Marciano de Freitas Borges**, obrigada também pela oportunidade de acompanhá-lo em sua dissertação de mestrado, pelo carinho e palavras amigas de sempre.

Aos meus colegas de mestrado **Cristiane Cabral, Luciane Noal, Luiz Felipe Durand, Marina Amaral, Marina Kaizer, Paloma Salomone, Pâmela Diesel, Pedro Borsa, Renata Rizzolo, Simone Pippi**; agradeço pela oportunidade de conhecer pessoas maravilhosas, diferentes e que contribuíram muito para a adorável convivência e amizade durante este período. Espero que nossa amizade não pare por aqui!

Ao Professor **Dr. Aleir Antônio Fontana de Paris** pela paciência em transmitir seus conhecimentos durante as avaliações em microscopia eletrônica de varredura deste e de outros trabalhos.

À **Profa Dr^a. Alessandra Rastelli** e **Prof Vanderlei Bagnato** pelo acolhimento no Instituto de Física da USP em São Carlos. Obrigada por abrir as portas da universidade e pela possibilidade da realização de trabalhos conjuntos.

À **Dr^a. Marcela Marquezan** pela realização da análise estatística e paciência para transmitir seu conhecimento na área.

Ao Professor **Dr. Marco Aurélio de Menezes**, pela oferta e empréstimo do aparelho utilizado para a realização das cavidades.

*À secretária da pós-graduação **Jéssica Dalcin da Silva**, sempre prestativa, gostaria de agradecer pela sua disponibilidade, agilidade e competência de sempre.*

Ao Banco de Dentes Permanentes Humanos da UFSM pelo apoio ao cumprimento dos requisitos legais pertinentes aos dentes utilizados neste trabalho.

*À **CAPES**, pela concessão de apoio financeiro na forma de bolsa durante alguns meses deste mestrado.*

E a todas as pessoas que de alguma forma contribuíram para a concretização deste sonho. O meu muito obrigada!

EPÍGRAFE

*“Os mestres podem até abrir a porta,
mas só você poderá entrar.”*

Provébio chinês

RESUMO

Dissertação de Mestrado
Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas
Universidade Federal de Santa Maria

RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE SISTEMAS ADESIVOS ATUAIS EM DENTINA SUBMETIDA A DIFERENTES TRATAMENTOS

AUTORA: Anelise Fernandes Montagner

ORIENTADOR: Alexandre Henrique Susin

Local e data da defesa: Santa Maria, 17 de dezembro de 2010

Estudos têm demonstrado que a longevidade de restaurações adesivas é negativamente afetada pela degradação das fibras colágenas. O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes tratamentos na resistência de união de sistemas adesivos em diferentes regiões dentinárias. Quarenta dentes terceiros molares humanos hígidos foram alocados randomizadamente em 24 grupos experimentais ($n=5$) de acordo com: tipo de sistema adesivo (Adper Single Bond - SB, Clearfil SE Bond - SE, Adper SE Plus - AP, G Bond - GB), tipo de tratamento (controle e desproteção) e tipo de região dentinária (proximal, oclusal superficial e profunda). Para desproteção da dentina foi utilizado hipoclorito de sódio 10%, por 1 minuto, na dentina previamente condicionada; e os sistemas adesivos foram aplicados conforme indicações dos fabricantes. Cavidades cilíndricas foram realizadas na superfície proximal e oclusal de cada espécime, de onde se obteve, 24 horas após o armazenamento em água destilada, 1 *slice* e 2 *slices*, respectivamente. Os *slices* foram submetidos a teste de *push-out* e logo após, a análise de fratura. Os valores obtidos em MPa foram submetidos à análise de variância de 3-fatores e teste Tukey ($p<0.05$), indicando diferenças estatisticamente significantes entre o tipo de sistema adesivo ($p=0.000$) e o tipo de região dentinária ($p=0.005$), porém o tipo de tratamento ($p=0.058$) não afetou significativamente os valores de resistência de união. Os valores de resistência de união foram maiores para superfície proximal, seguida de oclusal superficial e posterior oclusal profunda, sendo influenciados pelo tipo de sistema adesivo. A remoção de colágeno da superfície condicionada pode ser considerada caminho para diminuir a sensibilidade da técnica sem comprometer a efetividade adesiva.

Palavras-chave: hipoclorito de sódio; dentina; sistema adesivo; profundidade dentinária.

ABSTRACT

Masters Dissertation
Dentistry Sciences Post-Graduation Program
Federal University of Santa Maria

BOND STRENGTH OF ADHESIVE SYSTEMS IN DENTIN SUBMITTED TO DIFFERENT TREATMENTS

AUTHOR: Anelise Fernandes Montagner

TUTOR: Alexandre Henrique Susin

DATE AND LOCAL OF DEFENSE: Santa Maria, 2010, December 17st

Studies have shown that the longevity of adhesive restorations is adversely affected by collagen degradation. The purpose of this study was to evaluate the effect of different treatments on the bond strength of adhesive systems in different dentin surfaces. Forty healthy human third molars were randomly assigned to 24 experimental groups ($n = 5$) according to adhesive systems (Single Bond - SB, Clearfil SE Bond - SE, Adper SE Plus - AP, G Bond - GB), treatments (control and deproteinization) and dentin surfaces (proximal, superficial and deep occlusal). For the deproteinization treatment was applied 10% sodium hypochlorite, for 1 minute, to previously conditioned dentin and the adhesive systems were applied according to manufactures' directions. In each specimen were made cylindrical cavities in the proximal and occlusal surfaces and, after immersion in destilated water for 24 hours, one slice and 2 slices of occlusal and proximal surfaces were, respectively, obtained. The slices were submitted to push-out test and after it a fracture analysis was performed. The values in MPa were submitted to ANOVA 3-factors and Tukey ($p < 0.05$), indicating a statistically significant difference between the adhesive systems ($p = 0.000$) and dentin surfaces ($p = 0.005$), However, the type of treatment ($p = 0.058$) did not significantly affect the values of bond strength. The bond strength values were higher for proximal surface, followed by superficial occlusal and later by deep occlusal, being influenced by the adhesive system. The collagen removal from the conditioned surface can be considered a way to decrease the sensitivity technique without compromising the adhesive effectiveness.

Key-words: sodium hypochlorite; dentin; adhesive system; dentin depth.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 1 - Sistemas adesivos utilizados	42
ESQUEMA 1 - Formação dos grupos (fluxo de distribuição)	42
FIGURA 2 - Software <i>Random Allocation</i>	43
FIGURA 3 - Inserção do dente no cilindro de PVC com resina acrílica	44
FIGURA 4 - Espécime após desgaste em recortador de gesso	44
FIGURA 5 - Dispositivo adaptado para confecção das cavidades	45
FIGURA 6 - Confecção de cavidade oclusal	45
FIGURA 7 - Confecção de cavidade proximal.....	45
FIGURA 8 - Aplicação de ácido fosfórico 37 % na superfície oclusal	47
FIGURA 9 - Aplicação de ácido fosfórico 37 % na superfície proximal	47
FIGURA 10 - Aplicação de NaOCl na superfície oclusal	47
FIGURA 11 - Aplicação de NaOCl na superfície proximal	47
FIGURA 12 - Obtenção de <i>slice</i> de dentina proximal após descarte do <i>slice</i> de esmalte	49
FIGURA 13 - Obtenção de <i>slice</i> de dentina oclusal após descarte do <i>slice</i> de esmalte	49
FIGURA 14 - Equipamento utilizado para realização dos cortes - Labicut 1010.....	50
FIGURA 15 – Desenho esquemático das dimensões das restaurações e cortes realizados (A), características de uma vista perpendicular de <i>slices</i> oclusais (B) e proximal (C) e vista lateral (D).....	51
FIGURA 16 – Desenho esquemático do aparato para teste de extrusão (<i>push-out</i>)	52
FIGURA 17 - Esquema correspondente à secção interna do corpo de prova (paredes da restauração) – figura geométrica de um cilindro circular reto de bases paralelas.....	52
FIGURA 18 - Espessura do <i>slice</i> de dentina avaliado em paquímetro digital.....	53
FIGURA 19 - MEV de falha coesiva em resina (G 11 - sistema adesivo SE em superfície oclusal superficial desproteinizada)	60

FIGURA 20 - MEV de falha coesiva em dentina proximal (G 5 - SB em superfície oclusal superficial desproteinizada)	60
FIGURA 21 - MEV de falha adesiva onde a conjunto adesivo/resina de destacou completamente da superfície dentinária (G 9 – SE em dentina oclusal profunda não desproteinizada)	60
FIGURA 22 - MEV de falha adesiva com maior aproximação onde observa-se a separação entre a espessa linha de sistema adesivo (SE) e a resina composta (G 9).....	60
FIGURA 23 - MEV de falha adesiva com maior aproximação exibindo completa extrusão da restauração (G 24 - GB em dentina oclusal profunda desproteinizada)	61

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - Sistemas adesivos – fabricantes, pH, características e composições.....	48
TABELA 2 - Sistemas adesivos e técnicas de aplicação conforme preconizado pelos fabricantes.....	50
TABELA 3 - Análise de Variância da variável dependente (resistência de união).....	57
TABELA 4 - Média (MPa) e desvio padrão (DP) dos grupos experimentais.....	58
TABELA 5 - Representação da porcentagem e quantidade dos tipos de falhas ocorridas em cada grupo.....	59
TABELA 6 - Teste QuiQuadrado para comparação entre os modos de fratura.....	61

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

%	Por cento
MPa	Megapascal
°	Graus
°C	Graus Celsius
cm	Centímetro
mm	Milímetro
µm	Micrômetro
mm ²	Milímetro quadrado
x	Número de vezes
KN	Quilo – Newton
N	Newton
pH	Potencial hidrogeniônico
±	Mais ou menos
α	Nível de significância
Ø	Diâmetro
n	Número de unidade experimental por grupo
rpm	Rotações por minuto
mW/cm ²	MiliWatts por centímetro quadrado
NaOCl	Hipoclorito de sódio
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
TEM	Microscopia eletrônica de transmissão
H ₃ PO ₄	Ácido fosfórico
R	Resistência
C	Carga
A	Área interfacial
G	Grupo

Oclus. Sup.	Dentina oclusal superficial
Oclus. Prof.	Dentina oclusal profunda
Ades.	Falha adesiva
Coes. D	Falha coesiva em dentina
Coes. R	Falha coesiva em resina composta
SB	Single Bond
SE	Clearfil SE Bond
AP	Adper SE Plus
GB	G Bond

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	18
2 PROPÓSICOÃO.....	22
3 REVISÃO DE LITERATURA.....	23
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	41
4.1 Seleção dos dentes.....	41
4.2 Divisão dos dentes	41
4.3 Preparo dos espécimes	43
4.4 Tratamentos de superfície.....	46
4.5 Procedimentos restauradores.....	46
4.6 Preparo para ensaio mecânico.....	49
4.7 Ensaio de extrusão (<i>push-out</i>)	51
4.8 Cálculo da área adesiva (A).....	52
4.9 Avaliação do tipo de fratura.....	53
4.10 Avaliação em microscopia eletrônica de varredura (MEV)	54
4.11 Análise Estatística.....	54
5 RESULTADOS.....	56
6 DISCUSSÃO.....	62
7 CONCLUSÃO.....	70
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	71
9 ANEXO.....	78

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de sistemas adesivos foi responsável por significativas mudanças na prática odontológica (NAKABAYASHI, 1982; MANHART, 2002). Eles promovem interação com a estrutura dental denominada hibridização pela formação da camada híbrida. A camada híbrida é definida como a estrutura formada no tecido dental duro pela desmineralização da superfície e subsuperfície, seguida pela infiltração de monômeros adesivos resinosos na rede de fibras colágenas expostas, e subsequente polimerização (NAKABAYASHI, 1982; 1991; NAKABAYASHI, PASHLEY, 1998).

Atualmente, considerando critérios de baixa especificidade, podemos dividir os sistemas adesivos em sistemas *total-etching* e *self-etching*. Os primeiros necessitam de condicionamento ácido total do substrato dental previamente à aplicação do sistema adesivo propriamente dito, removendo totalmente a *smear layer* e *smear plugs* (SKUPIEN, 2010), e desmineraliza a dentina em torno de 5–8 µm (MARSHALL, 1997; NAKABAYASHI, PASHLEY, 1998). A adesão proporcionada por esses sistemas, em dentina, tem sido considerada sensível à técnica operatória, devido à necessidade de passos de lavagem e secagem do substrato que podem interferir na disposição física das fibras colágenas expostas (TAY, PASHLEY, 2001).

Após o condicionamento ácido total, as fibras colágenas apresentam-se em estado desestabilizado, sem suporte mineral, ficando sensíveis tanto a sobre-secagem (desidratação) quanto ao sobre-molhamento (encharcamento) da superfície dentinária (MONTICELLI, 2008). Devido à falta de critério objetivo de como obter a molhabilidade ideal do substrato, a desidratação da superfície dentinária condicionada pode causar o colapso da rede de fibras colágenas, diminuindo ou eliminando os espaços anteriormente preenchidos por umidade, que são necessários para permitir adequada permeação do sistema adesivo. E o encharcamento pode levar a redução no grau de conversão e a deterioração ou diluição dos monômeros resinosos formando “*primer meniscus*” no interior da camada híbrida (TAY, 1996; NAKABAYASHI, PASHLEY, 1998).

Já os sistemas adesivos *self-etching* contém monômeros hidrofílicos acídicos em sua composição suprimindo, assim, a etapa de condicionamento ácido prévio, o que torna esses sistemas menos susceptíveis às falhas devido a eliminação das etapas de lavagem e secagem do substrato. Esses sistemas são capazes de desmineralizar o substrato dental simultaneamente à infiltração do monômero adesivo, contudo os produtos da *smear layer* não são eliminados e sim incorporados dentro da camada híbrida (WATANABE, NAKABAYASHI, PASHLEY, 1994; TAY, PASHLEY, 2001; VAN MEERBEEK, 2003).

Estudos demonstram ocorrer incompleta infiltração do monômero adesivo na zona de dentina desmineralizada havendo a permanência de fibras colágenas não impregnadas pelo monômero adesivo e, conseqüentemente, não hibridizadas. Isso ocorre tanto para sistemas adesivos *total-etching* como *self-etching* (TAY, PASHLEY, 2001; MARSHALL, 2004; CARVALHO, 2005). As fibras colágenas expostas ficam vulneráveis ao processo de degradação denominado hidrólise (NAKABAYASHI, PASHLEY, 1998), que promove o efeito denominado *water tree*. *Water treeing* é o processo no qual ocorre fluxo retrógrado de umidade da região de fibras colágenas não suportadas, ou seja, da base da camada híbrida para dentro desta, via “canais” proporcionados pela hidrólise das fibras colágenas. Este processo degrada a interface adesiva causando a nanoinfiltração, que interfere diretamente na longevidade de restaurações adesivas (TAY, PASHLEY, 2003; CARVALHO, 2005).

Uma das principais metas da Odontologia Restauradora é desenvolver materiais restauradores que propiciem união estável ao substrato dental e efetivo selamento da interface dente-restauração, repercutindo em longevidade para o procedimento restaurador (GORDAN, 1997). Alguns estudos *in vivo* demonstraram que a resistência de união de sistemas adesivos tende a diminuir ao longo do tempo, podendo ser observadas alterações na camada híbrida (HASHIMOTO, 2000; 2001). A redução nos valores de resistência de união, em até 50 %, ao longo do tempo tem sido atribuída a deterioração combinada de polímeros resinosos, principalmente os hidrófilos (hidroxietil metacrilato - HEMA, por exemplo) e colágeno exposto (CARVALHO, 2005; GARCIA, DE GOES, GIANINNI, 2007).

Evidências científicas sugerem a remoção de substâncias orgânicas dentinárias expostas como alternativa ao protocolo adesivo convencional (PRATI,

1999; DE CASTRO, 2000; NAGPAL, 2007). Substâncias desproteinizantes podem ser usadas após o condicionamento da dentina para promover a desproteíntização do substrato removendo fibras colágenas da superfície dentinária previamente condicionada e deixando o substrato dentinária rico em apatita, semelhante à característica morfológica do esmalte condicionado (INAI, 1998; DE CASTRO, 2000; DI RENZO, 2001). Dentre os produtos utilizados para este fim encontramos o hipoclorito de sódio (NaOCl) e a colagenase. O NaOCl é um agente proteolítico não-específico que degrada componentes orgânicos em temperatura ambiente, e em minutos (NAGPAL, 2007; SAURO, 2009). Entretanto, a colagenase é uma enzima específica para dissolução do colágeno, portanto, remove apenas colágeno e não fibras não-colagenosas e proteoglicanos, que também estão presentes na superfície dentinária após o condicionamento ácido, e que são completamente removidos pelo NaOCl (NAKABAYASHI, PASHLEY, 1998; PHRUKKANON, 2000). A colagenase age em tempo inviável clinicamente, variando de 3 a 6 horas, apresentando maior dificuldade na obtenção dos resultados esperados (GWINNETT, 1996; PHRUKKANON, 2000).

O NaOCl tem capacidade de dissolução do colágeno proporcional ao tempo de aplicação e à concentração presente de cloro ativo e radicais superóxidos (DI RENZO, 2001; SAURO, 2009b). Estudos com desproteíntização do substrato mostraram que o tratamento da superfície dentinária com NaOCl a 10% atingiu altas forças adesivas quando aplicado de 30 a 60 segundos (TANAKA, NAKAY, 1993; INAI, 1998; PHRUKKANON, 2000; GONÇALVEZ, 2009). Entretanto, esses resultados também se deparam com resultados controversos, pois, trabalhos relatam que o tratamento dentinário alternativo com a desproteíntização pode aumentar a eficácia adesiva, dependendo do sistema adesivo utilizado (PRATI, 1999; SABOIA, 2006; MONTICELLI, 2008).

Os sistemas adesivos *total-etching* tem mecanismo de hibridização, consolidado e plenamente explicado na literatura, pela formação da camada híbrida (NAKABAYASHI, 1982). Entretanto, os *self-etching*, apesar de seguirem a mesma estratégia de adesão, possuem metodologias diferentes, caracterizada pela eliminação da etapa de condicionamento ácido prévio, pelo número de passos, número de frascos e pH. Os sistemas adesivos *self-etching*, que apresentam primer ácido e pH agressivo ou intermediário, tem mecanismo de interação com a

estrutura dental semelhante, na obtenção da camada híbrida, aos *total-etching*. Contudo, outros, com pH suave propõem nano-interação, ocorrendo íntimo contato entre o adesivo e o substrato dental, formando camada nanohíbrida, que não repercute na formação da camada híbrida verdadeira, semelhante ao processo citado por Prati *et al.*, em 1999 (PRATI, 1999), além de preservarem *smear plug*, sempre levando em consideração a espessura de *smear layer* (TAY, PASHLEY, 2001; SKUPIEN, 2010). Neste sentido, a avaliação de diferentes protocolos pode contribuir para melhor compreensão de ambos os mecanismos.

A remoção de fibras colágenas não suportadas pode ter efeito benéfico, não apenas por diminuir a sensibilidade da técnica, como por facilitar a difusão do primer e adesivo através da dentina desmineralizada. O pré-tratamento com NaOCl proporciona à superfície característica microporosa e irregular, resultando em um substrato permeável que facilita a difusão do adesivo (PRATI, 1999; DE CASTRO, 2000; MAIOR, 2007). Trabalhos indicam que o uso de NaOCl altera a ultra-morfologia da dentina condicionada diminuindo a microinfiltração, aumentando a molhabilidade do substrato, a penetração tubular e o número e comprimento de *tags* resinosos (VARGAS, COBB, ARMSTRONG, 1997; PRATI, 1999; NAGPAL, 2007; SAURO 2009; 2009b). A ação do NaOCl promove a exposição de canais laterais e anastomoses (*branches*) e amplia a abertura superficial dos túbulos dentinários, de 1.8 para 4.0 μm , devido a perda da dentina peritubular e a redução da dentina intertubular residual (INABA, 1995; PRATI, 1999; PERDIGÃO, 1999; PIOCH, 2001).

A interação entre o sistema adesivo e a dentina desproteïnizada repercute na formação de camada híbrida diferente da clássica. Essa interação forma a estrutura denominada camada híbrida reversa na qual o sistema adesivo encontra-se em íntimo contato com a superfície dentinária quimicamente alterada, rica em minerais, com aspecto similar ao esmalte condicionado (INAI, 1998; PRATI, 1999; DI RENZO, 2001; CHERSONI, 2004). Neste contexto, a desproteïnização da dentina pode proporcionar mecanismo de adesão diferente do convencional, diminuindo a interferência da rede de fibras colágenas e reorganizando a superfície dentinária interferindo, assim, na união entre o substrato desproteïnizado e o sistema adesivo.

2 PROPOSIÇÃO

Este estudo teve como objetivo geral avaliar a resistência de união, pelo ensaio mecânico de *push-out*, de sistemas adesivos na dentina submetida a diferentes tratamentos, e como objetivos específicos:

- 1) avaliar a influência da aplicação de hipoclorito de sódio a 10% em dentina na resistência adesiva proporcionada por diferentes sistemas adesivos;
- 2) avaliar a influência do sítio dentinário (dentina proximal, oclusal superficial e profunda) na resistência adesiva.

3 REVISÃO DE LITERATURA

É importante anteriormente à revisão de literatura, especificamente voltada ao assunto do trabalho, salientar 5 estudos relevantes que são “marcos” no estudo e desenvolvimento de sistemas adesivos:

O desenvolvimento da técnica de condicionamento ácido em esmalte por Buonocore (1955) em um estudo laboratorial e clínico, com o objetivo de desenvolver um método para aumentar a força de adesão da resina acrílica à superfície de esmalte, alterou conceitos na prática odontológica.

Em 1979, Fusayama et al. realizaram um trabalho de condicionamento ácido em dentina concluindo que este passo tem como finalidade remover a *smear layer* e dissolver parcialmente a hidroxiapatita, componente mineral da dentina. Esta dissolução promove na dentina intertubular a exposição da malha de fibras colágenas e na dentina peritubular o afunilamento da abertura dos túbulos.

Nakabayashi et al. em 1982 descreveram o mecanismo de adesão entre esta superfície condicionada e o sistema adesivo resinoso, relatado pela teoria da hibridização dos tecidos duros dentais, pela formação de uma estrutura denominada camada híbrida. A partir destes trabalhos inúmeros questionamentos surgiram e variadas pesquisas foram desenvolvidas com relação a este assunto: adesão

Nakabayashi et al. (1991) relataram que inúmeros mecanismos, tanto mecânicos quanto químicos, estavam sendo propostos como a causa da adesão em dentina. Nesta época, muitas pesquisas indicavam forte adesão entre resina e dentina quando utilizados monômeros como o 4-META, o qual continha tanto grupos hidrofílicos e hidrofóbicos, que penetravam no tecido e polimerizavam-se criando a camada híbrida.

Em 1994, Watanabe, Nakabayashi & Pashley relataram a adição de monômeros acídicos na composição de sistemas adesivos, tornando-os capazes de simultaneamente à desmineralização do substrato ocorrer a infiltração destes monômeros. Assim, não necessitando de condicionamento ácido prévio da estrutura dental anteriormente a sua aplicação e não causando, portanto, a remoção da *smear layer* e sim a sua modificação. Neste momento foram apresentados os sistemas adesivos autocondicionantes, os *self-etching*.

Salienta-se que a partir desta breve introdução à revisão selecionou-se estudos pertinentes e específicos ao assunto deste trabalho em si.

Tanaka & Nakay (1993) utilizaram agentes comerciais de limpeza para canais radiculares, com habilidade para dissolver colágeno, no tratamento da superfície dentinária verificando sua atuação no processo adesivo. Verificaram que o NaOCl a 10%, aplicado durante 1 minuto, aumentou a resistência de união do sistema adesivo estudado, Clearfil New Bond (Kuraray - Japão), em dentina. Os danos causados à superfície do dente demonstraram ser muito pequenos e foram igual ou menor os danos causados pelo EDTA. Com isso os resultados mostraram a utilidade dos agentes de limpeza intra-radulares no tratamento da superfície dentinária devido a sua habilidade em aumentar a resistência de união entre resina e dentina.

Wakabayshi et al. (1994) avaliaram a resistência de união de sistemas adesivos à dentina, após a aplicação de ácido fosfórico (H_3PO_4), para remover *smear layer* e descalcificar a superfície dentinária, seguida da aplicação de NaOCl 10% para dissolver e remover o colágeno dentinário exposto e prover dentina com apatita na qual o adesivo foi aplicado. Dentes foram tratados conforme os 2 tratamentos (convencional e desproteínização) e metade ficaram armazenados em água por 24 horas e outra metade foi submetida a 10.000 ciclos de ciclagem térmica. Posterior teste à tração foi realizado, e os valores de resistência de união foram maiores (9.7 MPa) para dentina desproteínizada do que para dentina tratada convencionalmente, apenas condicionada (6.7 MPa). Para os espécimes submetidos à ciclagem, a dentina desproteínizada apresentou resistência adesiva de 6.2 MPa, que foi 1.5 vezes maior do que apenas com H_3PO_4 .

Inaba e colegas, em 1995, estudaram o efeito do tratamento com NaOCl 10%, por 2 minutos, na dentina radicular observando em microradiografias (MR), MEV, microscopia eletrônica à laser confocal (MEC) e espectroscopia iônica (EI). Medidas em MR revelaram que o NaOCl causa a contração no tecido devido a remoção de substâncias orgânicas, e não à perda de água. MEC demonstrou que os túbulos dentinários abaixo da superfície desproteínizada são claramente observados, e não deformados. MEV mostrou mudanças na superfície dentinária com alteração na abertura dos túbulos, onde o NaOCl promoveu maior abertura da entrada dos túbulos pela redução da dentina intertubular. EI mostrou aumento no conteúdo de cloro pelo NaOCl. Esses resultados demonstram que o tratamento com NaOCl por 2

minutos removeu e mudou parte da dentina resultando em distribuição mineral, porém a principal estrutura da matriz dentinária foi mantida intacta sugerindo mecanismo de união distinto do convencional.

Tay et al. (1996) realizaram um estudo com TEM para avaliar o fenômeno interfacial que ocorre na presença de umidade excessiva na superfície dentinária seguida da aplicação de um adesivo à base de acetona (All Bond 2, Bisco – Canadá). Discos de dentina foram divididos em três grupos de acordo com o grau de umidade da superfície: 1) secagem por 3 segundos, 2) leve secagem, e 3) sobremolhamento. A camada híbrida foi observada nos três grupos, porém quando a umidade da superfície aumentava, ocorria uma seqüencial deteriorização da adesão ao longo da interface. Glóbulos de resina intratubular foram observados abaixo de *tags* de resina no grupo 1, pequenos e isolados espaços, *blisters*, foram observados dentro e ao longo da superfície da camada híbrida no grupo 2, enquanto similar, mas mais largos também foram encontrados no grupo 3.

Gwinnett et al. (1996) avaliaram quantitativamente a contribuição da rede de fibras colágenas na hibridização dentinária, verificando a resistência de união e a micromorfologia criada na interface, em dentina com e sem presença de colágeno. Quarenta dentes foram divididos em 4 grupos (n=10), sendo 2 grupos controle e 2 experimentais. Nestes últimos, os espécimes foram sujeitos a remoção do colágeno exposto com colagenase 0,1%, por 6 horas, após o condicionamento ácido. Vinte e quatro dentes foram examinados por MEV e TEM para verificar a relação entre resina e dentina condicionada, com e sem a rede de colágeno. Não houve diferenças significantes entre os grupos controle e experimental quanto aos valores de resistência de união. A análise em MEV mostrou, após a desproteínização, a rede de colágeno intertubular com túbulos e poros pronunciados e topografia de dentina irregular. Distinta zona híbrida e de penetração tubular foram observadas, e os espécimes desproteínizados mostraram apenas resina nos túbulos e extensões laterais. O TEM confirmou a ausência da zona híbrida no grupo desproteínizado, e mostrou a junção entre resina e dentina submineralizada livre de *gap*. Este estudo concluiu que a rede colagenosa não contribuiu significativamente em valores para a adesão em dentina, com os sistemas utilizados (All Bond 2, Bisco – Canadá, e Amalgambond, Parkell – Nova York).

Vargas, Cobb e Armstrong (1997) avaliaram o efeito da exposição do NaOCl 5%, por 2 minutos, seguindo o condicionamento ácido em dentina, na força adesiva de 2 sistemas adesivos (Scotchbond MultiPurpose, SBMP, 3M/ESPE - EUA e All-Bond 2, AB, Bisco - Canadá) e observaram em MEV a ultraestrutura interfacial de resina/dentina. Vinte e oito dentes foram divididos em quatro grupos: G1 e G3) aplicação dos sistemas adesivos conforme preconizado pelos fabricantes; G2 e G4) condicionamento + NaOCl 5% por 2 minutos e aplicação dos adesivos conforme preconizado pelo fabricantes. Os espécimes sofreram termociclagem anteriormente a realização do ensaio mecânico de cisalhamento. A aplicação de NaOCl na dentina condicionada não teve efeito significativo na resistência adesiva para SBMP, porém aumentou significativamente os valores de resistência de união para AB. As observações em MEV revelaram a presença de camada híbrida para o tratamento convencional com ácido fosfórico e indicaram a ausência desta rede de colágeno impregnada nos espécimes tratados conjuntamente com NaOCl.

Em 1998, Armstrong et al. avaliaram o efeito da camada híbrida na tenacidade à fratura testando se a presença de colágeno na dentina condicionada contribuía para forte adesão. Os dentes foram divididos em 2 grupos com diferentes pré-tratamentos de superfície: 1) sem pré-tratamento - aplicação do adesivo All-Bond 2 Universal (Bisco - Canadá) conforme indicação do fabricante; e 2) com pré-tratamento - condicionamento da superfície e aplicação de NaOCl 5,25%, por 1 minuto. Após a colocação de incrementos de resina composta (Prodigy B1 - Kerr) os dentes ficaram armazenados em água, por 25 dias, em temperatura ambiente, para posterior realização do teste mecânico à tração dos corpos de prova. Sob as condições deste estudo, a presença de colágeno não contribuiu para uma adesão significativamente mais forte e os autores sugeriram mais investigações quanto à resistência à fratura desta técnica.

Inai e colaboradores (1998) determinaram a influência do tratamento com NaOCl na força adesiva e na morfologia. Vários agentes adesivos foram comparados seguindo tratamentos específicos que incluíam: instruções dos fabricantes, condicionamento ácido seguido da aplicação de NaOCl, e apenas aplicação de NaOCl 13%, por 2 minutos. As superfícies tratadas e a interface entre o material adesivo e a superfície tratada foram observadas utilizando MEV. Os sistemas adesivos contendo acetona obtiveram equivalente ou maior resistência

adesiva quando o NaOCl foi aplicado após o condicionamento ácido, quando comparado com procedimento convencional. Os autores relataram que nestes casos, onde o NaOCl atua aumentando a força de união, é proposto que o adesivo interage fortemente com a superfície tratada, que contém alto conteúdo mineral, semelhante ao processo de adesão ao esmalte.

Perdigão e colaboradores, em 1999, avaliaram ultra morfologicamente a dentina superficial e profunda após condicionamento com H_3PO_4 seguido da aplicação de NaOCl 5%, por 2 minutos. Discos de dentina profunda e superficial foram obtidos e polidos com lixa de granulação 600. Após o tratamento, os espécimes permaneceram úmidos e foram analisados em microscopia de força atômica (MFA), a qual revelou que em vista lateral, a dentina intertubular foi desmineralizada de 2.0 a 2.5 μm para dentina superficial, e 2.5 a 3.0 μm para dentina profunda. A desproteinização com NaOCl removeu colágeno exposto tanto para dentina superficial como profunda. O número de túbulos abertos foi maior em dentina profunda. A dentina superficial revelou grande extensão de túbulos laterais secundários e anastomoses, o que diminuiu a área de dentina intertubular quando comparada aos espécimes apenas condicionados. Na dentina desproteinizada profunda, a anastomose lateral não foi consistentemente observada na área intertubular, mas foi facilmente retratada na área peritubular.

Prati et al. (1999) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a eficácia do NaOCl na remoção das fibras colágenas examinando a morfologia da camada híbrida, com observação em MEV, e mensurando a força ao cisalhamento após diferentes tratamentos da superfície dentinária. Discos de dentina superficial e profunda tiveram suas superfícies tratadas de formas diferentes: (a) ácido fosfórico (AF) 35% por 20 segundos; (b) tratamento com AF seguido da aplicação de NaOCl a 1.5% durante 2 minutos; (c) apenas aplicação de NaOCl a 1,5% durante 2 minutos; e (d) tratamento com AF seguido de imersão em NaOCl a 10% por 120 horas. Observações em MEV demonstraram que as fibras colágenas foram completamente removidas pelo tratamento (b), com aplicação de ácido fosfórico seguido de NaOCl. O NaOCl aplicado diretamente na *smear layer* não apresentou diferenças significativas na morfologia desta camada. A aplicação de NaOCl após o condicionamento ácido demonstrou aumento no diâmetro e no tamanho do túbulos dentinários, no número de “*branches*” laterais, e no diâmetro e número de *tags*

resinosos. A presença de camada híbrida foi observada apenas após o condicionamento ácido convencional (tratamento a), e não foi observada após o tratamento combinado de AF/NaOCl. Foi observada um tipo de infiltração de resina na dentina desmineralizada incomum no tratamento com NaOCl, a qual foi chamada de camada híbrida reversa. Os espécimes tratados com AF/NaOCl apresentaram menor valores de resistência de união usando sistemas adesivos a base de etanol, como o Single Bond (3M/ESPE), mas foi maior nos grupos que utilizaram Optibond FL e Prime & Bond 2.0 quando comparados com o condicionamento ácido convencional, o que os autores discutem como sendo devido a composição de cada sistema adesivo e o seu respectivo pH.

No ano de 2000, Phrukkanon et al., modificaram a superfície dentinária bovina desmineralizada pela aplicação de NaOCl 12,5 % (por 30 segundos, 1 ou 2 minutos) ou colagenase 0,1% tipo I (por 1, 3 ou 6 horas), após condicionamento com ácido fosfórico, para observar a superfície desmineralizada e investigar o efeito na resistência de união. Grupo controle foi usado sem nenhum tratamento desproteinizante. Antes do procedimento adesivo, as superfícies tratadas foram examinadas em microscópico de força atômica (MFA). Uma área de 2,3 mm de diâmetro foi condicionada, tratada e 2 diferentes sistemas adesivos (Single Bond-3M/ESPE e One Coat Bond-Coltene/Whaledent Ind.) foram aplicados, seguindo as instruções dos fabricantes, e foram preparados para ensaio de tração. Os resultados de MFA mostraram progressiva mudança na superfície colágena, com o aumento do tempo do tratamento com NaOCl ou colagenase, mostrando maior abertura dos túbulos dentinários. Com relação à força adesiva, para ambos os sistemas adesivos, a aplicação de NaOCl por 1 minuto e de colagenase por 3 horas aumentaram significativamente a resistência de união, quando comparadas ao grupo controle ou a outros tratamentos.

De Castro et al. (2000) avaliaram a influência da remoção de colágeno na resistência de três sistemas adesivos hidrofílicos de um frasco, em dentina, pelo teste de cisalhamento. Os espécimes foram aleatoriamente divididos em 6 grupos: G1: Condicionamento/NaOCl 10% + Bond 1 (B1H); G2: Condicionamento + Bond 1 aplicado de acordo com as instruções do fabricante (B1); G3: Condicionamento/NaOCl 10% + Optibond Solo (OSH); G4: Condicionamento + Optibond Solo usado de acordo com o fabricante (OS); G5: Condicionamento/NaOCl

10% + Single Bond (SBH); G6: Condicionamento + Single Bond usado de acordo com instruções do fabricante. Em todos os grupos, a dentina foi condicionada por 15 segundos, e onde foi usado o NaOCl, este foi aplicado por 60 segundos. A aplicação de NaOCl aumentou significativamente os valores de resistência de união para todos os sistemas adesivos, exceto Optibond Solo, podendo concluir que a remoção de colágeno pode aumentar a resistência adesiva em dentina, dependendo do sistema adesivo utilizado.

Hashimoto et al em 2000 realizaram um estudo para avaliar em humanos a degradação *in vivo* da adesão resina/dentina de 1 a 3 anos. Cavidades preparadas em molares decíduos foram restauradas com sistema adesivo (Scotchbond Multi-Purpose – 3M/ESPE). Após 1, 2 e 3 anos os dentes foram extraídos na época de erupção e foram preparados para ensaio de microtração. Espécimes extras foram observados em MEV. Os resultados mostraram diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união entre todos os 3 grupos, onde com o tempo houve diminuição significativa nos valores de resistência de união. Em MEV foi observada a degradação da resina composta e das fibras colágenas com o passar do tempo.

Saboia, Rodrigues & Pimenta (2000) avaliaram o efeito da remoção de colágeno na resistência de união. Após os tratamentos de superfície a ultraestrutura e a interface dentina/resina foram examinadas em MEV. Oitenta dentes, com dentina da superfície lingual e vestibular expostas, foram divididos em 4 grupos de acordo com o tipo de sistema adesivo (Single Bond – 3M/ESPE e Prime & Bond 2.1–Dentsply) e tipo de tratamento (aplicação conforme instruções do fabricante ou NaOCl 10% por 1 minuto). Após 24 horas os espécimes foram testados quanto à força ao cisalhamento. Os resultados demonstraram que 1 minuto de exposição da dentina ao NaOCl 10% resultou em aumento da resistência de união para Prime & Bond 2.1, porém diminuiu para Single Bond, sugerindo que a técnica de remoção de colágeno atua de forma positiva para adesivos a base de acetona.

Di Renzo et al, em 2001 avaliaram em espectroscopia infra-vermelha transformada de Fourier (FTIR) as alterações químicas que ocorrem na superfície dentinária tratada com NaOCl. Cada espécime foi lavado com água Millipore e secados à vácuo anteriormente a avaliação em FTIR, que foi realizada com comprimentos de onda entre 500 e 4000 cm^{-1} . Os espécimes foram tratados com

NaOCl a 12 % por 30 minutos e sequencialmente avaliados nos intervalos de 0, 0.5, 1, 2, 6, 18, 30 e 48 horas. E para avaliar a ação do NaOCl na superfície previamente condicionada, alguns espécimes foram primeiramente tratados com ácido maleico por 2 min (pH=1.0) e posteriormente expostos à solução de NaOCl e avaliados nos tempos 0, 10 e 30 seg e 1, 2, 5 e 15 min, Os resultados demonstraram que os efeitos do NaOCl são tempo-dependentes, não-uniformes e que hidroxiapatita é insolúvel em NaOCl. Os espectros indicaram clara, mas não total remoção de matéria orgânica sobre o tempo de exposição. As avaliações demonstraram que a matéria orgânica da dentina condicionada (principalmente colágeno tipo I) é rapidamente removida durante o tratamento de 2 min com NaOCl 12%, e neste ponto o espectro é idêntico ao espectro original da dentina sem nenhum tipo de tratamento. Os autores concluíram que após o uso de ácidos e NaOCl a dentina se apresenta como superfície desejável para vários tipos de união química devido a exposição de superfície rica em minerais.

Estudo realizado, em 2001, por Tay & Pashley com o objetivo de examinar, por meio de TEM, a agressividade de três sistemas adesivos autocondicionantes na penetração da *smear layer* de diferentes espessuras. Discos de dentina foram polidos com lixa silicon carbide de granulação 60 ou 600, a fim de produzir *smear layer* espessa e fina, respectivamente. Os espécimes foram divididos de acordo com o sistema adesivo, os quais foram aplicados conforme indicação do fabricante. Durante as análises em TEM foi observado que na ausência de *smear layer*, cada sistema adesivo desmineralizou a dentina em profundidades diferentes e exibiu diferentes níveis de agressividade. O mais suave Clearfil Mega Bond (Kuraray) (pH=2.0) preservou *smear layer* e *smear plug* e incorporou-as no complexo hibridizado. O mais agressivo Prompt L-Pop (ESPE) (pH=1.0) dissolveu *smear layer* e *smear plug* sob todas as condições investigadas.

Marshall et al. (2001) determinaram as mudanças microestrutural e nanomecânica com tratamento de agentes desproteinizantes e testaram se o NaOCl remove colágeno dentinário sem alterações microestrutural e nanomecânica na dentina mineralizada. Discos de dentina humana foram tratados com ácido cítrico 10% por 15 segundos, e subsequentemente tratados as porções condicionadas e não-condicionadas com NaOCl 6,5%. As mudanças foram avaliadas usando microscópico de força atômica (MFA). O condicionamento causou remoção profunda

de dentina peritubular e pequena profundidade na mudança da dentina intertubular hidratada, pois o mineral foi removido e deixou matriz colágena remanescente. O NaOCl removeu colágeno, e deixou a dentina mineralizada na subsuperfície com poros contendo numerosos nanocanais que não são normalmente observados em dentina condicionada ou fraturada. Isto pode suportar atrativo ao substrato, pois aumenta a área de superfície e o conteúdo mineral exposto da dentina. Medidas nanomecânicas mostraram que a redução no módulo de elasticidade e dureza foi 75% do valor original após a remoção do colágeno exposto. Os autores sugeriram que a prevenção da formação da camada híbrida pela desproteção, em alguns casos, pode resultar em boa adesão e alterar a microestrutura do substrato.

Lai e colaboradores em 2001 testaram a hipótese se agentes oxidantes, como peróxido de hidrogênio e NaOCl, eram responsáveis por reverter seu efeito com o uso posterior de ascorbato de sódio 10%, agente redutor/neutralizador. Dentes foram tratados com esses agentes oxidantes e posteriormente, foram ou não, tratados com ascorbato de sódio, e adesivados com 2 sistemas adesivos (Single Bond – 3M/ESPE ou Excite – Vivadent). Os espécimes foram testados pelo ensaio de microtração e foram observados em MEV e TEM. O peróxido de hidrogênio 10% reduziu a resistência de união de ambos os adesivos, enquanto o NaOCl 10% por 60 segundos produziu redução apenas para Single Bond. Após o tratamento com ascorbato de sódio, a redução da resistência de união foi revertida. MEV e TEM mostraram a remoção parcial do colágeno desmineralizado apenas por NaOCl. O comprometimento da resistência de união observada não pode ser atribuída a desproteção, mas pode estar relacionada a alterações no potencial de adesão do substrato.

Ogata et al. (2001), demonstraram que a direção dos túbulos dentinários parece ser uma variável determinante na força adesiva em dentina, podendo ser uma das razões que a força adesiva da resina não é uniforme no interior da cavidade. Para isso, avaliaram a resistência de união à microtração usando 4 sistemas adesivos (Clearfil Liner Bond II-LB, Kuraray; Impera Fluoro Bond-FB, Shofu; Single Bond-SB, 3M; e One-Step-OS, Bisco) e observaram a interface resina/dentina em MEV. Trinta e seis dentes foram divididos em 2 grupos de acordo com a direção dos túbulos dentinários: grupo perpendicular, no qual a superfície oclusal do esmalte era removida perpendicularmente ao longo eixo do dente, e

grupo paralelo, no qual a superfície mesial do dente era removida paralela ao longo eixo do dente. A força de união à interface adesiva do grupo com túbulos paralelos foi maior do que o grupo com túbulos perpendiculares, e esta tendência alcançou significância estatística usando SB e OS.

Pioch et al, em 2001, realizaram um trabalho com objetivo de determinar a influência do tratamento com NaOCl na dentina com relação a microinfiltração. Quarenta dentes tiveram cavidades classe V preparadas, com a margem localizada em dentina. Após o condicionamento ácido os dentes foram divididos conforme o tipo de tratamento (aplicação de NaOCl 10% por 60 segundos ou tratamento controle) e o tipo de sistema adesivo (n=10). Após os procedimentos restauradores, os espécimes foram expostos a solução de nitrato de prata para posterior seccionamento e observação em MEV. Para todos os grupos do tratamento controle foi observado deposição de prata enquanto nenhuma penetração de prata foi detectada nos espécimes tratados com NaOCl. Os autores concluíram que a remoção das fibras colágenas pelo NaOCl evitou a formação de microinfiltração nos materiais testados.

Saboia, Pimenta & Ambrosano (2002) estudaram o efeito da remoção de colágeno na microinfiltração de dois sistemas adesivos *single-bottle* (Prime & Bond 2.1 -Dentsply e Single Bond - 3M/ESPE). Os dentes foram tratados apenas com ácido fosfórico 36% por 15 segundos ou com tratamento adicional com NaOCl 10%, por 60 segundos. Os dentes foram restaurados com resina composta Z100 (3M-ESPE), e submetidos à termociclagem e envelhecimento com estocagem em água destilada por um ano, para posterior preparo para imersão em azul de metileno por quatro horas, e então foram avaliados quanto à microinfiltração. Os resultados demonstraram que a remoção de colágeno significativamente reduziu a microinfiltração de Prime & Bond, porém não teve efeito para Single Bond.

Em 2003, Tay & Pashley testaram a hipótese se os canais de água estão presentes ao longo da interface adesivo/dentina, que pode ser detectada usando TEM para examinar a penetração. Foram utilizados diferentes sistemas adesivos para adesão em esmalte e dentina. Os espécimes foram imersos em nitrato de prata e preparados para TEM. Os dados demonstraram que todos os adesivos, tanto *total-etching* como *self-etching*, exibiram nanoinfiltração dentro da camada híbrida. Em adição, depósitos de nitrato de prata foram vistos ao longo da superfície da camada

híbrida que se estendeu perpendicularmente na camada adesiva, caracterizando *water trees* na forma de interconexão.

Uceda-Gómez et al. (2003) realizaram um estudo comparativo entre tipos de tratamentos (aplicação convencional e pré-tratamento com NaOCl 10% por 60 seg) em dentina superficial e profunda com o sistema adesivo One Step (Bisco). Três molares humanos foram utilizados para cada grupo (n=3) e foi avaliada a resistência à microtração. A interação entre os fatores não foi significativa, entretanto, os principais fatores foram significantes, pois os valores de resistência de união para a dentina superficial foram estatisticamente superiores da dentina profunda, e o tratamento convencional ocasionou maiores valores de resistência de união do que o tratamento com NaOCl.

Chersoni et al., em 2004, examinaram a morfologia da camada híbrida formada por 3 sistemas adesivos (Prime & Bond - P – Dentisply; AdmiraBond - AB – Voco; Clearfil SE Bond - CSE - Kuraray) de espécimes estocados em água após diferentes pré-tratamentos da dentina. Vinte e sete dentes foram seccionados produzindo 54 discos de dentina, os quais foram polidos com lixa de granulação 180 e tratados seguindo 3 diferentes tratamentos: 1.) aplicação do adesivo conforme preconizados pelos fabricantes, 2.) H₃PO₄ 35% por 15 segundos seguido de glutaraldeído 10% por 120 segundos, 3.) H₃PO₄ 35% por 15 segundos seguido de NaOCl 5% por 120 segundos. Os espécimes foram preparados, e réplicas foram realizadas, e ambos foram levados para observação em MEV, após 3 ou 12 horas de armazenamento em água. Observou-se que com a aplicação de NaOCl não ocorria a presença de camada híbrida, e linha de *droplets* ($\varnothing = 0.5\text{--}4$ mm) foi observada ao longo da camada híbrida, exceto para o grupo que utilizou NaOCl, quando P e AB foram aplicados. Nenhuma diferença foi encontrada nas dimensões dos *droplets* entre 3 e 12 horas de armazenamento, ou entre os diferentes tratamentos.

Marshall et al. (2004) avaliaram se a desmineralização da dentina continua após 20 segundos de aplicação do adesivo *self-etching* e também após a polimerização, pois a permanência de monômero residual continuando a desmineralizar a dentina pode prejudicar a adesão. Foi utilizado o adesivo Clearfil SE Bond (kuraray) aplicado a discos de dentina oclusal, e a recessão da superfície foi medida usando microscópio de força atômica, entre as superfícies mascaradas

e a dentina condicionada com Clearfil SE Bond (pH 1,94) ou H_3PO_4 imediatamente, 5 minutos, 2 ou 12 horas após a aplicação. Os resultados demonstraram que significativa recessão da superfície ocorreu sobre o tempo para todos os grupos, exceto o adesivo antes da dessecação, revelando zona de desmineralização contínua abaixo da camada híbrida, ficando desprotegida pelo adesivo, podendo prejudicar na adesão e influenciando na longevidade das restaurações.

Fuentes et al., em 2004, determinaram a resistência de união e as propriedades mecânicas, pela microdureza Knoop, da dentina mineralizada e da dentina tratada com EDTA e NaOCl a 5 %. Adicionalmente, a resistência de união e a microdureza foram determinadas na dentina tratada com EDTA e NaOCl infiltrada com adesivo. Realizaram teste de microtração (ampulheta). Os resultados mostraram haver diferenças estatisticamente significantes entre os grupos, onde ambos os tratamentos, EDTA e NaOCl, causaram reduções na resistência de união e microdureza da dentina mineralizada. Entretanto, a infiltração da resina na dentina tratada moderadamente aumentou os valores de resistência de união e microdureza, porém, significativamente não alcançaram os valores da dentina mineralizada. A dentina tratada com NaOCl e infiltrada com resina apresentou altos valores de resistência de união, sendo apenas menor que a dentina mineralizada. Em relação a microdureza, o tratamento com NaOCl reduziu significativamente a microdureza da dentina, e a interação entre resina e dentina tratada com NaOCl aumentou os valores, porém ainda se manteve menor que a microdureza da dentina mineralizada.

Arias, Bedran-de-Castro & Pimenta, em 2005, determinaram o efeito do NaOCl 10% gel e solução na resistência adesiva de sistemas adesivos. Dentes bovinos foram polidos para obter uma superfície plana e divididos em 12 grupos: Gluma One Bond [G1-controle; G2-NaOCl solução; G3-NaOCl gel]; Prime & Bond 2.1 [G4-controle; G5-NaOCl solução; G6-NaOCl gel]; Single Bond [G7-controle; G8-NaOCl solução; G9-NaOCl gel]; Prime & Bond NT [G10-controle; G11-NaOCl solução; G12-NaOCl gel]. Após o condicionamento da superfície, NaOCl 10% era aplicado por 60 segundos, ou na forma de gel ou solução. O teste mecânico realizado foi cisalhamento. Os resultados mostraram que a solução de NaOCl aumentou significativamente os valores de resistência de união para Gluma One Bond, porém nenhum efeito foi observado para os outros adesivos. Entretanto o NaOCl gel não obteve diferença estatística nos valores. O gel apresentou-se menos

efetivo para remoção de colágeno do que a solução. Os autores concluíram que a influência da remoção de colágeno é dependente do sistema adesivo utilizado, onde tanto o solvente como monômero podem influenciar.

Carvalho et al., em 2005, avaliaram morfológicamente, utilizando TEM, as discrepâncias entre as profundidades de desmineralização e a profundidade de penetração do adesivo, que pode ocorrer em alguns adesivos autocondicionantes suaves. A superfície de dentina coronária profunda de 30 dentes foi exposta, polida e tratada com cinco adesivos autocondicionantes de 1 passo e cinco de 2 passos que foram aplicados conforme indicação do fabricante. Preparação para TEM foi realizada seguida da imersão dos discos por 24 horas em nitrato de prata. A área de dentina condicionada, mas parcialmente infiltrada foi identificada abaixo da camada híbrida e caracterizada pela ocorrência de depósito de nitrato de prata nos espaços interfibrilares das fibras colágenas. A incompleta infiltração da resina, observada em alguns adesivos estudados, pode ser causada pela redução no potencial de condicionamento dos monômeros acídicos em direção à base da camada híbrida, ou a presença de acidez, mas a não-polimerização de componentes adesivos, criando sítios com potencial para degradação da adesão criada por estes adesivos autocondicionantes.

Em 2006, estudo com avaliação clínica de 2 anos, realizado por Saboia et al. avaliou o efeito da remoção do colágeno exposto da dentina condicionada na performance clínica de restaurações, com compósitos, de dentes com lesões cervicais não-cariosas utilizando 2 diferentes sistemas adesivos (Prime & Bond 2.1- Dentsply Caulk e Single Bond - 3M/ESPE). Para o grupo controle, foi realizado condicionamento com ácido fosfórico 37% por 15 segundos e aplicação do sistema adesivo conforme indicação do fabricante, e para o grupo tratamento, após o condicionamento ácido foi aplicado hipoclorito de sódio 10% por 60 segundos antes da aplicação do sistema adesivo. As restaurações foram realizadas com a resina composta Filtek Z 250 (3M/ESPE). Após 12 e 24 meses, as restaurações foram avaliadas seguindo o critério USPHS modificado quanto à sensibilidade pré e pós-operatória, retenção, estabilidade marginal e cárie secundária. Análise estatística dos dados não revelou diferenças estatisticamente significantes em qualquer intervalo de tempo entre os grupos para retenção e estabilidade marginal, e nenhuma sensibilidade pós-operatória ou lesão de cárie secundária foi detectada

durante o estudo. Este foi o primeiro estudo clínico com o uso de NaOCl e, apesar de ter pouco tempo de acompanhamento, apenas 2 anos, seus resultados demonstraram ser uma técnica encorajadora.

Em 2007, Nagpal e colaboradores estudaram o efeito da remoção do colágeno e o tratamento com ascorbato de sódio na dentina condicionada, na microinfiltração e na interface resina/dentina, sob condições úmidas e secas, usando o adesivo acetinado Prime & Bond NT (Dentsply). Foram realizadas cavidades classe V na superfície vestibular de 90 pré-molares. Após os dentes foram divididos em 6 grupos (n=15) de acordo com o tipo de tratamento de superfície (condicionamento ácido com H_3PO_4 por 15 seg; condicionamento seguido da aplicação de NaOCl 3%, por 2 minutos; condicionamento seguido por NaOCl 3% durante 2 minutos seguida da aplicação de ascorbato de sódio 10% por 1 minuto) e o grau de hidratação do substrato (úmido ou seco). As cavidades foram restauradas com resina composta (Spectrum TPH) e os dentes foram extraídos imediatamente após a restauração e armazenados em água destilada de 2 a 4 semanas. Dez espécimes de cada grupo foram utilizados para avaliar microinfiltração e 5 espécimes para observação em MEV. Após o condicionamento, os grupos do condicionamento ácido convencional e o tratado com NaOCl demonstraram extensa infiltração. Não houve diferenças estatisticamente significantes entre adesão ao substrato úmido ou seco em todos os grupos. Tratamento com NaOCl/ascorbato de sódio resultou em penetração tubular mais profunda e melhor adaptação na interface resina/dentina.

Toledano et al. (2007), investigaram a resistência de união à microtração de um adesivo autocondicionante (Futurabond - Voco) de um passo na dentina humana seguindo cinco diferentes protocolos: 1) de acordo com as instruções do fabricante; 2) H_3PO_4 36% por 15 segundos; 3) H_3PO_4 + hipoclorito de sódio a 10% por 2 minutos; 4) duplicação do tempo de aplicação do adesivo; e 5) duplicação no número de aplicações/camadas do adesivo. Análise estatística dos dados revelou que a resistência de união em dentina foi afetada pelo procedimento adesivo ($p < 0.001$), mostrando-se mais alta quando o tempo de aplicação foi duplicado (procedimento 4), enquanto que, comparações entre o procedimento 1, 2, 3 e 5 não mostraram diferenças estatisticamente significativas.

Maior et al. (2007) estudaram a importância das fibras colágenas dentinárias no selamento marginal de restaurações adesivas verificando se o colágeno era importante na união de diferentes materiais adesivos à resina. Foram realizadas 60 restaurações classe V nas superfícies vestibular e lingual de 30 pré-molares humanos extraídos. Os dentes foram divididos em 6 grupos, de acordo com o sistema utilizado (Single Bond e Z250- 3M/ESPE; Prime & Bond NT e Esthet X-Dentsply, One Coat Bond e Fill Magic - Coltene), e com o tipo tratamento de superfície (condicionamento convencional com aplicação de H_3PO_4 , e desproteinização com NaOCl 5 % por 2 minutos). Os dentes restaurados foram submetidos à ciclagem térmica, para então serem imersos em solução de fuccina básica 0,5%, por 24 horas, em 37° C. Avaliando os escores de microinfiltração da dentina por subgrupos, os grupos mostraram que as fibras colágenas não são necessárias para adesão, e sua remoção influencia positivamente no selamento marginal de Primer & Bond NT e One Coat Bond. Todavia, quando comparado com o protocolo adesivo convencional, Single Bond não mostrou diferença significativa.

Em 2008, Yamazaki, Bedran-Russo e Pereira avaliaram o efeito da ciclagem mecânica na nanoinfiltração em função do tempo na interface resina/dentina com e sem remoção de colágeno. Dentes bovinos foram divididos conforme o tipo de tratamento de superfície (1. condicionamento ou 2. condicionamento e aplicação de NaOCl 5% por 2 minutos), sistema adesivo (Single Bond - 3M/ESPE, Scotchbond Multi-Purpose - 3M/ESPE, One-Step Plus - Bisco ou All-Bond 2 - Bisco) e foram restaurados com resina composta Z250 (3M/ESPE). Metade dos espécimes recebeu 200.000 ciclos de carga a 50 N. Os dentes foram seccionados em discos e estocados em água destilada por 24 horas e 6 meses. O uso de NaOCl não afetou a nanoinfiltração na interface de todos os sistemas adesivos quando comparado a seus respectivos controles, ou seja, não houve diferença estatisticamente significativa. Nos 6 meses de imersão em água, exceto para One Step Plus, os grupos sem e com colágeno apresentaram valores de infiltração similar.

Monticelli et al. (2008) realizaram um estudo *in vitro*, para determinar a microinfiltração marginal, após estocagem por período de até 1 ano, de restaurações classe V realizadas com adesivos *total-etching* (One Step - Bisco) e *self-etching* (Clearfil SE Bond- Kuraray, e Adper Prompt L-Pop - 3M/ESPE) aplicados sob diferentes pré-tratamentos da dentina. Cento e oitenta dentes tiveram suas

superfícies lingual e vestibular restauradas após a realização de pré-tratamentos (1. de acordo com o fabricante; 2. aplicação de H_3PO_4 37% por 15 segundos, 3. H_3PO_4 37% por 15 segundos e NaOCl 5% por 2 minutos). Os dentes ficaram estocados em solução salina, a $37^{\circ}C$, por 24 horas, 6, 12 e 24 meses antes de serem imersos em solução de fuccina básica. Os escores de penetração foram dados numa escala de 0 a 3. Após condicionamento e tratamento com NaOCl, os adesivos *self-etching* tiveram escore estável, em contraste, o selamento marginal foi deteriorado após 12 e 24 meses com o uso do adesivo *total-etching*. Não houve diferenças entre os adesivos após 12 e 24 meses de armazenamento, e nenhum pré-tratamento foi capaz de eliminar completamente a infiltração, apenas reduzir.

Gonçalvez et al. (2009) verificaram a influência do armazenamento e da compressão de carga na resistência de união de sistemas adesivos quando usado a técnica convencional ou com remoção de colágeno. Vinte dentes foram divididos em 4 grupos, de acordo com o tipo de tratamento (convencional com a técnica recomendada pelo fabricante e com aplicação de NaOCl 10 %) e aplicação de carga (50.000 ciclos) ou não (imersão em água destilada por 24 horas) utilizando o mesmo sistema adesivo (Prime & Bond NT- Dentsply). Após 24 horas os espécimes foram preparados para ensaio de microtração e o modo de falha foi determinado por avaliação em MEV. Os resultados exibiram que após 24 horas e tipo de tratamento não influenciou nos valores de resistência de união, porém para todos os grupos testados, após a ciclagem mecânica a desproteíntização produziu altos valores de resistência de união, estatisticamente maiores que o tratamento convencional. Os autores concluíram que os grupos desproteíntizados apresentaram-se menos susceptíveis à degradação do que a técnica convencional.

Sauro et al. (2009) avaliaram em MEV e microscopia confocal o efeito desproteíntizante da solução NaOCl 12% na dentina condicionada, em tempo clinicamente relevante (2 minutos) e em período de aplicação prolongado (10 minutos). Para a microscopia confocal foram utilizados 25 dentes dos quais foram removidos 2 discos de dentina, onde metade dos espécimes foram submetidos a microscopia confocal de reflectância e a outra metade a imunofluorescência. Cada grupo foi dividido em 5 subgrupos (n=5) de acordo com o tratamento do substrato (condicionamento com H_3PO_4 , não condicionamento/ultrason e/ou aplicação de NaOCl). Para MEV foram utilizados 15 dentes dos quais também foram removidos 2

discos de dentina e divididos conforme os subgrupos já citados. Três imagens representativas de cada disco eram obtidas e avaliadas seguindo o critério de eficácia na remoção do colágeno, variando de 0 - completa ausência de fibras colágenas - a 4 - rede de colágeno desmineralizada intacta na superfície dentinária e dentro dos túbulos dentinários. Foi encontrada na dentina não condicionada a ausência de fibras colágenas. Conversamente, a microscopia confocal mostrou colágeno após o condicionamento, o qual apareceu como camada de hidrogel durante a observação em MEV. A aplicação de NaOCl por 2 minutos deixou alguns remanescentes de fibras colágenas intertubular e intratubular, já sua aplicação por 10 minutos, sinais imunofluorescentes e de reflexão de colágeno residual foram detectados, aparecendo como projeções durante investigação em MEV.

Também em 2009, Sauro e colaboradores realizaram um estudo com o objetivo de reduzir a degradação da camada híbrida criada por sistemas adesivos simplificados utilizando diferentes condições do substrato dentinário, avaliando o efeito dos tratamentos dentinários na resistência de união e na permeabilidade da camada híbrida. A superfície dentinária de dentes molares humanos foi exposta, e os dentes foram divididos conforme o sistema adesivo *total-etching* de 1 frasco: Scotchbond 1XT (3M/ESPE) e Optibond Solo (Kerr Corp), e o tipo de tratamento de superfície: 1.) Condicionamento com ácido fosfórico (AF) 37% por 15 segundos; 2.) AF por 15 seg seguido da aplicação de NaOCl 12% durante 30 seg; 3. Condicionamento com 0,1 M EDTA por 90 seg (pH 7.4); e 4.) EDTA 90 seg. seguida pela aplicação de 12% NaOCl por 30 seg. Os espécimes foram submetidos a teste de microtração para mensurar a resistência de união, e para avaliar micropermeabilidade da interface resina/dentina os espécimes foram levados a microscópio confocal de fluorescência. Ambos os sistemas adesivos obtiveram alta resistência de união na dentina condicionada de forma convencional, porém a aplicação de 12% NaOCl diminuiu os valores de ambos os sistemas adesivos. Com relação à avaliação da micropermeabilidade, a microscopia confocal mostrou alta micropermeabilidade dentro das interfaces dos espécimes tratados com H_3PO_4 , e mais baixa micropermeabilidade foi observada com $H_3PO_4/NaOCl$ e EDTA. Os autores concluíram que o uso de NaOCl após o condicionamento ácido produz menos poros na interface resina/dentina.

Em 2010, Perdigão realizou uma revisão de literatura sobre variáveis relacionadas à adesão em dentina. Neste trabalho o autor comentou sobre as mudanças que ocorrem no substrato dentinário com a idade e explanou sobre características da dentina como a permeabilidade dentinária, adesão à dentina afetada por lesão de cárie, dentina terciária e esclerótica. O tópico região dentinária, como a dentina proximal, vestibular, oclusal superficial e profunda foi extremamente abordado, comentando trabalhos que mostraram diferenças nos valores de resistência de união entre essas superfícies concluindo que a molhabilidade da superfície dentinária, a presença de pressão pulpar, a *smear layer* e a espessura de dentina remanescente são variáveis importantes durante os procedimentos adesivos.

Fawzy, 2010, caracterizou as variações na estrutura e desidratação da superfície da rede de fibras colágenas variando a profundidade dentinária e o tempo de exposição da superfície ao ar (3, 6, 9 e 12 minutos), e também avaliou os efeitos destas variações na resistência de união com o uso de um sistema adesivo *self-etching* à base de álcool. Dentina superficial e profunda foi tratada com ácido fosfórico e a secagem se deu em 4 diferentes tempos. Posteriormente a rede de fibras colágenas foi observada em microscopia de força atômica (MFA). Como resultados as imagens de MFA revelaram que com os tempos de 3 e 6 minutos de secagem, ambas as superfícies apresentavam fibras colagens dispostas de forma semelhante. Entretanto, após 9 minutos, a dentina superficial demonstrou a rede de fibras colágenas mais colapsadas do que a dentina profunda. E após 12 minutos, ambas as superfícies demonstravam total colapso. A resistência adesiva apresentou valores de resistência de união maiores para a dentina superficial do que a dentina profunda após 3 e 6 minutos, entretanto após 9 e 12 minutos nenhuma diferença foi encontrada. Isto demonstra que a habilidade da dentina em preservar a rede de fibras colágenas aumenta com a profundidade dentinária e com menor exposição da superfície ao ar.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Seleção dos dentes

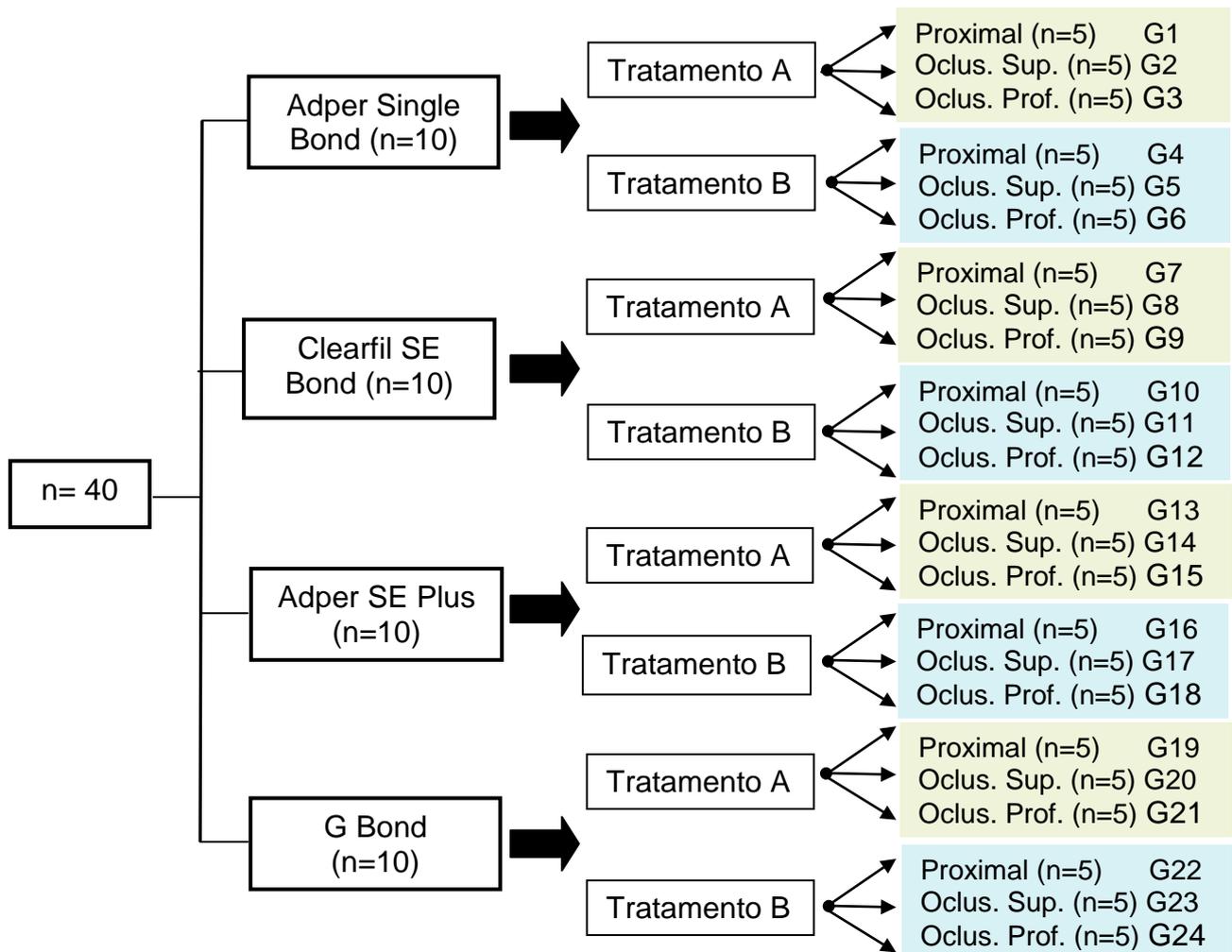
Para a realização deste estudo, foram selecionados 40 dentes terceiros molares hígidos obtidos no Banco de Dentes Permanentes Humanos da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM). O projeto foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da UFSM (CAAE: 0248.0.243.000-09 - Anexo 1). Os dentes foram selecionados seguindo o critério de qualidade da coroa dental: ausência de lesão de cárie e restaurações, ausência de trincas ou opacidades e formato anatômico dentro de padrões aceitos, com tamanho igual ou maior que 10 mm no sentido méso-distal e 8,0 mm no sentido vestibulo-lingual, oferecendo área mínima para o desenvolvimento do estudo proposto. Posteriormente os dentes foram limpos com curetas periodontais, lavados e polidos com pasta de pedra pomes e permaneceram armazenados em solução aquosa de tymol 0,5% (5°C), para desinfecção, até o momento do uso no estudo.

4.2 Divisão dos dentes

Os dentes foram divididos em vinte e quatro grupos experimentais (n=5), de acordo com o tipo de sistema adesivo, sendo um *total-etching* (Adper Single Bond - 3M ESPE, St. Paul, MN - EUA) e três *self-etching* (Clearfil SE Bond – Kuraray Medical Inc., Osaka - Japão; Adper SE Plus - 3M ESPE, St. Paul, MN – EUA; e G Bond - GC Corp., Tóquio – Japão) (Figura 1), de acordo com o tipo de tratamento (tratamento controle ou tratamento químico com NaOCl) e de acordo com a região dentinária (dentina proximal, oclusal superficial e profunda) (Esquema 1).



Figura 1 – Sistemas adesivos utilizados (Adper Single Bond, Clearfil SE Bond, Adper SE Plus, G Bond)



Esquema 1 - Formação dos grupos (fluxo de distribuição).

Tratamento A (tratamento controle); tratamento B (tratamento químico com NaOCl); Oclus. Sup. (dentina oclusal superficial); Oclus. Prof. (dentina oclusal profunda), G – Grupo.

Para a divisão aleatória dos 40 dentes nos 24 grupos experimentais ($n=5$) foi utilizado o Software *Random Allocation*, versão 1.0 (M. Saghaei, MD., Departamento de Anestesia, Universidade de Ciências Médicas Isfahan, Isfahan - Irã) (Figura 2). Foi realizada a randomização apenas dos tipos de tratamentos e sistemas adesivos, entretanto a alocação da superfície dentinária não foi realizada, pois de um mesmo dente se extraíram 3 regiões dentinárias em um mesmo momento. Assim, foram criados apenas 8 grupos (2 tratamentos e 4 sistemas adesivos) com $n=5$. No software, dessa maneira, informou-se todos os grupos experimentais, e a partir disso, uma tabela foi gerada com seqüência aleatória, numerada de 1 a 40, para garantir-se a ocultação dos grupos. A realização das etapas seguiu, portanto, essa seqüência. A realização da randomização e das etapas dos procedimentos foi feita pelo mesmo operador.

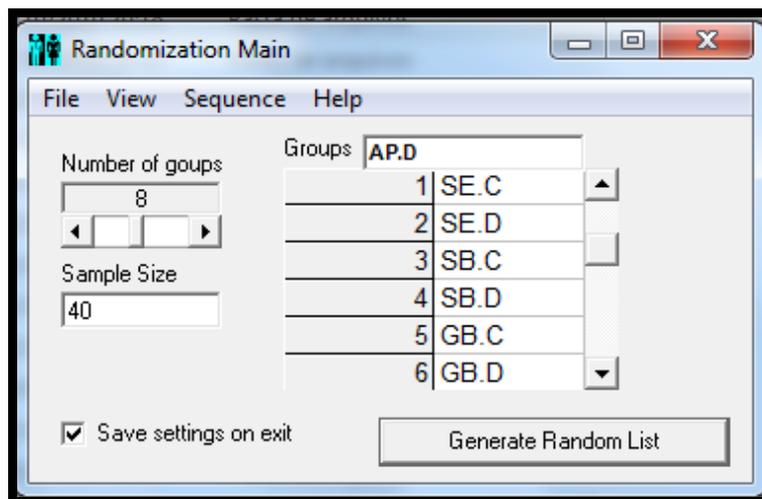


Figura 2 – Software *Random Allocation*.

4.3 Preparo dos espécimes

O preparo dos dentes, doravante denominados espécimes, foi realizado da mesma forma para todos os grupos experimentais. Primeiramente as raízes dos dentes foram incluídas em tubos de polivinil (PVC) vaselinados, de 25 mm de diâmetro e 1,5 cm de altura, com resina acrílica auto-polimerizável (JET, Artigos Odontológicos Clássico, Cpo. Limpo Pta, SP - Brasil). Os dentes eram incluídos

aproximadamente 3 mm abaixo da junção cimento-esmalte (Figura 3). Após a polimerização da resina acrílica, o conjunto resina acrílica/dente foi removido do tubo de PVC e os espécimes foram levados a recortador de gesso para fins de desgastar a superfície da resina acrílica na região proximal de forma a criar ângulo de 90°. Este procedimento foi realizado para que o espécime se mantivesse estável na posição horizontal durante o preparo da superfície proximal, e para garantir que o conjunto resina acrílica/dente fosse posicionado perpendicularmente a ponta diamantada utilizada para a confecção de cavidades (Figura 4).

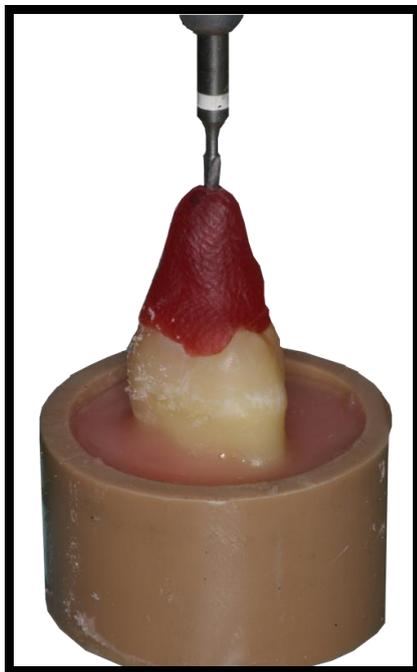


Figura 3 – Inserção do dente no cilindro de PVC com resina acrílica.

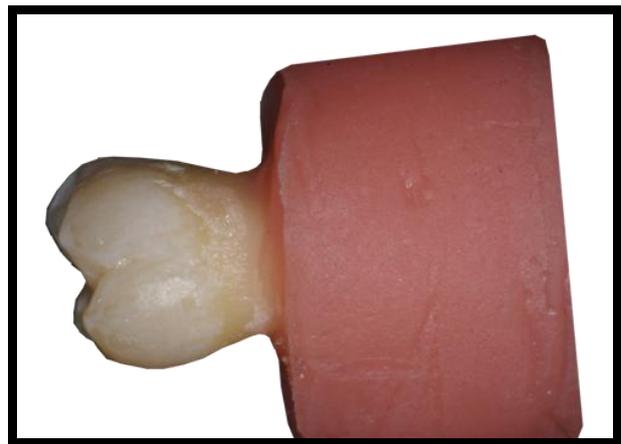


Figura 4 – Espécime após desgaste em recortador de gesso.

Posteriormente duas cavidades circulares, uma cavidade oclusal e outra proximal, foram realizadas em cada espécime com ponta diamantada cilíndrica 2094 (KG Sorensen Ind. E Com. Ltda, Barueri, SP - Brasil) resultando em cavidades de 4 mm de profundidade na superfície oclusal e 3 mm de profundidade na superfície proximal, com 2 mm de diâmetro. A ponta diamantada foi adaptada a alta rotação, com irrigação constante, a qual foi acoplada em dispositivo verticalizador (Figura 5). A ponta diamantada 2094 possui a parte ativa com 4 mm, portanto para a confecção das cavidades oclusais a parte ativa era totalmente introduzida na estrutura dental, já para a confecção das cavidades proximais foi realizado um demarcador visual,

com caneta esferográfica, limitando a parte ativa em apenas 3 mm para a introdução na estrutura dental (Figuras 6 e 7). Cada ponta foi utilizada para a realização de 10 preparos cavitários. O dispositivo verticalizador teve como propósito padronizar a preparação das cavidades, diminuindo a interferência da manipulação do operador. O aparato movimenta-se nos eixos x e y e fornece o aprisionamento do espécime mantendo-o fixo.



Figura 5 – Dispositivo adaptado para confecção das cavidades.

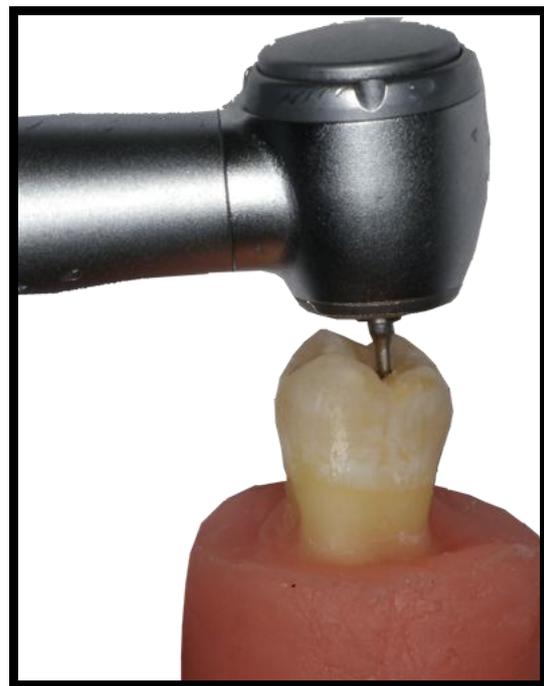


Figura 6 – Confecção de cavidade oclusal.

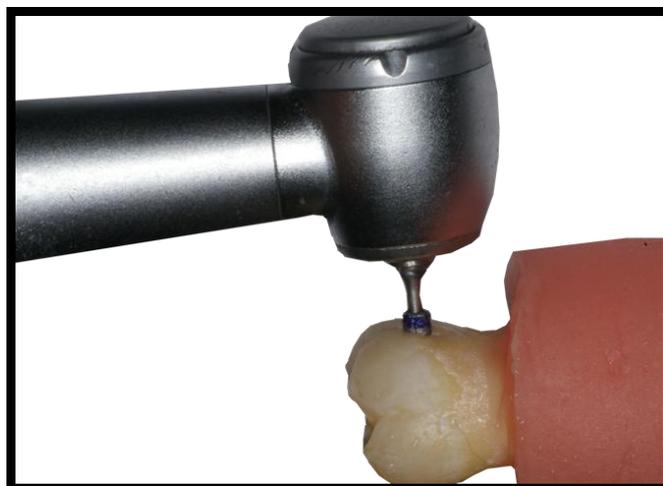


Figura 7 – Confecção de cavidade proximal.

4.4 Tratamentos de superfície

Os espécimes divididos e alocados nos grupos foram tratados seguindo dois tipos de tratamento, o tratamento convencional ou o tratamento químico com hipoclorito de sódio (NaOCl):

Tratamento controle: logo após o preparo das cavidades, os sistemas adesivos foram aplicados na superfície dentinária seguindo a técnica adesiva preconizada pelos fabricantes, com aplicador descartável do tipo *microbrush* de ponta extrafina (KG Sorensen Ind. E Com. Ltda, Medical Burs Ind. e Com. de Pontas e Brocas Cirúrgicas LTDA, Cotia, SP – Brasil).

Tratamento químico com hipoclorito de sódio (desproteíntização): a solução de hipoclorito de sódio (NaOCl) 10% foi manipulada (Farmácia de manipulação Novaderme, Santa Maria, RS - Brasil) 2 dias antes de sua utilização e durante todo o experimento permaneceu em frasco de cor âmbar, e sob refrigeração a 4°C. Após o preparo das cavidades, foi aplicado ácido fosfórico gel 37 % (Condac 37, FGM produtos Odontológicos LTDA, Joinville, SC - Brasil) na superfície, durante 15 segundos (Figuras 8 e 9). Foi realizada a lavagem com spray ar/água durante 30 segundos, secagem com papel absorvente, e foi aplicada a solução de hipoclorito de sódio a 10% (Figuras 10 e 11), com seringa farmacêutica descartável, permanecendo 1 minuto em contato com a superfície. Posteriormente foi realizada lavagem abundante com spray ar/água durante 30 segundos para remover a maior quantidade possível de NaOCl residual e desta forma não afetar o colágeno presente na dentina desmineralizada remanescente que não foi exposto (INAI, 1998). Posterior à lavagem, a técnica adesiva procedeu-se como preconizada pelos fabricantes.

4.5 Procedimentos restauradores

O procedimento restaurador foi realizado imediatamente após a técnica adesiva, que se procedeu com o uso dos sistemas adesivos descritos na Tabela 1,

os quais foram aplicados e fotoativados seguindo as instruções dos fabricantes (Tabela 2). As cavidades foram restauradas com resina composta Z 250 (3M ESPE – St. Paul, MN - EUA), cor A₂, inserida em dois incrementos horizontais (MANHART, 2002), sendo fotoativados individualmente por 20 segundos com Diodo Emissor de luz (LED - Olsen Ind. e Com. S/A, Palhoça, SC - Brasil), com intensidade de 800 mW/cm², e a irradiância deste aparelho foi medida usando powermeter (Fieldmaster, Coherent Divisão de Produtos Comerciais, Auburn, CA – EUA).

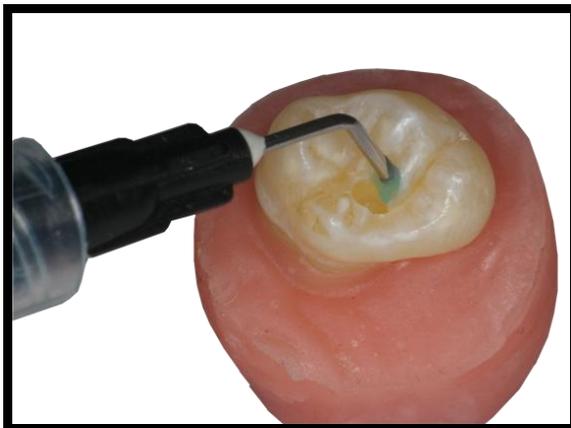


Figura 8 – Aplicação de ácido fosfórico 37 % na superfície oclusal.

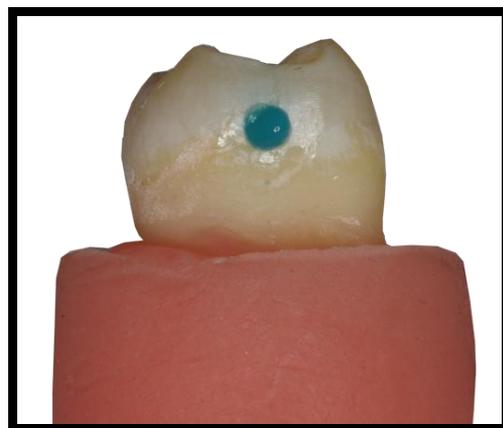


Figura 9 – Aplicação de ácido fosfórico 37 % na superfície proximal.

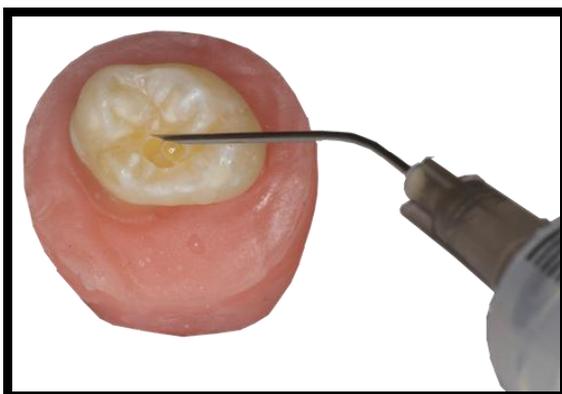


Figura 10 – Aplicação de NaOCl na superfície oclusal.

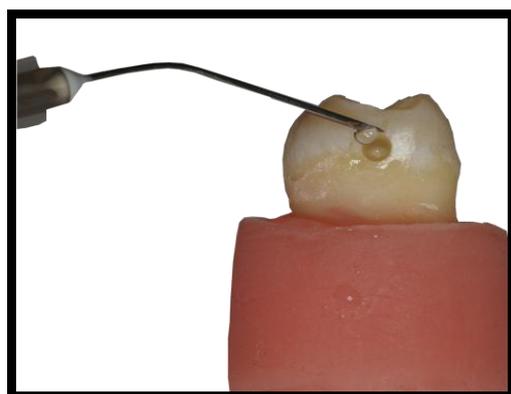


Figura 11 – Aplicação de NaOCl na superfície proximal.

Posteriormente, os espécimes permaneceram armazenados em frascos individuais com água destilada, em estufa (502 FANEM, São Paulo, SP - Brasil), a 37°C de temperatura, durante 24 horas, para então serem preparados e submetidos ao ensaio de resistência de união por meio do teste de extrusão (*push-out*).

Tabela 1 - Sistemas adesivos – fabricantes, pH, características e composições

Sistema adesivo	Fabricante	pH	Características	Composição
1 - Adper Single Bond Lote: 8RT Venc: 06.2011	3M ESPE – EUA	4,3	Sistema adesivo simplificado de condicionamento ácido total	HEMA, BIS-GMA, Di-metacrilatos, Fotoiniciadores, Co-polímeros do ácido poliacrílico, Co-polímero do ácido itacônico, Fotoiniciador, Água, Álcool.
2 - Clearfil SE Bond Lote: 51475 Venc: 04.2012	Kuraray – Japão	1,9	Sistema adesivo autocondicionante de dois passos	<u>Primer:</u> MeDP, HEMA, Metacrilato hidrofílico, Canforoquinona, Dietanol-p-toluidine, Água. <u>Bond:</u> Bis-GMA, Dimetacrilato hidrofóbico, Sílica coloidal silanizada.
3 – Adper SE Plus Lote: 8BE Venc: 08.2010	3M ESPE- EUA	1,0	Sistema adesivo autocondicionante de dois passos	<u>Primer-</u> HEMA, Água, Surfactante, Corante cor-de-rosa; <u>Bond-</u> UDMA, TEGDMA, TMPTMA, HEMA fosfatado, MHP, Nanopartículas de zircônia, Canforoquinona.
4- G Bond Lote: 0701131 Venc: 09.2011	GC Corp – Japão	2,0	Sistema adesivo autocondicionante de um passo	4-MET, UDMA, Água, Acetona, Sílica, Fotoiniciador, Água.

HEMA, 2-hidroxietil metacrilato; Bis-GMA, bisfenol-A diglicidilmetacrilato; MDP, 10-metacriloxidecila diidrogênio fosfato; UDMA, uretano dimetacrilato; TEGDMA, trietilglicol dimetacrilato; TMPTMA, trimetacrilato hidrófobo; MHP, metacrilatos fosfatados; 4-MET, ácido 4- metacriloxietil trimetilico.

4.6 Preparo para ensaio mecânico

Para obtenção de discos de dentina/restauração, os espécimes foram fixados em base metálica e primeiramente foram realizados dois cortes longitudinais na face proximal dos espécimes, o primeiro para remoção de esmalte proximal que foi desprezado e o segundo para obtenção de uma secção de dentina/restauração proximal de aproximadamente 1 mm de espessura (Figura 12). Posteriormente foram realizados 3 cortes com secção transversal completa da coroa, sendo o primeiro na altura do terço oclusal para remoção do substrato esmalte oclusal que foi descartado, o segundo para obtenção de uma secção de dentina/restauração oclusal superficial e o terceiro de dentina/restauração oclusal profunda, ambos com aproximadamente 1 mm de espessura (Figura 13). Todos os cortes foram realizados com disco diamantado de 0,3 mm de espessura (Extec Corp., Enfield, CT, EUA), em 170 rpm, na máquina de corte Labcut 1010 (ERIOS, Equipamentos Técnicos e Científicos Ltda, São Paulo, SP - Brasil) (Figura 14), sob irrigação constante (Figura 15).

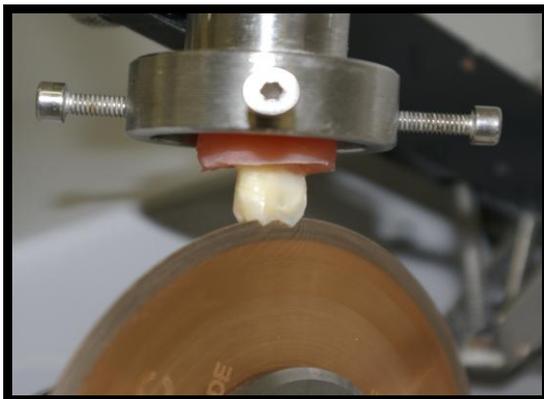


Figura 12 – Obtenção de *slice* de dentina proximal após descarte do *slice* de esmalte.

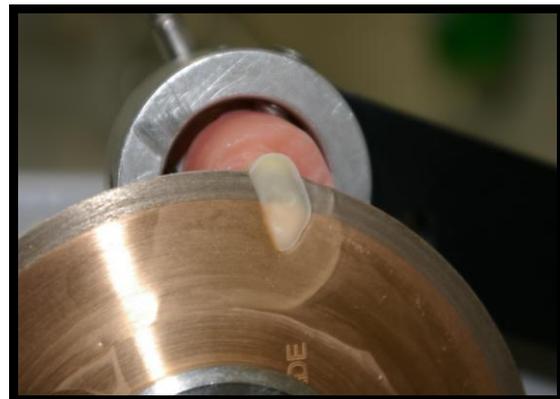


Figura 13 – Obtenção de *slice* de dentina oclusal após descarte do *slice* de esmalte.

Tabela 2 - Sistemas adesivos e técnicas de aplicação conforme preconizado pelos fabricantes

Sistema adesivo	Técnica de aplicação
Adper Single Bond	Aplicação do gel de ácido fosfórico durante 15 segundos; Lavagem com spray ar-água durante 30 segundos; Aplicação de duas camadas de primer/adesivo; Aplicação de jato de ar comprimido suavemente por 5 segundos; Fotoativação por 10 segundos.
Clearfil SE Bond	Aplicação do primer; Repouso por 20 segundos; Secagem levemente com ar seco; Aplicação do adesivo; Leve jato de ar; Fotoativação por 10 segundos.
Adper SE Plus	Aplicação do primer; Aplicação do adesivo; Atrição constante da superfície por 20 segundos; Jato de ar; Reaplicação do adesivo; Jato de ar; Fotoativação por 10 segundos.
G Bond	Aplicação ativa do primer/adesivo durante 10 segundos; Repouso de 10 segundos; Aplicação de jato de ar vigoroso durante 5 segundos; Fotoativação por 10 segundos.



Figura 14 – Equipamento utilizado para realização dos cortes
Labicut 1010

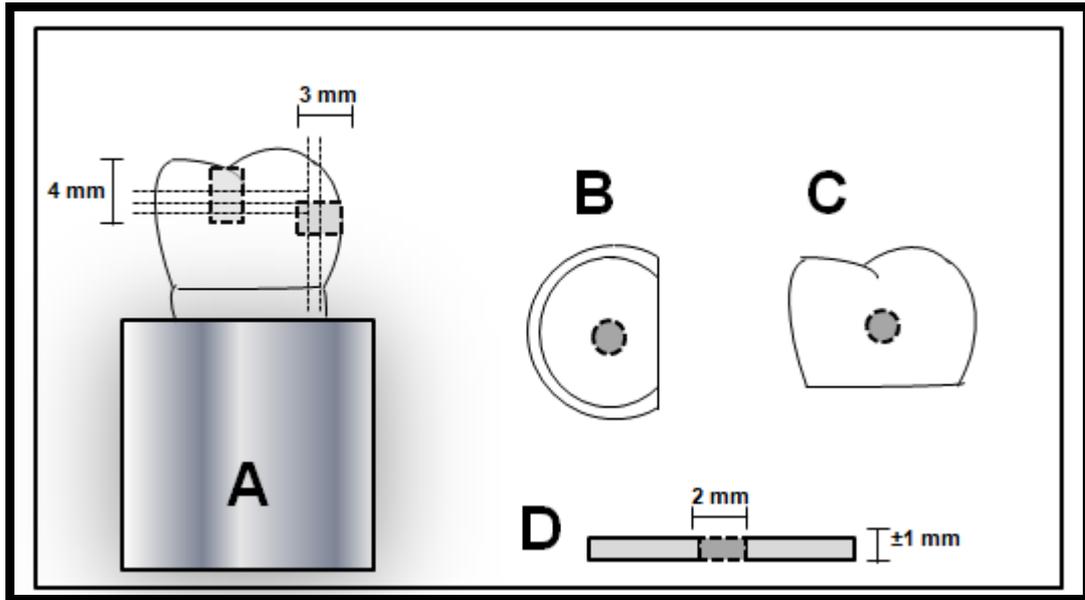


Figura 15 – Desenho esquemático das dimensões das cavidades e cortes realizados (A), características de uma vista perpendicular de *slices* oclusais (B) e proximal (C) e vista lateral (D).

4.7 Ensaio de extrusão (*push-out*)

Imediatamente após a obtenção dos *slices* de dentina/restauração, cada *slice* foi posicionado sobre dispositivo metálico com abertura central ($\varnothing = 4 \text{ mm}$) maior que o diâmetro das restaurações. O dispositivo foi posicionado na base da máquina de ensaio mecânico (DL 2000, EMIC, Equipamentos e Sistemas Ltda. - São José dos Pinhais, PR - Brasil) de forma que a ponta metálica cilíndrica, aplicadora da carga ($\varnothing_{\text{extremidade}} = 1,05 \text{ mm}$), ocupasse a posição central do orifício do dispositivo metálico. Os *slices* foram então posicionados centralmente sobre o dispositivo e a ponta cilíndrica posicionada na porção central da restauração para induzir a carga, sem que a mesma fosse aplicada sobre qualquer outro substrato/material (Esquema 3). Considerando a metodologia de embutimento e corte dos espécimes, a restauração foi submetida a carga paralela ao longo eixo do espécime. O teste foi executado com a célula de carga de 100 kN, e o carregamento vertical foi feito à velocidade de 1 mm/minuto, até a ocorrência da falha.

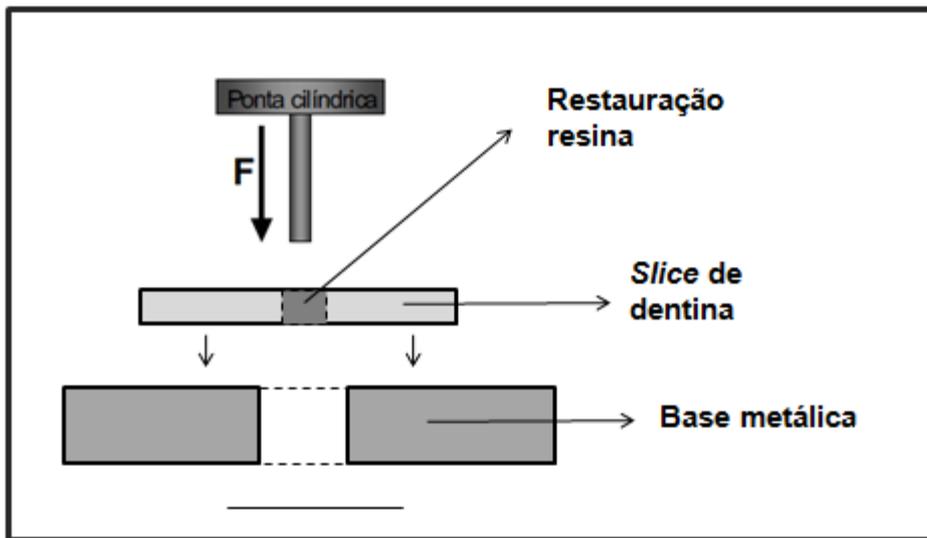


Figura 16 - Desenho esquemático do aparato utilizado para teste de extrusão (*push-out*).

4.8 Cálculo da área adesiva (A)

Os valores da força foram obtidos em Newtons (N) e para obtenção dos valores de resistência de união (R em MPa) foi empregada a fórmula $R = C/A$, onde, **C** = carga para ruptura do espécime (N) e **A** = área da interface adesiva (mm^2). Para cálculo da área foi empregada a fórmula de cilindro circular reto de bases paralelas entre si e geratrizes perpendiculares aos planos das bases (AGUILAR-MENDONZA, 2008), de acordo com a figura 17.

$$A \text{ (total)} = A \text{ (lateral)} = 2 \cdot \pi \cdot r \cdot h$$

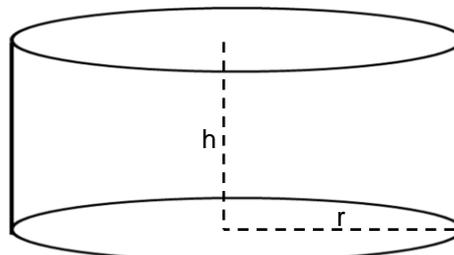


Figura 17 – Desenho esquemático correspondente à secção interna do espécime (paredes da restauração) – figura geométrica de cilindro circular reto de bases paralelas.

Então, $A = 2 \pi r h$ onde, A = área interfacial, $\pi = 3,14$, R = raio e h = espessura dos *slices*. O valor de R foi padronizado pela metade do diâmetro gerado pela ponta diamantada utilizada para realizar as cavidades, sendo igual a 1 mm. Enquanto que a altura h foi medida para cada *slice* anteriormente ao ensaio de extrusão com auxílio de paquímetro digital (King Tools, Electronic Digital Caliper, 0-200 mm, Mooca, SP - Brasil) (Figura 18).

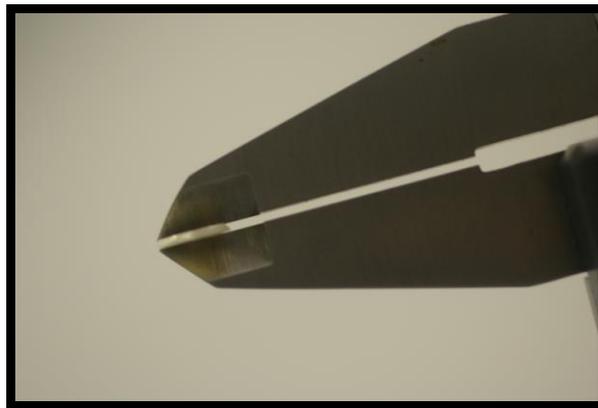


Figura 18 – Espessura do *slice* de dentina sendo avaliado em paquímetro digital.

4.9 Avaliação do tipo de fratura

Após a ocorrência das fraturas, todos os espécimes foram examinados em estereomicroscópio (Zeiss, Plan S 1.0x, FWD, 81 mm/CL 1500 ECO, Carl Zeiss do Brasil Ltda., Rio de Janeiro, RJ - Brasil), em aumento de 25 a 50 vezes, no programa Axio Vision 4.5, com o propósito de avaliar e classificar o modo predominante do tipo de fraturas ocorridas, as quais foram classificadas em: **Ades.** = falha adesiva; fratura ocorrida na linha de adesão entre a dentina e a resina; **Coes. D** = falha coesiva em dentina; **Coes. R** = falha coesiva em resina composta.

Foi considerado o tipo de falha predominante, não sendo consideradas falhas mistas, tanto em resina como dentina, devido ao fato de a falha sempre ser originária em algum substrato (SHERRER, CESAR, SWAIN, ADM 2009). Ou seja, falhas mistas com predominância adesiva foram consideradas falhas adesivas e

falhas mistas com predominância coesiva foram consideradas falhas coesivas, em resina ou dentina.

Todas as etapas deste estudo, desde a seleção e alocação dos dentes, como as etapas laboratoriais foram realizadas por um único operador, previamente treinado para todas as fases do processo. Após a realização dos procedimentos, adesivo e restaurador, realizou-se cegamento quanto aos grupos. Para a realização do seccionamento, teste mecânico, e avaliação do tipo de fratura o operador estava cegado com relação ao tipo de tratamento e tipo de sistema adesivo devido à codificação com números da seqüência gerada pela randomização. Porém com relação à superfície dentinária não se fez cegamento devido à evidente visualização do tipo de superfície pelas diferenças morfológicas da dentina proximal e oclusal.

4.10 Avaliação em microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Após os testes, foram selecionados espécimes com fraturas representativas para serem analisados em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Todos os espécimes selecionados foram submetidos à fixação, por imersão em solução de glutaraldeído 2,5 em 0,1 M de cacodilato de sódio tamponado durante 6 horas e, em seguida foi procedida à secagem química em graus ascendentes de etanol, 50%, 5 minutos; 75%, 5 minutos; 90%, 5 minutos e álcool absoluto durante 3 horas. A seguir as amostras foram submetidas à metalização com liga de ouro em metalizadora Desk II Denton Vacuum (Moorestown, NJ - EUA) e observadas em microscópio eletrônico de varredura JEOL A110 (Jeol Inc Tec. – Tóquio - Japão). Os espécimes foram analisados em ampliações de 15 a 300 vezes, de acordo com o interesse da área para leitura.

4.11 Análise Estatística

Os valores nominais de resistência de união, registrados em MPa, foram tabulados em planilhas e analisados por meio de estatísticas descritivas no

programa SPSS (*Statistical Package for Social Sciences*, versão 18.0). A normalidade de distribuição foi verificada com o teste de Shapiro-Wilk e a homocedacidade pela Prova de Levene. Os dados foram comparados entre os diferentes grupos experimentais por meio de análise de variância (ANOVA) de 3-fatores e teste de *post-hoc* de Tukey, considerando nível de significância de 5%, ($p < 0.05$). Para comparação do modo de falha entre os fatores foi utilizado o teste QuiQuadrado ($p < 0.05$).

5 RESULTADOS

Os testes de normalidade e de homocedasticidade mostraram que os valores obtidos, tiveram distribuição normal, e poderiam ser submetidos ao teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) 3 - fatores.

O teste ANOVA de 3 - fatores mostrou que os fatores superfície ($p=0.000$) e sistema adesivo ($p=0.005$) afetaram significativamente os valores de resistência de união. Entretanto, o fator tratamento ($p=0.058$) não obteve diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união. O teste ANOVA mostrou que a interação superfície/adesivo ($p=0.006$) afetou significativamente a resistência de união, já as interações superfície/tratamento ($p=0.592$), adesivo/tratamento ($p=0.210$) e superfície/adesivo/tratamento ($p=0.320$) não afetaram significativamente os valores de resistência de união (Tabela 3).

A superfície dentinária proximal apresentou os maiores valores de resistência de união, sendo superiores à superfície oclusal superficial, que por sua vez, apresentou valores maiores que a superfície oclusal profunda; porém estes resultados sofreram a influência dos sistemas adesivos utilizados.

Dentre todos os grupos, o grupo do sistema adesivo Clearfil SE Bond na superfície proximal sob o tratamento com NaOCl apresentou a maior média de resistência de união. Entretanto a superfície dentinária oclusal profunda apresentou valores de resistência de união menores do que a dentina oclusal superficial, onde dentre todos os grupos, o grupo do sistema adesivo Adper Single Bond na superfície oclusal profunda sob o tratamento com NaOCl apresentou a menor média de resistência de união (Tabela 4)

Neste estudo a totalidade dos espécimes foi utilizada, não ocorrendo nenhuma perda durante o seccionamento para obtenção dos slices de dentina/restauração e todos os espécimes sobreviveram até o momento do teste de extrusão. Após o teste, 3 espécimes (2,5 % do total) apresentaram falhas coesivas em resina (Figura 19), 8 espécimes (6,8 % do total) apresentaram falhas coesivas em dentina (Figura 20) e a maioria, 109 espécimes (90,8 % do total) apresentaram falhas adesivas (Figuras 21, 22 e 23) (Tabela 5). Dentre as superfícies, a proximal foi a que apresentou a maior porcentagem de falhas coesivas, sendo todas em dentina, quase o dobro de outras superfícies (5 espécimes de um total de 11), e a

superfície oclusal profunda se equívaleu a oclusal superficial, ambas com 3 falhas coesivas. Com relação aos sistemas adesivos, o Single Bond foi o de maior ocorrência de falhas coesivas (5 espécimes de um total de 11), e com relação aos tratamentos, a dentina desproteinizada apresentou maior porcentagem de falhas coesivas (7 de um total de 11).

Porém, a análise estatística dos dados das falhas pelo teste QuiQuadrado demonstrou não haver diferença estatisticamente significativa quanto à porcentagem de falhas coesivas entre todos os fatores: superfície, adesivo e tratamento (Tabela 6).

Tabela 3 – Análise de Variância da variável dependente (resistência de união)

Fonte de Variação	G.L.	Quadrado Médio	F	Sign. (%)
Tipo de Superfície (S)	2	299.041	24.331	0.000 %
Tipo de adesivo (A)	3	55.285	4.498	0.005 %
Tipo de Tratamento (T)	1	45.387	3.693	0.058 %
Interação S x A	6	40.142	3.266	0.006 %
Interação S x T	2	6.480	0.527	0.592 %
Interação A x T	3	18.886	1.537	0.210 %
Interação S x A x T	6	14.578	1.187	0.320 %
Erro	96	12.291	---	---
Total	120	---	---	---

Tabela 4 - Média (MPa) e desvio padrão (DP) dos grupos experimentais

SUPERFÍCIE	GB	SE	SB	AP	TRATAMENTO
Oclus. Sup.	6.27 (0.98) b A	10.39 (3.46)ab AB	11.55 (2.43)a AB	9.41 (3.64)ab AB	Controle
Oclus. Prof.	7.58 (2.30)a A	6.93 (1.62)a B	7.70 (2.82)a B	6.49 (2.63)a B	
Proximal	6.92 (1.25)b A	13.19 (3.51)ab A	14.97 (4.53)a A	13.46 (5.49)ab A	
Oclus. Sup.	7.82 (2.76) a A	9.45 (2.45)a AB	11.63 (3.20)a A	10.45 (1.64)a A	NaOCl
Oclus. Prof.	9.15 (1.15)a A	7.99 (3.45)ab B	4.20 (1.85)b B	12.18 (3.32)a A	
Proximal	11.21 (5.00)a A	16.27 (6.55)a A	15.52 (3.53)a A	13.71 (2.42)a A	

Valores expressos em MPa, n=5.

Para cada linha, valores com letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa entre os adesivos, mantendo-se a mesma superfície e tratamento (p<0.05). →

Para cada coluna, os valores com letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa (p<0.05) entre as superfícies, mantendo-se o mesmo tipo de adesivo e tratamento. ↓

Tabela 5 - Representação da porcentagem e quantidade dos tipos de falhas ocorridas em cada grupo

Modo de falha Grupos	Falha adesiva	Falha coesiva dentina	Falha coesiva resina
G 1	4	1	0
G 2	5	0	0
G 3	4	0	1
G 4	4	1	0
G 5	4	1	0
G 6	4	1	0
G 7	4	1	0
G 8	5	0	0
G 9	5	0	0
G 10	4	1	0
G 11	4	0	1
G 12	4	1	0
G 13	5	0	0
G 14	5	0	0
G 15	5	0	0
G 16	5	0	0
G 17	4	0	1
G 18	5	0	0
G 19	4	1	0
G 20	5	0	0
G 21	5	0	0
G 22	5	0	0
G 23	5	0	0
G 24	5	0	0
Total	109	8	3
100 %	90,8 %	6,7 %	2,5 %

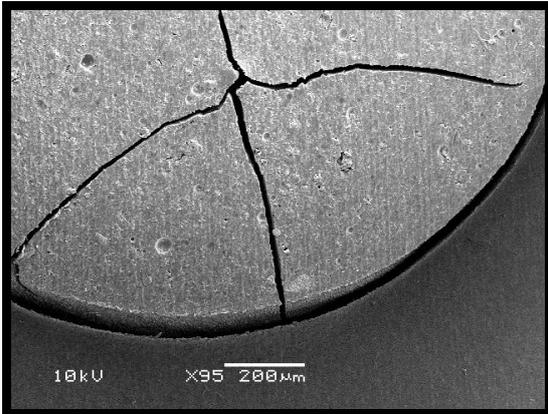


Figura 19 – MEV de falha coesiva em resina (G 11 - sistema adesivo SE em superfície oclusal superficial desproteinizada).

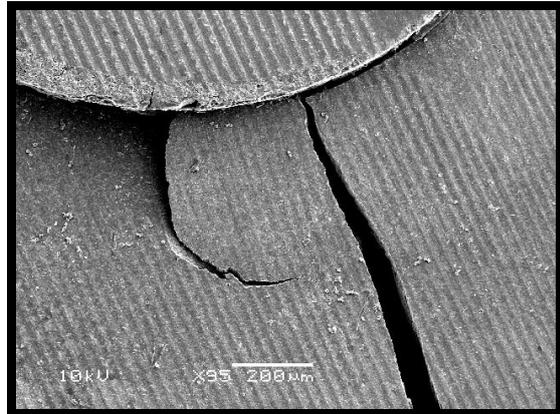


Figura 20 – MEV de falha coesiva em dentina proximal (G 5 - SB em superfície oclusal superficial desproteinizada).

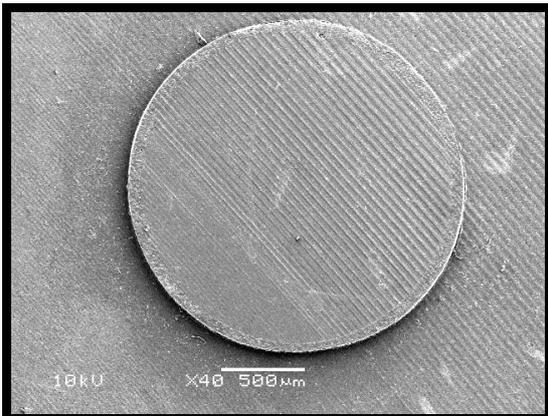


Figura 21 – MEV de falha adesiva onde o conjunto adesivo/resina se destacou completamente da superfície dentinária (G 9 - SE em dentina oclusal profunda não desproteinizada).

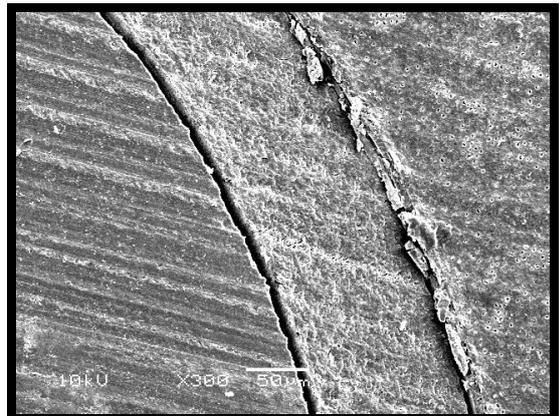


Figura 22 – MEV de falha adesiva com maior aproximação onde observa-se a separação entre a espessa linha de sistema adesivo (SE) e a resina composta (G 9).

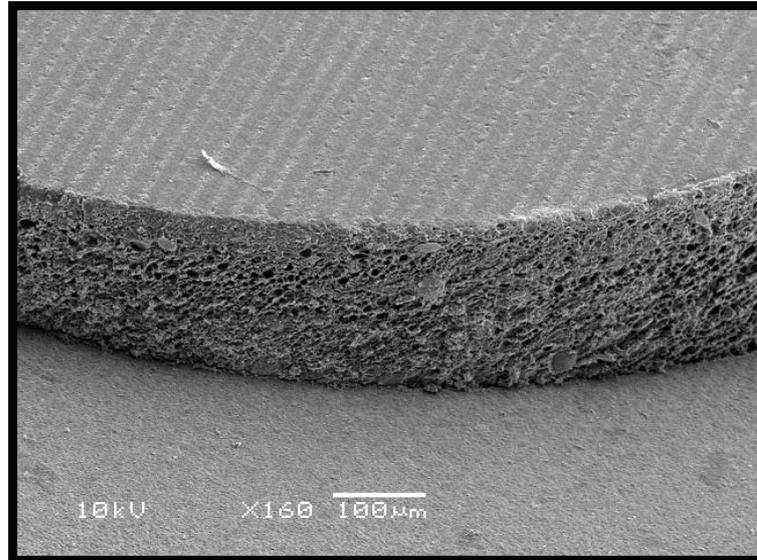


Figura 23 – MEV de falha adesiva com maior aproximação exibindo completa extrusão da restauração (G 24 - GB em dentina oclusal profunda desproteinizada).

Tabela 6 – Teste QuiQuadrado para comparação entre os modos de fratura

Fator	G.L.	Sign. (%)
Sistema adesivo	6	0.373
Superfície	4	0.256
Tratamento	2	0.633

$p > 0.05$ indica que não há diferença estatística entre os fatores.

6 DISCUSSÃO

A formação da camada híbrida tem sido considerada o mais eficiente mecanismo de interação entre a estrutura dental e o sistema adesivo (NAKABAYASHI, 1982; 1991; NAKABAYASHI, PASHLEY, 1998). Entretanto muitos questionamentos existem quanto ao papel das fibras colágenas na eficiente hibridização dentinária. A nanoinfiltração na camada híbrida, provocada pela hidrólise das fibras colágenas expostas e não impregnadas pelo adesivo é um dos principais fatores de degradação da interface adesiva ao longo do tempo (NAKABAYASHI, PASHLEY, 1998; TAY, PASHLEY, 2003; CARVALHO, 2005). Estudos indicam que a desproteção da dentina altera ultramorfologicamente o substrato deixando-o rico em minerais e provido de microporosidades, que oferecem boa retenção mecânica para o adesivo na dentina modificada (INAI, 1998; PERDIGÃO, 1999; DI RENZO, 2001). Dessa forma, essa alteração poderá repercutir em melhor qualidade e maior durabilidade da camada híbrida.

Trabalhos relatam que a dentina desproteção pode alcançar valores de resistência de união semelhante ao esmalte (WAKABAYASHI, 1994), e que a aplicação de NaOCl a 10% permite altas forças adesivas quando aplicado por 60 segundos (TANAKA, NAKAY, 1993). No presente estudo, a superfície dentinária desproteção não apresentou diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união quando comparada ao tratamento controle. Este achado diverge de alguns estudos que mostraram que o pré-tratamento da dentina com NaOCl aumentou a resistência de união de alguns sistemas adesivos (INAI, 1998; PHRUKKANON, 2000; ARAI, 2005), entretanto em nenhum destes estudos o teste mecânico de eleição foi *push-out*, como utilizado no presente estudo.

A concentração do NaOCl utilizada neste estudo (10%) foi maior do que as comumente usadas clinicamente, todavia foi obtida aceitável adesão da dentina tratada ou não com NaOCl, o que corrobora tanto estudos laboratoriais (TOLEDANO, 2007) quanto estudo clínico, onde em ambos não houveram diferenças nos resultados de adesão à dentina com a aplicação dos diferentes tratamentos, encorajando, assim, o uso clínico desta técnica (SABOIA, 2006).

Os trabalhos que relatam diminuição nos valores de resistência de união, com o uso do hipoclorito de sódio, utilizam em sua maioria tempos de aplicação maiores

do que 1 minuto, como utilizado neste estudo, e os resultados apresentam grande interferência dos sistemas adesivos nos valores obtidos dos testes aplicados, (PRATI, 1999; UCEDA-GÓMEZ, 2003; SAURO, 2009b). Uma explicação para isto, é que a ação do NaOCl é diretamente dependente do tempo de aplicação (DI RENZO, 2001), e quanto maior o tempo de contato entre a superfície dental e o NaOCl, maior seria a concentração de NaOCl residual (SAURO, 2009b). A presença de radicais-livres reativos, como resultado da ação da oxidação do NaOCl, pode competir com a propagação de radicais-livres gerados durante a fotoativação do sistema adesivo, resultando em terminações de cadeias prematuras e incompleta reação de polimerização (LAI, 2001). Este aspecto deve ser melhor investigado uma vez que a formação de camada híbrida de baixa qualidade pode influenciar na eficácia da restauração ao longo do tempo (NAKABAYASHI, PASHLEY, 1998).

Outra explicação para estes resultados, aparentemente contraditórios, pode ser atribuída a fatores intrínsecos dos sistemas adesivos, dentre os quais a sua formulação, considerando que o tipo de solvente e o monômero presente podem afetar os resultados, além do fator tempo e concentração do NaOCl. Saboia *et al.* tentaram estabelecer relação entre o tipo de solvente presente na composição dos adesivos e a resistência adesiva ao substrato desproteínizado (SABOIA, RODRIGUES, PIMENTA, 2000). Diferentes sistemas adesivos parecem interagir com este substrato de diferentes formas, portanto o benefício da remoção das fibras colágenas pode depender do tipo de sistema adesivo, sendo que os adesivos a base de acetona podem ser favorecidos por esta técnica. A alta taxa de difusão deste solvente que pode promover a volatilização de grande parte do NaOCl residual, além da maior capacidade de deslocar a água (INAI, 1998; SABOIA, RODRIGUES, PIMENTA, 2000; LAI, 2001; ARAI, 2005; SABOIA, 2006; MAIOR, 2007).

Os resultados deste estudo demonstram que a presença da camada híbrida clássica pode não estar totalmente associada a uma adequada adesão em dentina já que o pré-tratamento da dentina com NaOCl origina uma estrutura diferente da convencional, origina a camada híbrida reversa (INABA, 1995; ARMSTRONG, 1998; PRATI, 1999; CHERSONI, 2004), que apresentou valores de resistência de união estatisticamente iguais ao tratamento convencional. Vargas *et al.* concluíram que a camada de colágeno pode não ser crucial para o mecanismo de adesão entre resina

e dentina e sua remoção pode eliminar falhas na interface adesiva (GWINNETT, 1996; VARGAS, COBB, ARMSTRONG, 1997; INAI, 1998).

Na camada híbrida reversa, descrita por Prati *et al.*, a aplicação do NaOCl não apenas remove fibras colágenas expostas mas também solubiliza as fibras dentro da subsuperfície da matriz mineralizada criando porosidades submicrométricas dentro da fase mineral. Canais cilíndricos, de aproximadamente 0,1 µm de diâmetro, previamente ocupados pelas fibras colágenas ficam disponíveis para infiltração do adesivo dentro da matriz mineralizada e esta permeação do adesivo nestes espaços origina a camada híbrida reversa (PRATI, 1999).

No presente estudo o fator superfície dentinária afetou significativamente a resistência adesiva, sendo que a superfície proximal demonstrou valores de resistência de união maiores que a superfície oclusal, porém este fator foi dependente do sistema adesivo utilizado. Esses resultados são coerentes com estudos prévios (OGATA, 2001), e indicam que a direção dos túbulos dentinários é uma importante variável na determinação da resistência de união à dentina (SHILKE, 2000). Estudo realizado por Øilo & Olsson demonstrou que a dentina oclusal tende a valores de resistência de união menores que a dentina vestibular (ØILO, OLSSON, 1990), podendo-se inferir que comportamento semelhante deve acontecer na comparação com a superfície proximal, objeto deste trabalho, cuja disposição histológica dos túbulos dentinários bem como freqüência dos mesmos é similar (PERDIGÃO, 2010).

A dentina é um complexo biológico hidratado, com arranjo microestrutural influenciado pelo tamanho, número e direção dos túbulos bem como em relação à quantidade de matriz dentinária, que pode representar uma das razões pela qual a resistência de união não é uniforme ao longo das paredes cavitárias (LINDEN, KALLSHOG, WOLGAST, 1995; OGATA, 2001; FAWZY, 2010; PERDIGÃO, 2010). Ogata *et al.* constataram, em avaliação em MEV, a presença de camada híbrida não apenas na interface, mas também abaixo dos *tags* resinosos em dentina proximal. O condicionamento ácido removeu 20-30 µm da dentina peritubular proximal, permitindo maior difusão do monômero dentro da dentina intertubular e ao longo do túbulo, enquanto que a profundidade de desmineralização da dentina peritubular foi limitada em 4-5 µm na dentina oclusal (OGATA, 2001).

O presente estudo confirmou que os diferentes sítios de localização do substrato são fatores importantes na performance adesiva, já que para alguns

sistemas adesivos, a dentina superficial demonstrou valores de resistência de união superiores a dentina profunda, porém inferiores à dentina proximal. Estes achados corroboram outros estudos, os quais reportam que a resistência de união diminui em até 50% na dentina profunda quando comparada a dentina superficial (SUZUKI, FINGER, 1988; KONISHI, 2002; UCEDA-GÓMEZ, 2003). Marshall *et al.* afirmaram que vários componentes estruturais e propriedades da dentina podem afetar diretamente a adesão à dentina (MARSHALL, 1997). As variações morfológicas e físicas na dentina humana tornam-na substrato difícil para obter uniões duráveis com a resina (PERDIGÃO, 2010).

Com o aumento na profundidade dentinária ocorre diminuição na quantidade de dentina intertubular e aumento no número de túbulos, conseqüentemente, aumenta a umidade e permeabilidade dentinária, tornando a adesão em dentina profunda ainda menos previsível do que a dentina superficial. A umidade contida na dentina nas proximidades da junção amelodentinária apresenta-se aproximadamente 1% em volume, enquanto que na dentina próxima a polpa apresenta-se em torno de 22% em volume (PASHLEY, 1996; PERDIGÃO, 2010). Porém a diferença nos valores de resistência de união entre a dentina profunda e superficial tende a diminuir quando a *smear layer* é deixada intacta (PERDIGÃO, 2010), uma vez que esta camada é capaz de diminuir a permeabilidade, o que foi perceptível com o uso dos sistemas adesivos *self-etching*, principalmente com o G Bond (GB). A presença de *smear layer* e *smear plugs* diminui a permeabilidade dentinária em até 86 % (PASHLEY, LIVINGSTONE, GREENHILL, 1978; TAO, PASHLEY, 1988). Todos os grupos que foram adesivados com o sistema adesivo GB proporcionaram valores de resistência de união estatisticamente semelhantes entre as três distintas superfícies avaliadas.

Baseado no conceito de interação entre o adesivo e a dentina desproteinizada, poderia ser especulado que o efeito da desproteinização seria mais evidente em áreas profundas, pois nestas regiões a área de dentina intertubular apresenta-se em menor quantidade e os túbulos estão em maior número, mais amplos e abertos. Desta forma a contribuição de *tags* resinosos e *branches* laterais na formação da matriz adesiva reticulada poderiam ser mais significantes na retenção da resina (PERDIGÃO, 1999; PRATI, 1999; UCEDA-GÓMEZ, 2003; NAGPAL, 2007). Entretanto, isto não pode ser comprovado neste estudo uma vez que a interação superfície/tratamento não influenciou significativamente os valores

de resistência de união, e a dentina profunda demonstrou baixos valores de resistência de união tanto para o tratamento controle quanto para os grupos desproteinizados. Isto confirma que os *tags*, mais frequentes em dentina profunda, representam a menor fração de adesão pois eles não são firmemente aderidos às paredes dos túbulos (PASHLEY, 1995). Porém, a presença de *branches* laterais, que estão maiores e mais presentes na dentina desproteinizada (PRATI, 1999) colabora para aumentar a resistência adesiva (VARGAS, COBB, ARMSTRONG, 1997; NAKABAYASHI, PASHLEY, 1998).

O método escolhido para mensurar a resistência de união é tópico controverso nos estudos de adesão devido às características inerentes a cada teste, como por exemplo, a distribuição de estresse na interface adesiva (MCDONOUGH, ANTONUCCI, DUNKERS, 2001). Para este estudo o teste de escolha foi *push-out* com o propósito de avaliar o comportamento da adesão resina/dentina em área confinada, simulando área confinada pelas paredes laterais de uma restauração. Os testes que avaliam áreas de união livres, como os ensaios de tração e cisalhamento, assim como os seus respectivos microtestes - microtração e microcisalhamento - são os mais utilizados para verificar a resistência de união da resina à dentina coronária (SHERRER, CESAR, SWAIN, 2009). Entretanto, o teste de extrusão (*push-out*), que avalia o comportamento periférico do material em área confinada, tem sido extensamente utilizado de forma a estimar a retenção de pinos, ou seletivamente, a força de cimentos resinosos e a interface cimento-dentina (GORACCI, 2007).

Pode-se verificar que materiais que apresentam altos valores de resistência de união em testes de áreas livres, como microtração e microcisalhamento, não se comportaram da mesma forma quando avaliados em simulação de paredes cavitárias laterais (GARCIA, DE GOES, GIANINNI, 2007; BELLI, 2009; EL-GUINDY, SELIM, EL-AGROUPI, 2010). O GB, sistema adesivo que tem seus componentes diluídos em acetona, demonstrou neste estudo eficácia adesiva estatisticamente igual aos sistemas Adper SE Plus (AP) e Clearfil SE Bond (SE), que são sistemas que apresentam seus componentes diluídos em água, em dentina desproteinizada. Entretanto, em dentina não desproteinizada este sistema adesivo apresentou os valores de resistência de união estatisticamente inferiores aos dos demais, exceto na dentina oclusal profunda. A principal característica que apresenta o sistema

adesivo GB quando da união à dentina é a nanointeração (VAN LANDUYT, 2007; SKUPIEN, 2010), que se trata de união íntima com o substrato que independe da hibridização convencional, ou seja, seria independente da participação das fibras colágenas.

Entretanto, em condições laboratoriais a comparação entre os valores de resistência de união proporcionada por diferentes sistemas adesivos deve ser vista com cautela, uma vez que diversos fatores podem influenciar os resultados, entre eles, o tipo de teste aplicado, a área testada e a distribuição de tensões que cada ensaio promove (SHERRER, CESAR, SWAIN, 2009). No teste *push-out* a carga de compressão resulta em cisalhamento na interface de união, cuja falha é observada por extrusão da restauração (GORACCI, 2007). No presente estudo, embora o substrato que recebeu diretamente a carga seja a resina composta, o mecanismo de falha é semelhante ao de ensaio para pinos intra-radiculares, e a predominância de falhas adesivas demonstra que a distribuição de estresse na interface parece ter sido uniforme.

Alguns estudos mostram a tendência dos adesivos à base de etanol não responderem da mesma forma quando aplicados em superfície desproteïnizada, sugerindo que estes adesivos podem ser afetados negativamente pela técnica de remoção do colágeno, o que corrobora os achados deste trabalho (PRATI, 1999; SABOIA, RODRIGUES, PIMENTA, 2000; LAI, 2001; MONTICELLI, 2008), apenas para dentina desproteïnizada profunda. O Adper Single Bond (SB), sistema à base de etanol, demonstrou baixos valores de resistência de união quando aplicado em dentina profunda desproteïnizada, porém esta condição também ocorreu em dentina com colágeno. Isto demonstra nas condições deste estudo, para esse adesivo o tipo de tratamento não influenciou sua performance adesiva.

A dentina desproteïnizada apresenta-se com características semelhantes à dentina originalmente intacta, com exposição de minerais que são os principais responsáveis pela matriz da força (FUENTES, 2004). Entretanto, este tratamento altera as propriedades da dentina eliminando as fibras colágenas expostas responsáveis por fornecer tenacidade e elasticidade para a dentina (FUENTES, 2004) e tende a diminuir o módulo de elasticidade e a dureza da dentina em até 75% (MARSHALL, 2001). Neste sentido, especulações vem sendo feitas com relação à ausência da camada híbrida clássica e a influência desta ausência na absorção de

forças, uma vez que quando a interface adesiva é estressada, o pico de concentração de estresse é regulado pelas propriedades mecânicas da camada híbrida (WAKASA, YAMAKI, MATSUI, 1995; FUENTES, 2004; YAMAZAKI, BEDRAN-RUSSO, PEREIRA, 2008). Este fator pode ser pertinente para explicar os baixos valores de resistência de união proporcionados pela dentina desproteïnizada em alguns trabalhos (UCEDA-GÓMEZ, 1993; PRATI, 1999). No presente estudo, as falhas coesivas proporcionadas pelos tratamentos controle e desproteïnização foram semelhantes, não havendo diferença estatisticamente significativa, demonstrando que a concentração de estresse na interface foi semelhante para ambos os tratamentos.

A interação entre adesivo e superfície apresentou-se estatisticamente significativa com relação aos valores de resistência de união, demonstrando que cada sistema adesivo interage de forma diferente com as estruturas dentais devido à composição química do adesivo e as características micromorfológicas de cada superfície dentinária.

O grupo que apresentou o maior valor de resistência de união dentro todos foi o SE em superfície proximal desproteïnizada, o que pode ser explicado pelo fato da desproteïnização originar superfície rica em minerais (DI RENZO, 2001), e que, talvez essa condição fosse satisfatória para sistemas adesivos que tenham capacidade de união química com a estrutura dental. O SE possui o monômero MDP em sua composição. Este monômero é capaz de formar fortes ligações iônicas com o cálcio, presente na estrutura dental, mais em dentina peritubular que fica mais exposta na superfície proximal que oclusal (PERDIGÃO, 2010), e parece ser relativamente estável à hidrólise, por sofrer menos influência da água (VAN LANDUYT, 2007). Além disso, foi relatado que a completa desproteïnização da dentina condicionada pode, teoricamente, oferecer a possibilidade de aumentar os valores de resistência de união por adesivos contendo grupos fosfatos, fosfonato ou carboxílicos que são potencialmente capazes de interagir com íons cálcio da apatita da estrutura dental (TANAKA, NAKAI, 1993; DI RENZO, 2001).

Sistemas adesivos com pH alto não são altamente ácidos e não são capazes de promover segundo condicionamento da superfície desproteïnizada. Já os sistemas autocondicionantes possuem monômeros ácidos e por isso, há relatos na literatura de que são capazes de recondicinar a fase mineral da superfície desproteïnizada, em profundidade não mais que 0.3 – 0.5 μm , produzindo a camada

nanohíbrida suficiente para assegurar adequada adesão (INAI, 1988; PRATI, 1999; MAIOR, 2007).

Entretanto, o grupo que apresentou o menor valor de resistência de união foi o SB em superfície oclusal profunda desproteinizada, podendo se especular pelo fato de a desproteinização reduzir a dentina intertubular (INABA, 1995) que seria necessária para difusão deste adesivo, que não apresenta capacidade de união química com a estrutura dental (VAN LANDUYT, 2007).

O emprego do hipoclorito de sódio como pré-tratamento da dentina ainda é tópico controverso, especialmente porque os resultados são dependentes do sistema adesivo empregado indicando que a tensão de superfície e viscosidade de cada sistema adesivo pode ou não ser compatível com a capilaridade produzida pela desproteinização. A superfície tratada com NaOCl pode demonstrar valores superiores (TANAKA, NAKAI, 1993; WAKABAYASHI, 1994; VARGAS, 1997; SABOIA, RODRIGUES, PIMENTA, 2000; PHRUKKANON, 2000; FUENTES, 2004; GONÇALVEZ, 2009), inferiores (PRATI, 1999; LAI, 2001; UCEDA-GÓMEZ, 2003) ou similares (SABOIA, PIMENTA, AMBROSANO, 2002; ARIAS, BEDRAN-DE-CASTRO, PIMENTA, 2005; TOLEDANO, 2007), como neste estudo, ao valores obtidos com a aplicação do mesmo adesivo na dentina com colágeno.

A degradação da interface tem sido atribuída a deterioração combinada de polímeros resinosos e colágeno exposto (CARVALHO, 2005; GARCIA, DE GOES, GIANINNI, 2007). A degradação hidrolítica é inerente ao material polimérico, sob efeito das condições do ambiente ao qual é submetido, portanto não é possível agir neste aspecto. Porém pode ser sugerida a intervenção na técnica de hibridização. Assim, a remoção de colágeno via desproteinização pode ser considerada via de diminuição da sensibilidade técnica sem comprometer a adesão, porém estudos com avaliação ao longo do tempo devem ser conduzidos.

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo laboratorial podemos concluir que:

- ✓ A aplicação do sistema adesivo sobre uma superfície rica em fibras colágenas ou desproteïnizada não proporcionou diferenças estatísticas nos valores de resistência de união com a utilização desta metodologia.
- ✓ As variáveis regionais da dentina influenciaram diretamente na resistência de união sugerindo que a resistência não é uniforme no interior da cavidade; onde neste trabalho a superfície proximal demonstrou valores de resistência de união maiores que a superfície oclusal superficial, que por sua vez foi maior que a superfície oclusal profunda; porém isto foi influenciado pelo sistema adesivo utilizado.
- ✓ O desempenho do sistema adesivo não foi influenciado pelo tipo de tratamento, mas sim pelo sítio de aplicação.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUILAR-MENDONZA, J. A. et al. Wettability and bonding of self-etching dental adhesives. Influence of the smear layer. **Dent Mater**, v. 24, p. 994-1000, 2008.

ARIAS, V. G.; BEDRAN-DE-CASTRO, A. K.; PIMENTA, L. A. Effects of sodium hypochlorite gel and sodium hypochlorite solution on dentin bond strength. **J Biomed Mater Res B Applied Biomaterials**, v. 72, n. 2, p. 339-344, 2005.

ARMSTRONG, S. R. et al. Effect of hybrid layer on fracture toughness of adhesively bonded dentin–resin composite joint. **Dent Mater**, v.14, p. 91-98, 1998.

BELLI, S. et al. The effect of loading on microTBS of four all-in-one adhesives on bonding to dentin. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v. 91, n. 2, p. 948-956, 2009.

BUONOCORE, M. G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surface. **J Dent Res**, v. 34, n. 6, p. 849-853, 1995.

CARVALHO, R. M. et al. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. **Biomaterials**, v. 26, p.1035-1042, 2005.

CHERSONI, S. et al. Water movement in the hybrid layer after different dentin treatments. **Dent Mater**, v. 20, p. 796-803, 2004.

DE CASTRO, A. K. et al. Influence of collagen removal on shear bond of one-bottle adhesive in dentin. **J Adhes Dent**, v. 2, p. 271-277, 2000.

DI RENZO, M. et al. A photoacoustic FTIRS study of the chemical modifications of human dentin surfaces: II. Deproteination. **Biomaterials**, v. 22, n. 8, p. 793-797, 2001.

EL-GUINDY, J., SELIM, M., EL-AGROUDI, M. Alternative pretreatment modalities with a self-adhesive system to promote dentin/alloy shear bond strength. **J Prosthodont**, n. 19, v. 3, p. 205-211, 2010.

FAWZY, A. S. Variations in collagen fibrils network structure and surface dehydration of acid demineralized intertubular dentin: Effect of dentin depth and air-exposure time. **Dent Mater**, v. 26, n. 1, p. 35-43, 2010.

FUENTES, V. et al. Tensile strength and microhardness of treated human dentin. **Dent Mater**, v. 20, n. 6, p. 522-529, 2004.

FUSAYAMA, T. et al. Non pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **J Dent Res**, v.58, p.1364-70, 1979.

GARCIA, R. N.; DE GOES, M. F.; GIANINNI, M. Effect of water storage on bond strength of self-etching adhesives to dentin. **J Contempor Dent Pract**, v. 8, n. 7, p. 46-53, 2007.

GONÇALVES L. S. et al. Effect of storage and compressive cycles on the bond strength after collagen removal. **Oper Dent**, v. 34, n. 6, p. 681-687, 2009.

GORACCI, C. et al. Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: A review. **J Dent**, v. 35, p. 827-835, 2007.

GORDAN, V. V. et al. Evaluation of adhesive systems using acidic primers. **Am J Dent**, v.10, p. 219-223, 1997.

GWINNETT, A. J. et al. Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. **Am J Dent**, v. 9, p.140-144, 1996.

HASHIMOTO, M. et al. In vivo degradation of resin–dentin bonds in humans over 1 to 3 years. **J Dent Res**, v. 79, n. 6, p. 1385-1391, 2000.

HASHIMOTO, M. et al. Resin-tooth adhesive interfaces after long-term function in humans. **Am J Dent**, v. 14, n. 4, p. 211-215, 2001.

INABA, D. H. The effect of sodium hypochlorite treatment on demineralized root dentin, **Eur J Oral Sci**, v. 103, n. 6, p. 368-374, 1995.

INAI, N. et al. Adhesion between collagen depleted dentin and dentin adhesive. **Am J Dent**, v.11, p.123-127, 1998.

LAI, S. C. N. et al. Reversal of compromised bonding to oxidized etched dentin. **J Dent Res**, v. 80, n. 12, p. 1919-1924, 2001.

KONISHI, N. et al. Dentin shear strength: effect of distance from the pulp. **Dent Mater**, v. 18, n. 7, p. 516-520, 2002.

LINDEN, L. A.; KALLSHOG, O.; WOLGAST, M. Human dentin as a hydrogel. **Arch Oral Biol**, v. 40, n. 11, p. 991-1004, 1995.

MAIOR, J. R. S. et al. The importance of dentin collagen fibrils on the marginal sealing of adhesive restorations. **Oper Dent**, v. 32-3, p. 261-265, 2007.

MANHART, J. et al. Direct posterior restorations: clinical results and new developments. **Den Clin North Am**, v. 46, p. 303-330, 2002.

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

MARSHALL, G. W. et al. Sodium hypochlorite alterations of dentin and dentin collagen. **Surface Science**, v. 491, p. 444-455, 2001.

MCDONOUGH, W. G.; ANTONUCCI, J. M.; DUNKERS, J. P. Interfacial shear strengths of dental resin-glass fibers by the micro-bond test. **Dent Mater**, v. 17, n. 6, p. 492-498, 2001.

MONTICELLI, F. et al. Sealing effectiveness of etch-and-rinse vs self-etching adhesives after water aging: Influence of acid etching and NaOCl dentin pretreatment. **J Adhes Dent**, v.10, p.183-188, 2008.

NAGPAL, R. et al. Effect of various surface treatments of the microleakage and ultrastructure of resin-tooth interface. **Oper Dent**, v. 32-1, p.16-23, 2007.

NAKABAYASHI, N. et al. Hybrid layer as a dentin bonding mechanism. **J Esthet Dent**, v. 3, p. 133-138, 1991.

NAKABAYASHI, N. et al. The promotion of adhesion by interaction of monomers into tooth substrates. **J Biomedic Mater Res**, v.16, p. 265-273, 1982.

NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D. H. **Hybridization of dental hard tissues**. 1st ed. Tokyo: Quintessence Publishing Co, 1998.

OGATA, M. et al. Influence of the direction of tubules on Bond strength to dentin. **Oper Dent**, v. 26, p. 27-35, 2001.

ØILO, G.; OLSSON, S. Tensile bond strength of dentin adhesives: a comparison of materials and methods. **Dent Mater**, v. 6, n. 2, p. 138-144, 1990.

PASHLEY, D. H.; LIVINGSTONE, M. J.; GREENHILL, J. D. Regional resistances to fluid flow in human dentine *in vitro*. **Arch Oral Biol**, v. 23, n. 9, p. 807-810, 1978.

PASHLEY, D H. et al. Permeability of dentin to adhesive agents. **Quint Int**, v. 24, p.18-31, 1993.

PASHLEY, D. H. et al. Bond strength vs. dentine structure. A modeling approach. **Arch Oral Biol**, v. 40, n. 12, p. 1109-1118, 1995.

PASHLEY, D. H. Dynamics of the pulpo-dentin complex. **Crit Rev Oral Biol Med**, v. 7, n. 2, p. 104-133, 1996.

PERDIGÃO, J. et al. An ultra-morphological characterization of collagen-depleted etched dentin. **Am J of Dent**, v. 12, n. 5, p. 250-255, 1999.

PERDIGÃO, J. Dentin bonding – variables related to the clinical situation and the substrate treatment. **Dent Mater**, v. 26, n. 2, p. 24-37, 2010.

PHRUKKANON, S. et al. The influence of the modification of etched bovine dentin on bond strengths. **Dent Mater**, v.16, p. 255-265, 2000.

PIOCH T. et al. The effect of NaOCl dentin treatment on nanoleakage formation. **J Biomed Mater Res**, v. 56, n. 4, p. 578-583, 2001.

PRATI, C. et al. Effect of removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding. **Dent Mater**, v.15, p. 323-331, 1999.

SABOIA V. P.; RODRIGUES A. L.; PIMENTA L. A. Effect of collagen removal on shear bond strength of two single-bottle adhesive systems. **Oper Dent**, v. 25, n. 5, p. 395-400, 2000.

SABOIA, V. P.; PIMENTA, L. A.; AMBROSANO G. M. Effect of collagen removal on microleakage of resin composite restorations. **Oper Dent**, v. 27, n. 1, p. 38-43, 2002.

SABOIA, V. P. A. et al. 2-year Clinical Evaluation of sodium hypochlorite treatment in the restoration of non-carious cervical lesions: A pilot study. **Oper Dent**, v. 31, n. 5, p. 530-535, 2006.

SAURO, S. et al. Deproteinization effects of NaOCl on acid-etched dentin in clinically-relevant vs prolonged periods of application. A confocal and environmental scanning electron microscopy study. **Oper Dent**, v. 34, n. 2, p.166-173, 2009b.

SAURO, S. et al. EDTA or H₃PO₄/NaOCl dentine treatments may increase hybrid layers' resistance to degradation: A microtensile bond strength and confocal-micropermeability study. **J Dent**, v. 37, p. 279-288, 2009.

SCHILKE, R. et al. Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. **Arch Oral Biol**, v. 45, p. 355-361, 2000.

SHERRER, S. S.; CESAR, P. F.; SWAIN, M. V. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. Academic of Dental Materials Meeting, 2009.

SKUPIEN, J. A. et al. Micromorphological effects and the thickness of the hybrid layer – A comparison of current adhesive systems. **Adhes Dent**, v. 12, p. xx-xx, 2010 (in press).

SUZUKI, T.; FINGER, W. J. Dentin adhesives: site of dentin vs. bonding of composite resins. **Dent Mater**, v. 4, n. 6, p. 379-383, 1988.

TANAKA, J.; NAKAI, H. Application of root canal cleaning agents having dissolving abilities of collagen to the surface treatment for enhanced bonding of resin to dentin. **Dent Mater J**, v.12, p.196-208, 1993.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. **Dent Mater**, v.17, p. 296-308, 2001.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Water treeing - a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. **Am J Dent**, v.16, p. 6-12, 2003.

TAY, F. R. et al. The overwet phenomenon: A Scanning electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. **Am J of Dent**, v. 9, n. 3, p.109-114, 1996.

TAO, L.; PASHLEY, D.H. Shear bond strengths to dentin: effects of surface treatments, depth and position. **Dent Mater**, v. 4, n. 7, p. 371-378, 1988.

TOLEDANO, M. et al. Increases in dentin-bond strength if doubling application time of an acetone-containing one-step adhesive. **Oper Dent**, v. 32, n. 2, p. 133-137, 2007.

UCEDA-GOMEZ, N. et al. Effect of sodium hypochlorite on the bond strength of an adhesive system to superficial and deep dentin. **J of Appl Oral Sci**, v. 11, n. 3, p. 223-228, 2003.

VARGAS, M. A.; COBB, D.S.; ARMSTRONG, S. R. Resin–dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybridlayer. **Oper Dent**, v. 22, p.159-66, 1997.

VAN LANDUYT, K. N. et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. **Biomaterials**, v. 28, n. 26, p. 3757–3785, 2007.

VAN MEERBEEK, B. et al. Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. **Oper Dent**, v. 28, n. 3, p. 215-235, 2003.

WAKABAYASHI, Y. et al. Effect of dissolution of collagen on adhesion to dentin. **Int J Prosthodont**, v. 7, n. 4, p. 302-306, 1994.

WAKASA, K.; YAMAKI, M.; MATSUI, A. Calculation models for average stress and plastic deformation zone size of bonding area in dentine bonding systems. **Dent Mater J**, v. 14, n. 2, p. 152-165, 1995.

WATANABE, I.; NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D. H. Bonding to ground dentin by a phenil-P self-etching primer. **J Dent Res**, v. 73, n. 6, p. 1212-1220, 1994.

YAMAZAKI, C. V.; BEDRAN-RUSSO, A. K. B.; PEREIRA, P. N. R. The effect of load cycling on nanoleakage of deproteinized resin/dentin interfaces as a function of time. **Dent Mater**, v. 24, p. 867-873, 2008.

ANEXO:

Carta de aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa

 <p>MINISTÉRIO DA SAÚDE Conselho Nacional de Saúde Comissão Nacional de Ética em Pesquisa (CONEP)</p>	<p>UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA Pró-Reitoria de Pós-Graduação e Pesquisa Comitê de Ética em Pesquisa - CEP- UFSM REGISTRO CONEP: 243</p> 
--	---

CARTA DE APROVAÇÃO

O Comitê de Ética em Pesquisa – UFSM, reconhecido pela Comissão Nacional de Ética em Pesquisa – (CONEP/MS) analisou o protocolo de pesquisa:

Título: Estudo da resistência de união de sistemas adesivos atuais em diferentes condições de substrato dentinário

Número do processo: 23081.014216/2009-41

CAAE (Certificado de Apresentação para Apreciação Ética): 0248.0.243.000-09

Pesquisador Responsável: Alexandre Henrique Susin

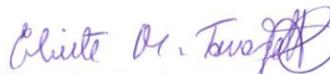
Este projeto foi APROVADO em seus aspectos éticos e metodológicos de acordo com as Diretrizes estabelecidas na Resolução 196/96 e complementares do Conselho Nacional de Saúde. Toda e qualquer alteração do Projeto, assim como os eventos adversos graves, deverão ser comunicados imediatamente a este Comitê. O pesquisador deve apresentar ao CEP:

Setembro/ 2010- Relatório final

Os membros do CEP-UFSM não participaram do processo de avaliação dos projetos onde constam como pesquisadores.

DATA DA REUNIÃO DE APROVAÇÃO: 24/11/2009

Santa Maria, 30 de novembro de 2009.



Elisete Medianeira Tomazetti
Vice-Coordenadora do Comitê de Ética em Pesquisa-UFSM
Registro CONEP N. 243.