NINOSHKA UCEDA-GÓMEZ

**DEGRADAÇÃO DE INTERFACES ADESIVAS APÓS
DESMINERALIZAÇÃO E DESPROTEINIZAÇÃO DA DENTINA**

São Paulo

2007

Ninoshka Uceda-Gómez

**Degradação das interfaces adesivas formadas após
desmineralização e desproteinização da dentina**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Doutor pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Dentística

Orientador: Prof^a Dr^a Margareth Oda

São Paulo

2007

Catálogo-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Uceda-Gómez, Ninoshka

Degradação de interfaces adesivas formadas após desmineralização e desproteção da dentina. / Ninoshka Uceda-Gómez; orientador: Margareth Oda. – São Paulo, 2007.

93p. : fig., tab., graf.; 30cm.

Tese (Doutorado– Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Dentística) -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

1. Adesivos dentinários – Dentina – Resistência de união 2. Dentística

CDD 617.695
BLACK D15

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE E COMUNICADO AO AUTOR A REFERÊNCIA DA CITAÇÃO.

São Paulo, ____/____/____

Assinatura:

E-mail:

FOLHA DE APROVAÇÃO

Uceda-Gómez N. Degradação das interfaces adesivas formadas após desmineralização e desproteção da dentina [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2007.

São Paulo, / /

Banca Examinadora

1) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

2) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

3) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

4) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

5) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

À Deus, por sempre ter me protegido e por não ter me abandonado nos momentos mais difíceis da minha vida.

Ao meu amado marido Achim Betz, grande companheiro e fiel amigo nos momentos bons ou ruins. Você me ensinou o significado da palavra Amor, com todos os seus atos de cavalheirismo e firmeza perante as adversidades que passamos juntos nestes últimos três anos. Você me deu o melhor presente do mundo, o nosso “Pequeno Milagre”: Heinrich Philipp Santiago. Apesar de que a vida inicialmente não nos ter oferecido esta chance, procuramos e continuamos com nosso **Sonho** de sermos pais e graças ao Senhor, hoje estou aqui ao seu lado com nosso amado filho. Simplesmente, amo-te por tudo!.

Aos meus pais, Manuel Enrique Uceda Castillo e Natalia Gómez Jurado de Uceda, grande fonte de inspiração. Vocês me ofereceram a oportunidade, me deram apoio, carinho, serviram de fortaleza para que eu soubesse do meu país Peru e viesse ao Brasil para começar a graduação na melhor universidade da América Latina, a tão sonhada Universidade de São Paulo (USP) e não bastando isto ainda me deram forças para ingressar no curso de Pós-graduação. Esta tese é também para vocês que se sentem orgulhosos de ter uma filha dentista, que trabalhou em parceria em algumas universidades americanas como a Universidade do Alabama e do Texas e que ainda me amam por eu ter lhes dado um lindo neto. Dedico do fundo do meu

coração este trabalho para vocês pois vocês me motivaram e me deram asas para sair de casa. Muito obrigada por tudo *¡Mis queridos Viejos!*.

Ao meu amado filho Heinrich Philipp Santiago Betz, agora que você chegou, minha vida ficou mais feliz e o meu sol mais brilhoso, principalmente quando olho para esses gigantes olhos azuis. Eu te amo!

Aos meus irmãos José Ramon Dominguez Gómez (Papo), Emerson André e Erick Alexander Uceda Gómez. Senti muito a falta de vocês todo o tempo em que fiquei longe de casa. Desejo que este trabalho seja fonte de inspiração para vocês. Acreditem que todo grande esforço tem sempre um bom resultado. Amo-os demais.

À toda minha família, por seu constante amor, carinho e apoio nos momentos mais difíceis da minha vida. Em especial, dedico este trabalho também aos meus queridos tios Rosita Uceda de Chavez, Carmen Uceda, Luis Chavez Vega e Pablo Uceda que sempre se preocuparam com minha saúde, dando me apoio e ajuda.

Aos meus queridos sogros, Michael e Lore Betz, por terem me acolhido e sempre ter se preocupado e cuidado de mim como uma filha. Obrigada por tudo o que vocês têm feito por mim!

A minhas lindas avós Josefina Castillo de Uceda e Clelia Jurado de Gómez “Mamalala”, que sempre oraram por mim, e vibraram por cada vitória minha. Eu as amo muito. Aos meus avôs Enrique Uceda (*in memoriam*) e Demostenes Gómez “Tatita” (*in memoriam*), porque sei que mesmo daí de cima estão orgulhosos por mim. Os amarei sempre.

Aos meus novos irmãos Zoyla Rios de Dominguez e Markus Betz. Muito obrigada pelos bons momentos que passamos juntos e pela grande ajuda em todo momento.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

À Professora Dr^a. Margareth Oda, pela orientação desse trabalho, pela ajuda continua e pela grande amizade que teve comigo desde o tempo da minha graduação. Lembro-me dos momentos de atenção que você me deu durante a Monitória da Disciplina de Escultura e de Dentística Operatória. O mesmo se repetiu ao passar por todas as Dentísticas Restauradoras. Você, sempre esteve presente para me aconselhar quando mais o precisava. Seu apoio foi fundamental para eu poder enfrentar e superar todas as dificuldades que a vida me apresentou. Minha eterna gratidão!

AGRADECIMENTOS

À Professora Dra. Alessandra Reis, você me ensinou o que é o Brasil, principalmente o interior de Minas Gerais, especificamente a linda cidade de Campo do Meio. Aprendi contigo o que é pesquisa odontológica, você foi grande fonte de inspiração pela quantidade de artigos publicados e pelo amor e emoção com que realiza as suas pesquisas. Você é uma incomparável amiga e excelente pessoa com um coração enorme. Muito obrigada por tudo! Já estou com saudades de você!

À Professora Dra. Rosa Helena Grande, grande Tia Rosa, sempre preocupada com as crianças, independentemente do curso de Pós-Graduação ao qual pertenciam. Nunca vou esquecer o meu primeiro contato com você na disciplina de Materiais Dentários, quando me explicou o que era minhoca, algo muito importante para entender óxido de zinco. Sempre preocupada comigo nos momentos mais difíceis da minha vida; obrigada pelos conselhos e pela sua grande ajuda!

Ao Prof. Dr. Glauco Fioranelli Vieira. Nem lembro mais quantas monitorias e estágios realizei no curso de Escultura Dental. Se não fosse por você, não teria realizado o curso de Pós-Graduação na Dentística. Você sempre estava muito simpático e alegre e sempre com muitos projetos sobre o tema. Obrigada por estes anos de convivência.

Ao Prof. Dr. Leonardo Eloy Rodrigues filho, meu primeiro orientador com bolsa FAPESP. Muito obrigada pela ajuda científica e por todos os relatórios corrigidos, e principalmente pela sua amabilidade e capacidade com que explica as coisas.

Ao Prof. Dr. Alessandro Loguercio pela ajuda na análise e interpretação estatística.

Aos Profs. Drs. Camilo Machado, Jack Lemons e William R. Lancefield, por terem me proporcionado a oportunidade de realizar parte dessa tese na Universidade de Alabama em Birmingham (UAB).

Ao Sr. Preston Beck, funcionário da UAB, que me ajudou na Microscopia Eletrônica de Varredura e por ter me ensinado detalhes fundamentais para o preparo de amostras.

À Profa. Dra. Márcia Martins Marquez, Coordenadora do Programa de Pós-Graduação em Dentística, pelo excelente trabalho desenvolvido no curso de Pós-Graduação nesses últimos anos e pela constante atenção que dedica aos alunos, especialmente comigo nestes dois últimos anos. Muito obrigada!

Aos Professores Doutores Adriana Bona Matos, Miriam Lacalle Turbino, Michel Nicolau Youssef, Narciso Garone Neto e Rubens Corte Real de Carvalho pela orientação em muitas das minhas atividades acadêmicas desde a época da graduação.

Ao Prof. Dr. John M. Powers. Apesar desta tese não contemplar os trabalhos que realizamos juntos, na Universidade do Texas em Houston, aproveito para agradecer a oportunidade de terem permitido trabalhar com vocês em uma das melhores universidades do estado do Texas.

Aos amigos de longa data, Alexander Kraul, Rosangela Araki, Eduardo Chorres, Jorge Saldivar, José Roberto de Oliveira Bauer e Marcela Carrilho. Muito obrigada por todos os conselhos, ajuda, exemplo de vida e histórias vividas juntas. Agradeço por tudo de bom que vivemos juntos nesses lindos e maravilhosos anos que vivi no Brasil. Adoro vocês meus irmãos!

Aos amigos latinos que moram nos Estados Unidos: Lilliam Marie Pinzón e Enrique Tabarini, que me apoiaram e me proporcionaram um porto seguro nas minhas idas para Houston e Alabama, respectivamente. Muito obrigada!

Às minhas queridas amigas e irmãzinhas, Ana Paula Petri Hasegawa, Tatiana Abib Penna e Priscila Corraini. Vocês e suas famílias fizeram que a solidão fosse embora da minha vida quando me adotaram.

Aos amigos da pós-graduação: Alessandra, Márcio, Bia, Kátia, Paty Loret, Paty Freitas, Beto, Thaís, Ana Cecília, Ana del Carmen, Sheila, Arlene, Ricardo, Vinícius e Washington.

À Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (CAPES), meus sinceros agradecimentos pela concessão da bolsa de doutorado.

Aos funcionários do Departamento de Dentística Neusa, Ana, David, Aldo, Sônia e Arnaldo pela ajuda, atenção e compreensão que ao longo destes anos sempre foram demonstradas.

Às secretárias do Departamento de Materiais Dentários, Rosa Cristina e Mirtes, e aos técnicos Antônio e Silvinho, que desde minha época de iniciação científica nesse departamento sempre foram muito colaboradores comigo.

Às funcionárias do serviço de Pós-graduação Cátia, Nair e Alessandra pelo auxílio e dedicação.

À Universidade de São Paulo, por todos estes anos que me acolhei desde minha fase de graduação, graças ao Programa do Convênio de Intercâmbio Peru-Brasil de estudantes internacionais.

A todos os professores, colegas, técnicos, amigos e pessoas que de alguma forma contribuíram com a elaboração deste trabalho. Que a omissão de nomes não atenuie minha imensa gratidão.

“O êxito na vida não se mede pelo que você conquistou, mas sim pelas dificuldades que superou no caminho”.

Abraham Lincoln

“Nada acontece por mero acaso. Não existe sorte. Existe um significado por detras de cada pequeno fato. Talvez não o consigamos ver de imediato com clareza, mas não será preciso muito tempo para que isso aconteça”.

Richard Bach

Uceda-Gómez N. Degradação das interfaces adesivas formadas após desmineralização e desproteínização da dentina [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2007.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união de 2 sistemas adesivos convencionais de dois passos (Single Bond-SB, 3MESPE e One Step-OS, Bisco) aplicados à dentina desmineralizada [SH] e desmineralizada e desproteínizada com NaOCl a 10% [CH], tanto no tempo imediato [IM] como após 12 meses de imersão em água [12M]. Realizou-se também a observação da morfologia das interfaces de união entre os sistemas adesivos e a superfície de dentina em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) para cada grupo experimental. O esmalte oclusal de 20 molares permanentes hígidos foi removido para expor as superfícies planas de dentina, que foram condicionadas com H_3PO_4 a 37%, lavadas e secas (grupos SH). Para os grupos CH após o condicionamento ácido foi aplicado hipoclorito de sódio a 10% durante 60 s, seguido de lavagem por 15 s. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes. Coroas de resina composta (Z-250, 3MESPE) foram construídas de forma incremental (600 mW/cm² por 40 s). Após armazenagem em água por 24h a 37°C, os espécimes foram seccionados para obter corpos-de-prova na forma de palitos (0,8mm²), que foram testados sob tração (0,5 mm/min) no tempo imediato [IM] ou após 12 meses de armazenamento em água. Dois dentes de cada grupo foram observados em MEV nos dois períodos de tempo. Os dados de resistência de união foram submetidos à uma análise de variância de três fatores e teste de Tukey para contraste das médias ($p = 0,05$). As interações duplas e triplas não foram estatisticamente significantes (p

> 0,05), assim como o fator principal Tratamento de superfície ($p = 0,05$). Somente os fatores principais Adesivo e Tempo de armazenagem foram significantes ($p = 0,04$ e $p = 0,03$, respectivamente). O adesivo SB ($43,3 \pm 9,1$ MPa) apresentou altos valores de resistência de união quando comparado com o OS ($33,3 \pm 11,6$ MPa). A resistência de união do grupo IM ($42,5 \pm 8,7$) foi estatisticamente superior à grupo 12M ($33,3 \pm 11,8$).

Palavras-Chave: Dentina, Hipoclorito de sódio, Microtração, Resistência de união, Sistemas adesivos.

Uceda-Gómez N. Long-term bond strengths of adhesive systems applied to etched and deproteinized dentin [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2007.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the early and 12-month bond strengths of two adhesive systems (Single Bond-SB, 3MESPE and One Step-OS, Bisco) applied to demineralized dentin (WH) and demineralized/NaOCl-treated dentin (H). The adhesive interfaces were also micromorphologically evaluated by Scanning Electron Microscopy (SEM). Twenty flat dentin surfaces were exposed. They were etched, rinsed and slightly dried. For the H groups, a solution of 10% NaOCl was applied for 60s, rinsed (15 s) and slightly dried. The adhesives were applied according to the manufacturer's instructions and composite resin crowns were incrementally constructed. After 24 h (water-37°C), the sample was sectioned in order to obtain resin-dentin sticks (0.8 mm²). The specimens were tested in tension (0.5 mm/min) immediately (IM) or after 12 months of water storage (12M). Two teeth from each experimental group were restored as described previously and evaluated under SEM, under the two storage periods. The data (MPa) were subjected to three-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 0.05$). No significant effects for the triple and double interactions ($p > 0.05$) as well as for the main factor Surface treatment were observed ($p > 0.05$). Only the main factors Adhesive and Storage time were statistically significant ($p = 0.004$ and $p = 0.003$, respectively). The adhesive SB (42.3 ± 9.1) showed higher bond strengths than OS (33.6 ± 11.6). The mean bond strength for IM-group (42.5 ± 8.7) was statistically superior to 12M (33.3 ± 11.8). The use of 10% sodium hypochlorite, after acid etching, did not improve the immediate and the long-

term resin-dentin bond strengths for acetone and water/alcohol based adhesive systems.

Key-words: Dentin, Sodium Hypochlorite, Micro-tensile bond strength, Adhesive systems.

LISTA DE FIGURAS

Figura 4.1 - Sistemas adesivos One-Step (Bisco, USA) e Single Bond (3M Espe, USA).	49
Figura 4.2 - Desenho esquemático do corpo-de-prova em forma de palito.	50
Figura 4.3 - Desenho do corpo-de-prova coberto com esmalte unha antes de ser imerso em solução de nitrato de prata (3mol/l).	54
Figura 5.1 – Interface de união do grupo OSC IM.....	59
Figura 5.2 – Interface de união do grupo OSH IM.....	60
Figura 5.3 – Interface de união do grupo SBC IM.....	61
Figura 5.4 – Interface de união do grupo SBH IM.....	62
Figura 5.5 – Interface de união do grupo OSC 12M.....	63
Figura 5.6 – Interface de união do grupo OSH 12M.....	64
Figura 5.7 – Interface de união do grupo SBC 12M.....	65
Figura 5.8 – Interface de união do grupo SBH 12M.....	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Composição e forma de aplicação dos sistemas adesivos52

Tabela 5.1 - Médias e desvios-padrão em MPa dos sistemas adesivos aplicados na forma convencional ou depois da desproteínização.....57

Tabela 5.2 - Médias e desvios-padrão em MPa para cada sistema adesivo.....57

Tabela 5.3 - Médias e desvios-padrão em MPa para os grupos IM e 12M.....58

LISTA DE ABREVIATURAS

AgNO ₃	nitrito de prata
ANOVA	Análise de Variância
AM	fratura localizada na interface resina/dentina ou mista com falhas coesivas dos substratos adjacentes
Bis-GMA	bisfenol glicidil metacrilato
BPDM	bifenil dimetacrilato
CEP-FOUSP	Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo
CONEP	Comissão Nacional de Ética em Pesquisa
C	fratura exclusivamente coesiva em substrato dentinário ou resina composta
cm	centímetro(s)
cp	corpo(s)-de-prova
EDR	espessura de dentina remanescente
EDTA	Etileno Diamino Tetra Acético
h	hora(s)
HEMA	2-hidroxietilmetacrilato
I_R	índice de resistência de união
MEV	microscopia eletrônica de varredura
mL/min	mililitros por minutos
mm	milímetro(s)
mm ²	milímetro(s) ao quadrado

MPa	Mega Pascal
mW/cm ²	miliwatts por centímetro ao quadrado
mol/l	molar por litro
n	tamanho da amostra ou número de variáveis
$n_{A/M}$	número de corpo-de-prova com fratura tipo A/M;
NaOCl	hipoclorio de sódio
n_{CD}	número de corpo-de-prova com fratura coesiva de dentina;
n_{CR}	número de corpo-de-prova com fratura coesiva de resina;
nm	nanômetro(s)
n_P	número de corpo-de-prova perdidos durante o corte.
NPG-GMA	N-fenil glicina e glicidil metacrilato
OS	One Step
pH	potencial de hidrogeniônico
R_{CD}	resistência coesiva da dentina;
R_{CR}	resistência coesiva da resina;
$R_{A/M}$	média de resistência de união dos corpo-de-prova com fratura tipo A/M
R_P	valor médio da resistência de união atribuída aos corpos-de-prova perdidos durante o corte
RU	resistência de união
SB	Single Bond
SiC	carbeto de silício
TEG DMA	Trietilenoglicol dimetacrilato
UDMA	Uretano dimetacrilato

μl	microlitro(s)
μm	micrômetro(s)
v	velocidade

LISTA DE SÍMBOLOS

s	segundo(s)
°C	graus Celsius
#	granulação
%	porcentagem
>	maior
<	menor

SUMÁRIO

p.

1 INTRODUÇÃO	22
2 REVISÃO DA LITERATURA	25
2.1 Condicionamento ácido e Sistemas Adesivos.....	25
2.2 Dentina.....	31
2.3 Tratamento da dentina com hipoclorito de sódio.....	36
2.4 Longevidade das interfaces adesivas.....	42
3 PROPOSIÇÃO	46
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	47
4.1 Preparação do substrato dental em dentina.....	47
4.2 Procedimento adesivo e restaurador.....	48
4.3 Ensaio de resistência da união por microtração.....	51
4.4 Análise da penetração de nitrato nas interfaces adesivas em microscopia eletrônica de varredura (MEV)	52
4.3 Análise dos dados da resistência de união.....	54
5 RESULTADOS	56
5.1 Ensaio de resistência da união por microtração.....	56
5.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da interface dentina-resina.....	58
6 DISCUSSÃO	67
7 CONCLUSÕES	78
REFERÊNCIAS	79
ANEXOS.....	92

1 INTRODUÇÃO

Na atualidade, tem-se como consenso que a união dos materiais resinosos à dentina se deve a retenção micromecânica dada pela formação da camada híbrida. Para a formação da camada híbrida, é fundamental que ocorra a exposição de fibrilas de colágeno pela desmineralização de um ácido seguido pela subsequente aplicação de um sistema adesivo hidrofílico, na técnica conhecida como *condicionamento ácido total*. Desta forma, a formação da camada híbrida é a responsável pela boa performance clínica inicial de restaurações de resina composta (avaliações clínicas de curta duração) quando associadas a sistemas adesivos.

Avaliações clínicas de longa duração são consideradas o método ideal de validar a qualidade dos sistemas adesivos atuais. Infelizmente, este tipo de análise é de difícil execução por demandar muito tempo e ter um custo elevado. Além disto, quando avaliações longas são publicadas, os produtos avaliados já foram retirados do mercado tendo sido lançada uma nova versão do material. Ainda que estudos clínicos sejam ideais, testes *in vitro* são considerados importantes, pois podem avaliar, num curto espaço de tempo, a eficiência da adesão de sistemas adesivos, apresentando uma boa correlação com os estudos *in vivo*.

Entretanto, existem dificuldades no que se refere à infiltração do monômero dentro da rede de fibrilas colágenas. Quando a dentina desmineralizada é seca com jatos de ar, as fibrilas de colágeno se aproximam, tendo por resultado o colapso da matriz orgânica, que consequentemente reduz a permeabilidade da zona desmineralizada. Alguns pesquisadores afirmam que a eliminação do colágeno exposto com hipoclorito de sódio diminui a sensibilidade da técnica e possibilita o

alcance de uma superfície mais porosa, semelhante ao esmalte, que é responsável por valores de resistência de união semelhantes àqueles obtidos em esmalte condicionado por ácido fosfórico. Além disso, a desproteinização elimina o passo crítico de umedecimento da dentina, devido à ausência do componente orgânico.

A retenção dos sistemas adesivos nesta técnica se basearia tão e exclusivamente no embricamento mecânico dos monômeros resinosos no substrato mineralizado e poroso formado após desmineralização e deproteinização através da maior formação de *tags* resinosos mais volumosos e a um maior número de anastomoses entre os mesmos, já que não é possível haver formação da camada híbrida quando se remove o colágeno exposto pelo condicionamento ácido. Com relação aos resultados de resistência de união, a literatura consultada ainda é controversa. Há estudos que verificaram aumento nos valores de resistência após utilização de hipoclorito de sódio a 10% por 60 s. Outros estudos encontraram valores de resistência de união semelhantes ou dependentes (maiores ou menores) dos sistemas adesivos utilizados. Valores de resistência de união inferiores também já foram reportados com a técnica de deproteinização.

Por outro lado, há estudos que mostram que a resistência de união à dentina com os sistemas adesivos que preconizam o condicionamento ácido total e aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes tende a diminuir após armazenagem de 6 meses a 3 anos em água. Alguns autores acreditam que esta redução de resistência de união se deve a hidrólise ou mesmo degradação por proteases exógenas ou endógenas das fibrilas de colágeno que não foram adequadamente encapsuladas pelo adesivo. Se este for o caso, espera-se não detectar degradação de resistência de união quando o procedimento de união é feito

em substrato sem material orgânico, ou seja que sobre a dentina desmineralizada e desproteinizada.

Deste modo, este estudo teve como objetivo avaliar a resistência de união, através do teste de microtração, de dois sistemas adesivos aplicados de forma convencional e modificada (com hipoclorito de sódio) após dois períodos de armazenagem e observar pelo microscópio eletrônico de varredura a qualidade da interface de união entre os sistemas adesivos e a superfície de dentina.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Os achados de Buonocore (1955) revolucionaram a prática da Odontologia Restauradora tornando-a mais preventiva. Isto foi possível graças a aplicação de um ácido sob a superfície do esmalte, que permitiu a infiltração da resina acrílica nas superfícies tratadas. Esta observação permitiu abandonar os preparos cavitários com macro-retenções substituindo-os por micro-retenções proporcionadas pelo condicionamento ácido. Assim diminuiu-se o desgaste de tecido sadio, aumentando a retenção, melhorando a adaptação e diminuindo a microinfiltração marginal dos materiais resinosos. Com tudo isto, têm sido propostos inúmeros esforços na tentativa de manter a interface de união de restaurações adesivas intacta e, conseqüentemente, garantir a proteção do complexo dentino-pulpar (CARVALHO et al., 2004).

Para melhor compreensão do trabalho devido à complexidade do tema, a revisão da literatura foi dividida por assuntos, com a finalidade de torná-la mais didática.

2.1 Condicionamento ácido e sistemas adesivos

Os sistemas adesivos chegaram para melhorar em todo aspecto a odontologia preventiva. Quase na mesma época em que Buonocore (1955) descobriu o efeito do condicionamento ácido em esmalte, Bowen (1956) já estava trabalhando no desenvolvimento dos primeiros materiais resinosos de baixa contração através da associação entre resinas epóxicas e resinas acrílicas. Isto permitiu a sintetização do monômero dimetacrilato de alto peso molecular Bis-GMA (bisfenol-glicidil-dimetacrilato), um monômero que apresentava ligações cruzadas e com cadeia polimérica orgânica, insolúvel e de alta viscosidade. Mais tarde o mesmo autor em 1965, realizou pesquisas com o N-fenil glicina glicidil metacrilato (NPG-GMA), mas não foram completamente alcançados os objetivos esperados.

Os adesivos são descritos como substâncias capazes de permearem pelos espaços livres entre as superfícies a serem unidas, aproximando as mesmas e criando, condições propícias para o surgimento de atrações intermoleculares (ANUSAVICE, 1998; BUONOCORE; ROCHESTER, 1963). Assim segundo Anusavice (1998), o termo adesão, com conotação química, só poderia ser corretamente empregado para àqueles materiais que comprovadamente realizam algum tipo de ligação química forte com os tecidos dentários. E os únicos exemplos na odontologia seriam os cimentos de ionômero de vidro e os cimentos de policarboxilato de zinco. Por enquanto, esse termo vem sendo empregado para caracterizar um tipo de união que seria melhor definido como união micromecânica.

Buonocore, Wileman e Brudevold (1956) avaliaram a possibilidade de adesão à dentina, e demonstraram que o tratamento prévio da superfície dentinária úmida com ácido clorídrico a 7 % por 1 min foi capaz de aproximadamente duplicar a adesão da resina acrílica à dentina. Nas superfícies dentinárias não tratadas com ácido e que foram imersas em água, a adesão foi mais estável, enquanto nos

espécimes que foram condicionados com o ácido, ocorreu um decréscimo acentuado nos valores de adesão após 5 meses de imersão em água.

Assim a pesquisa em busca de um adesivo que proporcionasse uma boa retenção e adesão à dentina tornou-se condição prioritária para o sucesso das restaurações de resina composta. Alguns clínicos naquela época não conseguiam aceitar o uso de ácido sobre a superfície de dentina, acreditando que poderia ser nocivo para polpa.

Até a década de 70 do século passado a camada de esfregaço (*smear layer*) não era removida, pois os sistemas adesivos não eram compatíveis com o substrato úmido da dentina. Desta forma a adesão se baseava na interação do adesivo com a camada de esfregaço, sendo assim muito frágil rompendo-se apenas com a contração de polimerização da resina composta (GARONE NETTO, 2003). A camada de esfregaço constitui-se de restos de matéria orgânica e inorgânica produzidos durante os procedimentos de corte/abrasão com instrumentos rotatórios e/ou pontas de diamante no substrato em questão e a espessura dependem do tipo de instrumento ou técnica de instrumentação utilizada. Esta camada é o resultado de remanescentes do substrato seccionado, saliva, sangue, bactérias, óleo, fragmentos do abrasivo, que se ligam à dentina intertubular e penetram nos túbulos dentinários formando assim o *smear plug* (PASHLEY, 1984; TANI; FINGER, 2002; GWINNETT, 1994b). A camada de esfregaço pode apresentar diferentes espessuras e composições de acordo com a localização do corte e o tipo de instrumento utilizado (PASHLEY, 1984).

Fusayama et al. (1979) propuseram pela primeira vez o condicionamento ácido da dentina com ácido fosfórico a 40% por 60 s possibilitando a eliminação da camada de esfregaço e facilitando a penetração do sistema adesivo Clearfil Bond

System-F (Clearfil-Kuraray), que era um adesivo dentinário à base de fenil fosfato (Phenyl-P), hidroxietilmetacrilato (HEMA) e bisfenol glicidil dimetacrilato (Bis-GMA).

Nakabayashi, Kojima e Masuhara (1982), conseguiram uma adesão na dentina inter e peritubular, levando à formação de um substrato de natureza composta que foi denominada mais tarde como camada híbrida. Segundo os autores a técnica de condicionamento ácido da dentina através da utilização de uma solução de ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3% (solução 10:3) promovia nesse substrato uma desmineralização superficial, expondo uma trama de fibrilas colágenas que era posteriormente penetrada pelo adesivo hidrofílico, previamente à utilização de um adesivo hidrófobo. Após estar mais esclarecido o potencial agressivo dos ácidos sobre o complexo dentino-pulpar, foi sugerida a total remoção da camada de esfregaço para esses sistemas adesivos durante o procedimento operatório com o uso de ácidos (FUSAYAMA et al., 1979).

Antigamente, a crença era de que a adesão à dentina poderia ser obtida pela formação de uniões químicas entre a resina e o componente orgânico ou inorgânico da dentina. Os componentes mais comumente visados eram o colágeno ou os íons de cálcio da hidroxiapatita. Acreditava-se que os grupamentos fosfatados aderiam ao cálcio durante a aplicação do *primer*. Então durante a polimerização, o grupamento metacrilato da molécula iria reagir com o compósito e formar uma união química do compósito com a dentina. Os compostos que se acreditavam possuírem estas propriedades eram o NPG-GMA (N-fenil glicina e glicidil metacrilato), fosfatos polimerizáveis e ácidos poli(alquenóicos). Outro agente de união utilizado era o glutaraldeído, um composto conhecido por aderir ao colágeno. Pela adesão de uma molécula como hidroxietilmetacrilato (HEMA) ao colágeno aderido ao glutaraldeído e, utilizando-se o grupamento metacrilato do HEMA para aderir ao compósito

durante a polimerização, acreditava-se que a união química poderia ser formada entre o colágeno e o compósito. Embora este conceito possa parecer razoável, estudos clínicos revelaram que esses sistemas não funcionavam tão bem quanto se acreditava originalmente (ANUNSAVICE, 1998).

A técnica de condicionamento ácido da dentina só passou a ser utilizada a partir de meados da década de 80 (SWIFT JUNIOR; PERDIGÃO; HEYMANN, 1995), pois houve muita controvérsia sobre uso de substâncias ácidas sobre a dentina. Na atualidade, sabe-se que o condicionamento ácido da dentina não age como um irritante pulpar devido à capacidade tampão exercida pela dentina (CAMPS; PASHLEY, 2000).

A partir de então, os sistemas adesivos desenvolvidos apresentaram um protocolo de três passos durante o procedimento adesivo, incluindo: o condicionamento ácido da dentina que é sempre lavado após sua ação em um determinado período; o uso de *primers* constituídos por uma solução de monômeros bifuncionais (hidrofóbicos e hidrofílicos) dissolvidos em acetona, álcool e/ou água, e finalmente o uso de uma resina fluida, com ou sem carga, contendo monômeros hidrofóbicos como Bis-GMA, o TEGDMA e o UDMA (BARATIERI et al., 2001). Com o passar do tempo, os fabricantes simplificaram o procedimento adesivo juntando os componentes do *primer* e da resina fluida em um único frasco, produzindo então os adesivos de frasco único (GARONE NETTO, 2003).

De forma resumida pode-se dizer que os sistemas adesivos são combinações de monômeros resinosos hidrofóbicos e hidrofílicos de diferentes pesos moleculares e solventes que atualmente são classificados em número de passos (1, 2 e 3), de acordo com a associação entre as três etapas básicas do procedimento de adesão: condicionamento ácido, *primer* e adesivo (*bond*). De forma sucinta pode-se dizer que

o ácido faz uma desmineralização que aumenta a porosidade; os poros são preenchidos pelo *primer* que é subsequentemente coberto pelo agente hidrofóbico (*bond*) para garantir a união com o material resinoso restaurador através da formação da camada híbrida (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982).

Ainda pode-se dizer que os sistemas adesivos disponíveis empregam uma dentre os dois tipos de abordagem de união existentes: ***abordagem convencional*** ou ***autocondicionante***. Os adesivos convencionais são aqueles que utilizam o condicionamento ácido como passo separado e podem ser encontrados em 2 ou 3 passos. Já os adesivos autocondicionantes associam, em geral, o condicionamento ácido ao *primer*, e podem assim ser apresentados em 1 ou 2 passos (VAN MEERBEEK et al., 2003; CARVALHO et al., 2004). Os sistemas adesivos autocondicionantes não serão abordados nesta revisão da literatura em função de não terem sido o foco principal desta pesquisa.

A camada híbrida além de ser responsável pelo mecanismo de retenção dos sistemas adesivos permite também uma boa performance clínica inicial quando estes sistemas adesivos convencionais foram associados com resinas compostas (SWIFT JUNIOR et al., 2001; TYAS; BURROW, 2002). Van Meerbeek et al. (1992), utilizando diferentes adesivos e agentes condicionadores, mostraram que a profundidade de desmineralização da dentina e formação da camada híbrida depende do tempo e do tipo de aplicação do agente condicionador empregado. Também mostrou através de análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV) a formação dos *tags* resinosos. Altos valores de resistência de união já foram relatados com estes sistemas (PRATI; PASHLEY, 1992; YOSHIYAMA et al., 1996a, 1996b).

A adesão destes materiais à dentina, porém, não tem mostrado resultados tão consistentes e, nestes últimos anos, pesquisas têm sido dirigidas na busca de um material ou sistema adesivo que se ligue à dentina, promova selamento e, especialmente, seja durável, permanecendo inalterado por um longo tempo, em um ambiente desfavorável úmido e submetido a freqüentes variações térmicas, como é a cavidade bucal. O desafio dos pesquisadores de adesivos foi, e continua sendo, o desenvolvimento de agentes que possam aderir à dentina. Embora a pesquisa nesta área esteja em progresso desde a década de 50, tornou-se a principal prioridade nos últimos anos, à medida que emergiam as aplicações práticas dos adesivos dentinários. Porém para compreender as dificuldades adesivas que apresentam os sistemas adesivos, é preciso conhecer as características morfológicas que apresentam o tecido dental, especificamente a dentina.

2.2 Dentina

A composição aproximada da dentina em volume é de 50% de apatita rica em carbonato e deficiente em cálcio, 30% de matéria orgânica, principalmente colágeno tipo I e aproximadamente 20% de fluido similar ao plasma (MARSHALL JUNIOR, 1993). São os cristalitos de hidroxiapatita que conformam a fase mineral da dentina, sendo menores, e com orientação menos sistemática do que àqueles encontrados no esmalte.

Cada unidade do cristal de hidroxiapatita tem como fórmula $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{Ca}(\text{OH})_2$ (BHASKAR, 1989). A fase orgânica é conformada em quase

90% de uma densa trama de fibrilas de colágeno e o restante é formado por proteínas solúveis. Na dentina, o colágeno tipo I presente é composto por um arranjo não ordenado de inúmeras fibrilas dispostas em camada. Essas fibrilas, por sua vez, são formadas por milhares de moléculas de colágeno, agregadas de maneira escalonada e sobrepostas. Cada molécula de colágeno é um triplo filamento helicoidal de 3 cadeias polipeptídicas, compostas por milhares de aminoácidos, sendo a glicina, prolina, e hidroxiprolina os mais importantes. As três cadeias se entrelaçam através de ligações laterais que envolvem certas combinações de aminoácidos (BUTLER; RICHARDSON, 1984).

O colágeno é uma proteína fibrosa, insolúvel e resistente à ação de proteases, devido ao denso empacotamento molecular. A desestruturação do colágeno só pode ser possível após clivagem da tripla hélice, através da enzima collagenase deixando-o susceptível à ação das outras proteases (BUTLER; RICHARDSON, 1984). Os proteoglicanos são proteínas solúveis presentes na dentina, formadas por uma família de macromoléculas compostas por 2 componentes poliméricos e um núcleo protéico ao qual se ligam cadeias laterais de carboidratos (glicosaminoglicanos, como o ácido hialurônico e a heparina) e criam uma força repulsiva entre as cadeias de carboidratos, devido à natureza acídica dos glicosaminoglicanos. Assim essas cadeias atuam como peneira molecular excluindo macromoléculas maiores que os poros da rede. Outro constituinte da fase orgânica são as fosfoproteínas, que possuem características aniônicas (BUTLER; RICHARDSON, 1984).

O estudo de Perdigão e Lopez (1999) demonstrou o importante papel das proteínas não fibrosas (proteoglicanos e fosfoproteínas) no processo de união com os adesivos atuais. É bem provável que em virtude da característica hidrofílica

destas moléculas, elas sejam removidas ou alteradas durante o procedimento adesivo, em virtude da ação dos solventes orgânicos presentes nos sistemas adesivos.

A dentina apresenta também propriedades muito mais resilientes que o esmalte. Na junção entre o esmalte e a dentina (junção amelodentinária – JAD) há uma mudança no tamanho e na orientação dos cristais da apatita. Na dentina, os cristais de hidroxiapatita são muito menores (MARSHALL JUNIOR et al., 1997) e limitados entre si pelas fibrilas colágenas (HAYASHI, 1992). A dentina apresenta uma rede altamente organizada de túbulos, inicialmente ocupados pelos prolongamentos odontoblásticos, que se estendem e se ramificam desde a câmara pulpar até a JAD, apresentando numerosas interligações ao longo de sua extensão, denominadas canalículos dentinários. Estes são envoltos pela dentina peritubular, um tecido com maior deposição mineral e que promove suporte adicional. Entre os túbulos e canalículos, encontra-se a dentina intertubular, com maior conteúdo orgânico, característica fibrosa e rica em matriz intercelular (KATCHBURIAN; ARANA, 1999).

Os túbulos dentinários são como delicados cilindros ocos dentro da dentina, preenchidos por líquido tecidual e ocupados em parte ou na sua totalidade de seu comprimento, pelo prolongamento dos odontoblastos (TEN CATE, 2001). O diâmetro e o número de túbulos por mm^2 , assim como a área total ocupada por eles não é uniforme. A porcentagem de túbulos por área e seu diâmetro variam de 22% e 2,5 μm junto à polpa para 1% e 0,8 μm na junção amelodentinária. Os túbulos são mais separados nas camadas periféricas e mais agrupados próximo da polpa. Além disso, possuem maior diâmetro junto à cavidade pulpar (3 a 4 μm), e menor em suas extremidades (1 μm). É cerca de 4:1 a proporção entre o número de túbulos por

unidade de área nas superfícies próximo à polpa e junção amelodentinária (BHASKAR, 1989). A densidade de túbulos da dentina oclusal varia de 15.000 a 24.500 por mm² na dentina superficial, de 35.000 a 40.400 na média e 43.000 a 65.000 na profunda (MARSHALL et al., 1997). Essa variabilidade estrutural implica em diferentes graus de permeabilidade dentinária dependendo da região e da proximidade em relação à polpa (PASHLEY et al., 1987).

Assim, o substrato da dentina é muito complexo e vivo sofrendo alterações segundo a localização, idade ou em resposta a estímulos. Porém, a umidade, o conteúdo mineral, a porosidade, a quantidade e as condições da matriz orgânica, a disposição dos túbulos, a face do dente considerada, a vitalidade pulpar, a proximidade da polpa, a condição de dentina normal ou alterada, são alguns fatores intrínsecos que propiciam ampla variabilidade no substrato.

No entanto, ainda existem dificuldades na infiltração de monômeros resinosos pelas fibrilas de colágeno sendo muito crítica esta técnica, e alguns fatores dificultam a formação da camada híbrida. Já foi demonstrado que se as fibrilas de colágeno, expostas pelo condicionamento ácido da dentina, se colapsarem pelo ressecamento da superfície, haverá redução da permeabilidade dentinária e, conseqüentemente, diminuição da capacidade de infiltração dos monômeros (CARVALHO; BREWER; PASHLEY, 1996; CARVALHO et al., 1996). Desta forma, torna-se fundamental mantê-la úmida, previamente à aplicação do sistema adesivo (GWINNETT, 1992; KANCA III, 1992). Kanca III (1992) mostrou as vantagens de um adesivo que pudesse interagir com a superfície dentinária intrinsecamente úmida, baseando-se nas características hidrofílicas do adesivo All Bond (Bisco Dental). Segundo o autor como o adesivo testado apresentava um *primer* hidrofílico à base de acetona, a umidade presente na superfície da dentina condicionada deixava de ser um

inconveniente e passava a ser um requisito para alcançar uma ótima adesão. O excesso de umidade na superfície dentinária também afeta negativamente o processo adesivo, pois evita uma completa polimerização dos monômeros resinosos (PAUL et al., 1999), dada à diluição de seus componentes e a separação de fases entre os monômeros hidrofóbicos e hidrofílicos (TAY et al., 1996; TAY; GWINNETT; WEI, 1996a).

Segundo Tay et al. (1996) as situações de ressecamento e super umedecimento da superfície dentinária desmineralizada representariam os extremos de um espectro que reflete a influência antagônica da umidade na interação entre o adesivo e o substrato. Quando os túbulos dentinários e a trama colágena intertubular estão saturados com água, pode-se observar glóbulos resinosos na interface de união que são resultantes da separação de fases dos componentes do *primer* e ainda espaços bolhosos, que representam regiões previamente ocupadas por água que não foram preenchidas pelo sistema adesivo (TAY; GWINNETT; WEI, 1996b). Os autores concluíram que, para uma ótima hibridização da dentina poder ser atingida, deve-se manter a trama de colágeno úmida durante o procedimento adesivo evitando um excesso de água na superfície dentinária (TAY et al., 1996). Além disso, esta umidade adequada é dependente do tipo de solvente presente em cada sistema adesivo e situações ideais para um sistema à base de água/etanol pode representar uma dentina muito seca para adesivos à base de acetona (REIS et al., 2003a). Para adesivos à base de água aplicados em substrato muito úmido, apesar de não terem sido observadas formações como micelas uma camada híbrida deficiente também é formada (TAY; GWINNETT; WEI, 1998).

Assim, nota-se que a manutenção da trama de colágeno, exposta pelo condicionamento ácido é crítica e ainda restam muitas dúvidas a cerca do seu papel

na retenção e eficiência de selamento da dentina com os sistemas adesivos atuais. Sendo assim, alguns autores passaram a remover o colágeno exposto da dentina com agentes desproteinizadores (GWINNETT, 1994b; VARGAS; COBB; ARMSTRONG, 1997; WAKABAYASHI et al., 1994).

2.3 Tratamento da dentina com hipoclorito de sódio

O hipoclorito de sódio (NaOCl) é a solução auxiliar da instrumentação dos canais radiculares mais utilizada por cirurgiões dentistas de todo o mundo, devido às suas propriedades altamente desejáveis como coadjuvante do preparo químico-mecânico do canal radicular. Entre estas propriedades, podemos incluir lubrificação, remoção de *debris*, destruição de microrganismos e dissolução de tecidos orgânicos (COHEN; BURNS, 1998). A solvência de tecidos orgânicos a esta solução é devido à ação do cloro sobre as proteínas formando cloraminas solúveis em água, reação com rapidez diretamente proporcional à concentração de cloro ativo presente na solução (GROSSMAN; MEIMAN, 1941; HAND; SMITH; HARRISON, 1978; MOORER; WESSELINK, 1982). O princípio ativo do hipoclorito de sódio se deve às moléculas de HOCl não-dissociadas, responsáveis pela ação oxidante e hidrolisante do composto (MOORER; WESSELINK, 1982).

A dentina humana possui cerca de 18% em material orgânico, sendo o colágeno o principal constituinte desta fração (MJÖR; FEJERSKOV, 1990). Assim como os remanescentes pulpares, o colágeno também pode sofrer a ação solvente pelo hipoclorito de sódio (NAKAMURA et al., 1985; TREPAGNIER; MADDEN;

LAZZAR, 1977). Barbosa, Safavi e Spangberg (1994) relataram que o hipoclorito de sódio a 5,0% promove uma degradação de aproximadamente 14% do peso seco em amostras de dentina submetidas à esta solução por 24 horas.

Alguns pesquisadores afirmam que a eliminação do colágeno exposto pelo condicionamento ácido através de soluções com hipoclorito de sódio diminui a sensibilidade da técnica adesiva e possibilita o alcance de uma superfície mais porosa, semelhante ao esmalte que é responsável por valores de resistência de união semelhantes àqueles obtidos em esmalte condicionado por ácido fosfórico. (WAKABAYASHI et al., 1994). Além disso, a desproteínização eliminaria o passo crítico de umedecimento da dentina, devido à ausência do componente orgânico (REIS et al., 2000).

A retenção e o selamento produzido pelos sistemas adesivos atuais confiam uma completa formação da camada híbrida (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982). Entretanto, ainda apresentam-se dificuldades ao respeito da infiltração do monômero dentro da rede das fibrilas de colágeno. Quando a dentina desmineralizada é seca com jato de ar, as fibrilas de colágeno se aproximam tendo por resultado o colapso da matriz orgânica que reduz a permeabilidade da zona desmineralizada (PASHLEY et al., 2001). Isto foi observado na marcante diminuição da resistência de união de adesivos à dentina desmineralizada e seca por jatos de ar (GWINNETT, 1992; NAKAJIMA et al., 2000). Por outro lado, um excesso da água causa a diluição dos monômeros resinosos e a separação de metade das fases hidrofóbicas e hidrofílicas que finalmente compromete a infiltração da resina (TAY et al., 1996; TAY; GWINNETT; WEI, 1998), conforme já descrito anteriormente.

Os problemas acima mencionados destacam que a manutenção da rede desmineralizada das fibrilas de colágeno, exposta pelo condicionamento ácido, é

crítica. Além disso, a profundidade total da desmineralização da dentina não infiltrada completamente pelos monômeros (SPENCER et al., 2000), como a trama das fibrilas de colágeno, perto da dentina não afetada é susceptível à degradação hidrolítica ao longo do tempo (BURROW; SATOH; TAGAMI, 1996; CARRILHO et al., 2007; SANO et al., 1995).

Baseado nisso, o uso do hipoclorito de sódio (NaOCl), como um agente proteolítico não específico, poderia ser útil porque elimina a rede desmineralizada das fibrilas de colágeno, exposta após o condicionamento ácido (GWINNETT, 1994a; VARGAS; COBB; ARMSTRONG, 1997; WAKABAYASHI, 1994) reduzindo a sensibilidade da técnica relatada para a adesão úmida (REIS et al., 2000).

O hipoclorito de sódio age na dentina, alterando sua ultra-estrutura morfológica, removendo as fibrilas de colágeno expostas pelo condicionamento ácido, tornando a abertura dos túbulos dentinários mais ampla e expondo uma rede de canais laterais secundários e anastomoses, impossível de ser visualizada em dentina apenas condicionada (INABA et al., 1995; MARSHALL et al., 2001; PERDIGÃO et al., 1999; UNO; FINGER, 1995; VARGAS; COBB; ARMSTRONG, 1997). Esta nova morfologia proporciona excelente retenção mecânica entre o substrato dental e as resinas adesivas (MARSHALL et al., 2001; PERDIGÃO et al., 1999; VARGAS; COBB; ARMSTRONG, 1997), promove interações químicas pelo fato da superfície dentinária resultante ser essencialmente mineral (GWINNETT, 1994a). Dessa forma, o mecanismo de união entre dentina e resina, após o tratamento com hipoclorito de sódio, acontece por meio da penetração dos monômeros resinosos na dentina mineralizada nos túbulos dentinários e canais laterais (GWINNETT, 1994a) formando prolongamentos resinosos. Segundo alguns autores, pode-se afirmar que há formação de uma camada híbrida reversa (PRATI;

CHERSONI; PASHLEY, 1999) onde há penetração de monômeros nas porosidades submicrométricas da fase mineral decorrentes da remoção das fibrilas de colágeno. Porém quando a desproteinização é realizada, os resultados da resistência de união relatada na literatura são controversos (FRANKENBERGER et al., 2000; GWINNETT, 1994a; SABOIA; RODRIGUES; PIMENTA, 2000; WAKABAYASHI et al., 1994).

Avaliações clínicas de longa duração são consideradas o método ideal de validar a qualidade destes novos sistemas adesivos. Infelizmente, este tipo de análise é de difícil execução por demandar muito tempo e ter um custo elevado (NIKAIDO et al., 2002). Assim testes *in vitro* são considerados importantes por avaliar, num curto espaço de tempo, a eficiência da adesão de sistemas adesivos, apresentando uma boa correlação com os estudos *in vivo* (VAN MEERBEEK et al., 2003).

Já foi relatado que a resistência de união à dentina com os sistemas adesivos que preconizam o condicionamento ácido total e aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes tende a diminuir após armazenagem de 6 meses a 3 anos e observa-se também uma elevada nanoinfiltração da interface adesiva (BURROW; SATOH; TAGAMI, 1996; CARRILHO et al., 2004; HASHIMOTO et al., 2000; LI; BURROW; TYAS, 2000; LOGUERCIO et al., 2005; OKUDA et al., 2001).

Essencialmente dois dos principais componentes da camada híbrida são susceptíveis à degradação ao longo do tempo: o constituinte orgânico, representado pelas fibrilas de colágeno, encapsuladas pelos monômeros resinosos ou pelo polímero formado entre as fibrilas de colágeno após a fotoativação (REIS et al., 2004). Caso a degradação hidrolítica ocorra nas fibrilas de colágeno, como sugerido por alguns autores (HASHIMOTO et al., 2000; HASHIMOTO et al., 2003) é bem

provável que as interfaces de união formadas após a desproteinização com hipoclorito de sódio sejam mais resistentes após armazenamento em água que àquelas interfaces produzidas de forma convencional.

O benefício do tratamento com NaOCl sob a dentina desmineralizada foi relatado por Pioch et al. (2001) e Chersoni et al. (2004). Pioch et al. (2001) mostraram que a aplicação do hipoclorito de sódio durante 60 s, reduziu a penetração de prata nas porosidades situadas perto da dentina mineralizada inalterada e dentro rede rica de fibrilas de colágeno. Chersoni et al. (2004) mostraram que o pré tratamento da dentina reduz o movimento da água através da camada híbrida reduzindo a degradação a longo prazo da união adesiva.

A retenção nesta técnica se basearia tão e exclusivamente no embricamento mecânico da resina no substrato mineralizado e poroso e a maior formação de *tags* resinosos mais volumosos e a um maior número de anastomoses entre os mesmos, já que não é possível haver formação da camada híbrida quando remove-se o colágeno exposto pelo condicionamento ácido (PERDIGÃO et al., 1999; VARGAS; COBB; ARMSTRONG, 1997).

Wakabayashi et al. (1994) verificou aumento nos valores de resistência após utilização de hipoclorito de sódio a 10% por 60 s. Outros estudos encontraram valores de resistência de união semelhantes (ARMSTRONG; BOYER; KELLER, 1998; GWINNETT, 1994b; TOLEDANO et al., 2000; VARGAS; COBB; ARMSTRONG, 1997) ou dependentes (maiores ou menores) dos sistemas adesivos utilizados (INAI et al., 1998; PRATI; CHERSONI; PASHLEY, 1999; SABOIA; RODRIGUES; PIMENTA, 2000).

Valores de resistência de união inferiores também são reportados a seguir: uma gota de NaOCl a 10% foi aplicada à superfície dentinária de todas as amostras

durante 0 s (controle), 15, 30, ou 60 s. As amostras foram divididas em dois grupos, e cada grupo recebeu um sistema adesivo convencional. Após a termociclagem os espécimes foram testados em cisalhamento e os resultados obtidos demonstraram que o aumento do tempo de aplicação resultou na diminuição progressiva dos valores de resistência de união à dentina para todos os sistemas adesivos e resinas compostas testados (PERDIGÃO et al., 2000). Outros autores demonstram também que após o tratamento da dentina com hipoclorito de sódio foi observada uma diminuição significativa nos valores resistência de união (em média de 30%) para todos os grupos experimentais. Os autores concluíram que o tratamento com NaOCl após o condicionamento ácido da dentina provocou efeitos deletérios a adaptação marginal e resistência de união de resinas compostas, independente da natureza do sistema adesivo (FRANKENBERGER et al., 2000).

Quando se avaliou o efeito do hipoclorito de sódio em dentina superficial e profunda, observou-se que os valores de resistência de união em dentina superficial foram estatisticamente superiores àqueles obtidos em dentina profunda, sendo que a aplicação de hipoclorito de sódio resultou em valores de resistência de união menores para ambos os tipos de dentina estudada (UCEDA-GÓMEZ et al., 2003).

Barbosa de Souza et al. (2004), demonstraram pelos resultados obtidos que as características químicas de cada sistema adesivo (como o pH, o tipo e a quantidade do solvente, monômero) podem influenciar na adesão das superfícies desproteinizadas. Outros estudos (DE MUNCK et al., 2007) não detectaram diferença estatística naqueles grupos onde as superfícies de esmalte foram tratadas com NaOCl antes da técnica adesiva.

Mas, quais serão os motivos para tais resultados? Talvez as variáveis inerentes a cada metodologia utilizada, que vão desde o tipo de teste realizado, seja

esse cisalhamento, microcisalhamento, tração, microtração, microinfiltração ou nanoinfiltração até o tipo de dente empregado [humano (decíduo ou permanente) ou bovino]. Após revisão da literatura pertinente ao tema, observa-se que o uso do hipoclorito de sódio no substrato dentinário, utilizando sistemas adesivos dentinários ainda é um assunto controverso e não completamente esclarecido, aspecto que favorece a realização de mais pesquisas sobre o assunto.

2.4 Longevidade das interfaces adesivas.

No que tange a durabilidade destes materiais, sabe-se que esta propriedade dos polímeros depende, entre outros, do grau de conversão de monômeros em polímeros e de sua característica hidrofílica. Assim, pode-se inferir que o grau de conversão dos adesivos é bem inferior quando comparado, por exemplo, às resinas compostas, devido ao fato da formação do polímero ocorrer na presença de água, solventes residuais (JACOBSEN; SODERHÖLM, 1995; PAUL et al., 1999) e menor formação relativa da camada inibida pelo oxigênio. Um polímero sub-polimerizado e rico em terminações hidrofílicas tende a absorver maior quantidade de água do meio oral, o que afeta suas propriedades mecânicas imediatas e ao longo do tempo (CARRILHO et al., 2005; REIS et al., 2005).

Recentes evidências demonstraram que os materiais simplificados funcionam como membranas permeáveis, permitindo passagem de fluidos (TAY et al., 2005) pela camada híbrida e de adesivo. Por diferenças de concentração osmótica, há

passagem de água da dentina subjacente em direção ao material restaurador. Isto é particularmente desastroso quando a polimerização do material restaurador é lenta, como nos casos de ativação química. A água em trânsito se acumula na interface resina/adesivo e compromete a união entre ambos, o que pode levar ao descolamento prematuro de restaurações diretas ou peças protéticas. Tal permeabilidade vem sendo evidenciada micromorfológicamente por estudos que identificam por meio da infiltração pela prata, finos canais deixados pela passagem de água (*water-trees*) na camada de adesivo (TAY; PASHEY, 2003). A densidade e quantidade destas *water-trees* vêm sendo relacionadas com a redução da resistência adesiva e o aumento da nano-infiltração (LI; BURROW; TYAS, 2003; OKUDA et al., 2002).

A degradação dos componentes poliméricos, por sua vez, deixa as fibrilas de colágeno expostas à ação de metaloproteinases endógenas que podem degradar o componente orgânico da camada híbrida (CARRILHO et al., 2007; PASHLEY et al., 2004). Este mesmo fenômeno pode ocorrer quando a penetração dos monômeros resinosos entre as fibrilas desmineralizadas é insuficiente deixando regiões não infiltradas expostas à água (SPENCER; SWAFFORD, 1999). Esta degradação implica na redução da resistência de união entre o tecido dentinário e os sistemas adesivos comprometendo assim a durabilidade das restaurações adesivas (CARRILHO et al., 2007; REIS et al., 2005).

Estudos verificaram que a rede colágena dentinária desmineralizada, quando exposta a ação da água durante mais de 3 meses, apresentou-se desorganizada, com seu espaço interfibrilar mais delgado assim como o diâmetro das fibrilas colágenas e a espessura da camada de dentina condicionada (HASHIMOTO et al., 2003; PASHLEY et al., 2004). Os efeitos adversos da degradação hidrolítica em

restaurações adesivas também foram observados em diferentes tempos de função clínica (HASHIMOTO et al., 2000). Quanto maior o tempo de função da restauração, menores foram os valores de resistência de união encontrados, o que sugeriu que as fibrilas colágenas expostas à umidade da cavidade bucal e possivelmente à ação de metaloproteinases sofrem uma progressiva degradação com o passar do tempo.

Estes conceitos teóricos possuem diversas implicações clínicas que podem resultar em falha de selamento com conseqüente sensibilidade pós-operatória, infiltração, descoloração marginal e cárie secundária, podendo ainda ocasionar falha de retenção com perda prematura de restaurações confeccionadas em cavidades não retentivas, como lesões de Classe V (PEUMANS et al., 2005; VAN MEERBEEK et al., 2003). Assim, a frágil e transiente estabilidade das restaurações adesivas acarreta em ônus direto aos pacientes que são expostos a re-tratamentos restauradores periódicos, nos quais não se pode evitar a perda gradativa dos tecidos dentais saudáveis.

A distinção entre os sistemas mais ou menos suscetíveis à degradação, ou seja, que tendem a possuir desempenho mais favorável e maior credibilidade em longo prazo é um importante quesito para alcance de maior longevidade das restaurações.

Indiscutivelmente, a simplificação da técnica propicia conforto e economia de tempo para o paciente e o clínico e é em prol desta vantagem que uma avalanche de produtos simplificados foram lançados no mercado. Contudo, fica evidente que, contrariamente à tendência de produção de sistemas adesivos simplificados, os dados oriundos de pesquisas laboratoriais e clínicas, até o presente momento, são convergentes em mostrar que os sistemas convencionais de três passos ou autocondicionantes de 2 passos são os que apresentam melhor desempenho no

maior número de quesitos (DE MUNCK et al., 2005; PEUMANS et al., 2005; TAY; PASHLEY, 2003).

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união e a qualidade da interface de união entre dois sistemas adesivos convencionais e simplificados à dentina, aplicados de forma convencional e modificada (com hipoclorito de sódio) após dois períodos de armazenagem.

4 MATERIAL E MÉTODOS

O presente estudo foi aprovado pelo Cômite de Ética em Pesquisa (CEP-FOUSP) da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo (FOUSP), sob o protocolo número 213/03 e conduzido após aprovação para a Comissão Nacional de Ética em Pesquisa (CONEP/CNS/MS), pelo envio de materiais orgânicos para o exterior, sob o número protocolo de 620/2004 (Anexo A-B). O Banco de Dentes Humanos da FOUSP forneceu 32 dentes terceiros molares hígidos para a realização deste trabalho.

Com o intuito de facilitar a compreensão do texto, o mesmo será apresentado na forma de tópicos.

4.1 Preparação do substrato dental em dentina

Todos os dentes foram desinfetados em cloramina a 0,5% (DE WALD, 1997) e após a remoção dos debris com curetas, permaneceram armazenados a 37°C em solução de soro fisiológico a 0,9%.

Os dentes tiveram a superfície oclusal de esmalte desgastada em politriz Ecomet 3 (Buehler, EUA) através de uma lixa de granulação #180 com abundante

irrigação. Tomou-se o cuidado de verificar com lupa de aumento se, após o desgaste dos dentes, se não existiam áreas de esmalte, procurando manter uma dentina superficial em todos os dentes. A seguir foi feito um controle da espessura da dentina remanescente (EDR) a fim de uniformizar a profundidade do substrato (UCEDA-GÓMEZ et al., 2003). Todas as superfícies de dentina foram polidas em uma velocidade de 100 rpm com lixas de carbetto de silício, de granulações 220, 320 e 400 (Buehler, EUA) em seqüência, cada uma por 10 s e, finalmente o polimento final foi executado com a lixa 600 (Buehler, EUA) por 60 s, sempre rotacionando o dente em 90° para conseguir uma camada de esfregaço relativamente padronizada.

4.2 Procedimento adesivo e restaurador

Quando obtidas as superfícies desejadas de dentina para o trabalho, os dentes foram lavados em água corrente e suavemente secos com ar comprimido, sendo imediatamente restaurados segundo as indicações de cada grupo. A aplicação dos sistemas adesivos foi realizada por um único operador segundo recomendações do fabricante (Tabela 4.1).

Metade dos 32 molares hígidos foram aleatoriamente selecionados e restaurados com o sistema adesivo Single Bond (3M ESPE, USA), à base de água/etanol (Figura 4.1). Os adesivos foram aplicados de forma convencional, segundo as recomendações do fabricante (Tabela 4.1) ou modificada. Na forma modificada, após o condicionamento ácido com ácido fosfórico, realizou-se a

aplicação de hipoclorito de sódio a 10% por 60 s, afim de remover as fibrilas de colágeno expostas pelo condicionamento ácido anterior. A outra metade dos dentes foram restauradas com o adesivo One-Step (Bisco, USA) (Figura 4.1) da mesma forma descrita para o Single Bond. A composição e a forma de utilização de cada sistema adesivo está apresentada na Tabela 4.1.

Figura 4.1- Sistemas adesivos One-Step (Bisco, EUA) e Single Bond (3M ESPE, EUA)

Nos grupos que foram restaurados de forma convencional (8 dentes para cada adesivo), foi realizado o condicionamento ácido, lavagem, secagem e a dentina foi umedecida de acordo com o padrão de umidade para cada um dos sistemas (REIS et al., 2003a). A seguir o sistema adesivo foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante (Tabela 4.1). Nos grupos que foram restaurados de forma modificada (8 dentes para cada adesivo), após o condicionamento ácido, as superfícies foram tratadas com duas gotas de solução de hipoclorito de sódio a 10% esfregando a superfície por 60 s para remoção do colágeno exposto pelo condicionamento (YAMAUTI et al., 2003). A seguir, as superfícies foram lavadas com água corrente por 15 s e o adesivo foi aplicado da mesma forma como nos grupos convencionais (Tabela 4.1).

Foram adicionadas três porções de resina composta Z-250 (3M ESPE, EUA) com cerca de 4,5 mm de altura, fotoativadas por 40 s cada porção com o aparelho VIP (Bisco, Schaumburg, IL, USA) com intensidade de luz de 600 mW/cm². Após o procedimento restaurador, os espécimes foram armazenados água destilada por 24 h a 37°C. Cada espécime foi colado com cera pegajosa a um dispositivo da máquina para corte de tecido duro Labcut 1010 (Extec, EUA) onde os espécimes foram submetidos a cortes seriados e perpendiculares à interface de união, com um disco de diamante (Labcut 1010 – Extec Corp, Enfield, CT, USA) de modo a obter corpos-de-prova (cps) na forma de palitos, com área de secção transversal de aproximadamente 0,8 mm² (Figura 4.2). Para controle da profundidade dentinária foi realizada a mensuração da espessura do remanescente dentinário (ERD) de cada cp com paquímetro digital com precisão de 0,01 mm (Absolute Digimatic, Mitutoyo, Tóquio, Japão).

Figura 4.2. Desenho esquemático do corpo-de-prova em forma de palito

O passo seguinte foi a divisão aleatória dos palitos provenientes do mesmo dente em dois diferentes grupos: 1) IM – os espécimes foram testados imediatamente após o corte; 2) 12M – 12 meses. Os cps deste último grupo foram testados após armazenagem em solução de azida sódica a 0,5% (Sigma Ultra, Lote

58H2504) por 12 meses. A solução de azida sódica a 0,5% (Sigma Ultra, Lote 58H2504) previne o crescimento bacteriano durante a armazenagem (BURROW et al., 1996). O pH das soluções nas quais os cps estiveram armazenados foi mensurado mensalmente. Caso verificada alteração do pH ($7 \pm 0,5$) a solução era trocada (KITASAKO et al., 2000).

4.3 Ensaio de resistência da união por microtração

Para esta parte do estudo, foram utilizados 5 dentes por condição experimental. Assim os palitos provenientes destes dentes foram colado com cola a base de cianocrilato (Zapit, DVA, USA), por suas extremidades à um paquímetro modificado para testes de microtração (BIANCHI, 1999) e adaptada a máquina de ensaios universal Kratos (Kratos Dinamômetros, Brasil), de maneira que as tensões ocorressem perpendicularmente à interface da colagem. Os cps foram submetidos a tensões de tração a uma velocidade de 0,5 mm/min. Para calcular a tensão de ruptura de cada cp em Mega Pascal (MPa), a área e seção transversal dos espécimes foi medida com um paquímetro digital (Absolute Digimatic, Mitutoyo, Japão) e convertida em cm^2 .

O modo de fratura de cada cp foi observado em Lupa Estereoscópica (aumento 2x) e classificado nos seguintes padrões de fratura: 1) adesiva (A); 2) coesiva (C) e; 3) adesiva mista (A/M).

Tabela 4.1 – Composição e forma de aplicação dos sistemas adesivos

Material/ Lote	Composição	Modo de aplicação
Single Bond 3M Espe (OEH)	1. Scotchbond – ácido fosfórico a 37% 2. Adesivo – Bis-GMA; HEMA; dimetacrilatos; copolímero de ácido polialquenoico; iniciador, água e álcool.	a, b, c, d, e, f, g
One Step Bisco (010007932)	1. Uni-Etch – ácido fosfórico a 32% 2. Adesivo – Bis-GMA; BPDM; HEMA, iniciador, acetona.	a, b, c, d, e, f, g
Z-250 3M Espe (FL293)	1. Matriz inorgânica: 60% em volume de zircônia/sílica com tamanho. médio das partículas 0,19 a 3,3µm 2. Matriz orgânica: Bis-GMA; UDMA, Bis-EMA.	h, i

a – condicionamento ácido (15 s); b – lavagem com jato água-ar (15 s); c – secagem com jato de ar (30 s); d – dentina umedecida com 1,5 µl de água para o Single Bond e 3,5 µl para o One-Step ; e – aplicação de duas camadas de adesivo sob agitação por 10 s cada; f – aplicação de jato de ar por 10 s à distância de 20 cm; g – fotoativação (600 mW/cm² por 10 s); h – três porções de resina composta; i - fotoativação (600 mW/cm² por 40 s cada porção).

4.4 Análise da penetração de nitrato nas interfaces adesivas em microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Foram utilizados para esta parte do estudo os 12 molares restantes, sendo 3 representativo de cada condição experimental. A região de dentina utilizada foi a face oclusal. Esta parte teve a finalidade de observar as interfaces de união entre os sistemas adesivos e a superfície de dentina através do MEV, imediatamente após seccionamento e após armazenamento em água por 12 meses. A superfície de dentina foi tratada com lixa de carbetto de silício (granulação 600) por 60 s para se obter uma superfície de dentina coberta com uma *smear layer* fina (TAY; PASHLEY,

2001). Ambos sistemas adesivos (SB e OS) foram aplicados em ambos grupos (convencional e modificada - hipoclorito de sódio a 10%) de acordo com a forma já descrita para o teste de microtração. Ao término, as unidades experimentais foram armazenadas por 24 h em água destilada a 37°C e seccionadas para o teste de microtração como descrito anteriormente e divididos em dois grupos para os diferentes períodos de armazenamento. Os corpos-de-prova, em seus respectivos períodos de armazenamento foram cobertos com duas camadas de verniz para unhas (YvesSaintLaurent cor vermelho), exceto 0,5 mm ao redor da interface de união (Figura 4.3). Após impermeabilização os cps foram imersos em solução de nitrato de prata (AgNO_3) (3mol/l) por 1 h em ambiente escuro. Após imersão no AgNO_3 , os cps foram lavados com água corrente durante 5 min e revelados por 12 h em solução reveladora (KODAK CAT, Lote 861 0248). Ao término deste período, os espécimes foram lavados por 2 min em água corrente e embutidos em resina epóxica. Seguiu-se então o polimento dos corpos-de-prova. Para tanto, empregou-se uma politriz Ecomet 3 (Buehler, EUA) com lixas de carbetto de silício, de granulações 1200, 2000, 2400 e 4000 (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). Ao término do polimento com lixas, os mesmos foram polidos em pano de feltro Ultrapad e Ultrapol (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) com pastas de diamante de granulação decrescente de 6, 3, 1 e 0,25 μm . A cada troca de abrasivos, os cps foram colocados em um recipiente de vidro com água deionizada em um aparelho de ultra-som (Thorton, INPEC Eletrônica Ltda., Vinhedo, São Paulo, Brasil), por 5 min, para que as vibrações geradas eliminassem os detritos produzidos pelo polimento. A seguir, os espécimes foram secos em temperatura ambiente, e logo depois mantidos por 24 h em condições de vácuo (aproximadamente 20 mbar) contendo sílica gel e cobertos

com uma fina camada de ouro para visualização em MEV (JSM T330A, JEOL Co., Tóquio, Japão) em aumentos de 1500x, 3000x e 5000x.

Figura 4.3 Desenho do corpo-de-prova coberto com esmalte unha antes de ser imerso em solução de nitrato de prata (3mol/l)

4.3 Análise dos dados da resistência de união

Como a frequência dos diferentes padrões de fratura pode estar relacionada com a resistência obtida sob os diferentes sistemas adesivos nas diferentes condições de umidade, utilizou-se um índice que conjuga os três tipos de fraturas na medida da resistência de união.

Para cada dente no respectivo tempo teste foi calculado um índice da resistência de união de acordo com a seguinte expressão:

Onde:

$$I_d = \frac{R_{A/M} \times n_{A/M} + R_{CD} \times n_{CD} + R_{CR} \times n_{CR} + R_P \times n_P}{n_{A/M} + n_{CD} + n_{CR} + n_P}$$

$R_{A/M}$ - média de resistência de união dos cps com fratura tipo A/M;

$n_{A/M}$ - número de cps com fratura tipo A/M;

R_{CD} - resistência coesiva da dentina;

n_{CD} - número de cps com fratura coesiva de dentina;

R_{CR} - resistência coesiva da resina;

n_{CR} - número de cps com fratura coesiva de resina;

R_P - valor médio da resistência de união atribuída aos cps perdidos durante o corte;

n_P - número de cps perdidos durante o corte.

O valor de R_{CR} e R_{CD} , foi uma constante e foi a média dos corpos-de-prova com este padrão de fratura para cada dente. O valor de resistência de união para os palitos perdidos (R_P) foi o valor médio entre zero e o menor valor de resistência de união aferido no estudo (REIS et al., 2003b). Os valores de área (mm^2) e de dentina remanescente (mm) foram analisados por um teste qui-quadrado ($p = 0,05$). Os valores de resistência de união foram submetidos a uma análise de variância de três fatores cruzados, sendo considerados os fatores Adesivos, Tratamento de superfície e Período de armazenagem com um nível de significância estabelecido em $p = 0,05$. A dependência dos valores obtidos para palitos provenientes do mesmo dente foi levada em consideração durante a análise estatística. Para comparação entre as médias, se aplicou o teste de Tukey ($p = 0,05$).

5 RESULTADOS

5.1 Ensaio de resistência da união por microtração

A espessura de dentina remanescente (EDR) para todos os cps foi de aproximadamente entre 3,3 e 3,6 mm, o que indica que a interface de união foi localizada na dentina média. A área de seção transversal média variou de 0,84 a 0,89 mm² e não foi detectada nenhuma diferença estatística entre os grupos de tratamento ($p > 0,05$). O pH das soluções armazenadas não variou ao longo do tempo ($\text{pH} = 7,1 \pm 0,1$).

A tabela 5.1 apresenta as médias de resistência de união para todos os grupos experimentais. Os valores de resistência de união foram submetidos a uma análise de variância de três fatores cruzados e não foi detectada nenhuma significância estatística para as triplas e duplas interações ($p > 0,05$). O fator principal Tratamento de superfície também não foi estatisticamente significativo ($p > 0,05$). A aplicação do hipoclorito de sódio não melhorou a média da resistência de união em ambos adesivos nos dois diferentes tempos de avaliação ($p > 0,05$).

Tabela 5.1 – Valores de resistência de união de todos os grupos experimentais do presente estudo

Hipoclorito de Sódio	Sem		Com	
Sistemas adesivos / Tempo	IM	12M	IM	12M
SB	47,7 ± 7,2	39,4 ± 14,1	41,0 ± 4,9	36,0 ± 8,5
OS	36,5 ± 9,2	29,4 ± 6,9	45,9 ± 6,8	23,5 ± 9,0

Um efeito significativo foi detectado para os fatores principais Sistema adesivo e Tempo de armazenamento na resistência de união à dentina ($p = 0,004$ e $p = 0,003$, respectivamente). A tabela 5.2 apresenta as médias e os respectivos desvios padrões para cada sistema adesivo. O adesivo OS apresentou menor valor de resistência de união quando comparado com o adesivo SB ($p < 0,05$).

Tabela 5.2 - Médias e desvios padrões (MPa) para cada sistema adesivo

Sistemas Adesivos	
Single Bond	One Step
42,3 ± 9,14	33,6 ± 11,6

Com respeito à longevidade da resistência de união, pode-se observar na tabela 5.3 que houve diferenças significativas na resistência de união após um período de 12 meses para ambos sistemas adesivos ($p > 0,05$), mostrando que

ambos materiais se degradaram ao longo do tempo independentemente da condição de Tratamento de superfície.

Tabela 5.3 - Médias e desvios padrões (MPa) para os dois diferentes tempos de armazenamento.

Período Testado	
Imediato	12 Meses
42,5 ± 8,7	33,3 ± 11,7

5.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da interface dentina-resina

Para ilustrar este capítulo foram selecionadas as micrografias mais representativas dos grupos experimentais obtidas através da observação no microscópio eletrônico de varredura.

Figura 5.1 – Interface de união do grupo One Step seguindo as recomendações do fabricante no tempo imediato. (a) aumento de 1500x; (b) aumento de 3000x; (c) aumento de 5000x. *R: resina; D: dentina; asteriscos: prolongamentos resinosos; seta branca: penetração da prata na camada híbrida (nanoinfiltração)*

Figura 5.2 – Interface de união do grupo One Step com hipoclorito de sódio no tempo imediato. (a) aumento de 1500x; (b) aumento de 3000 x; (c) aumento de 5000x. Asteriscos: prolongamentos resinosos; D: dentina; R: resina; seta branca: penetração da prata na camada híbrida (nanoinfiltração); seta preta microtag resinoso

A análise das Figuras 5.1 e 5.2 mostra claramente que o uso do hipoclorito de sódio juntamente com o adesivo One Step não foi capaz de prevenir a penetração de nitrato de prata na interface de união, mostrando que mesmo na ausência de fibrilas de colágeno, há uma infiltração monomérica defeituosa, principalmente na base da camada híbrida. Outro detalhe que pode-se observar nestas micrografias é que a espessura da camada híbrida + camada de adesivo no grupo de tratamento convencional

foi significativamente maior (Figura 5.1c) que àquela observada nos grupos onde houve desproteinização da dentina mineralizada (Figura 5.2c).

Figura 5.3 – Interface de união do grupo Single Bond convencional, sem tratamento com hipoclorito de sódio no tempo imediato. (a) aumento de 1500x; (b) aumento de 3000 x; (c) aumento de 5000x. Asteriscos: *prolongamentos resinosos*; D: *dentina*; R: *resina*; seta branca: *penetração da prata na camada híbrida (nanoinfiltração)*

Figura 5.4 - Interface de união do grupo Single Bond com tratamento com hipoclorito de sódio no tempo imediato. (a) aumento de 1500x; (b) aumento de 3000 x; (c) aumento de 5000x. Asteriscos: *prolongamentos resinosos*; D: *dentina*; R: *resina*; seta branca: *penetração da prata na camada híbrida (nanoinfiltração)*

A análise das Figuras 5.3 e 5.4 mostra claramente que o uso do hipoclorito de sódio juntamente com o adesivo Single Bond não foi capaz de prevenir a penetração de nitrato de prata na interface de união, da mesma forma que o observado para o adesivo One Step. Nenhuma diferença marcante foi observada no que se refere a espessura da camada híbrida para este adesivo (Figura 5.3c e 5.4c).

Figura 5.5 - Interface de união do grupo One Step convencional, sem hipoclorito de sódio após 12 meses de armazenamento em água. (a) aumento de 1500x; (b) aumento de 3000x; (c) aumento de 5000x. Asteriscos: *prolongamentos resinosos*; D: *dentina*; R: *resina*; seta branca: *penetração da prata na camada híbrida (nanoinfiltração)*; seta preta *microtag resinoso*

Figura 5.6 - Interface de união do grupo One Step com hipoclorito de sódio após 12 meses de armazenamento em água. (a) aumento de 1500x; (b) aumento de 3000 x; (c) aumento de 5000x. Asteriscos: *prolongamentos resinosos*; D: *dentina*; seta branca: *penetração da prata na camada híbrida (nanoinfiltração)*

A análise das Figuras 5.5 e 5.6 evidencia que após doze meses de imersão em água para o adesivo One Step com ou sem hipoclorito de sódio houve penetração de nitrato na interface de união. Porém esta penetração não foi restrita a base da camada híbrida como fora comumente observado nos grupos deste adesivo no tempo imediato. Observa-se penetração de nitrato de prata também dentro da camada de adesivo, principalmente para o grupo do One Step tratado com hipoclorito de sódio.

Figura 5.7 - Interface de união do grupo Single Bond convencional, sem tratamento com hipoclorito de sódio após 12 meses de armazenamento em água. (a) aumento de 1500x; (b) aumento de 3000 x; (c) aumento de 5000x. Asteriscos: *prolongamentos resinosos*; D: *dentina*; R: *resina*; seta branca: *penetração da prata na camada híbrida (nanoinfiltração)*

Figura 5.8 - Interface de união do grupo Single com hipoclorito de sódio após 12 meses de armazenamento em água. (a) aumento de 1500x; (b) aumento de 3000 x; (c) aumento de 5000x. Asteriscos: prolongamentos resinosos; D: dentina; R: resina; seta branca: penetração da prata na camada híbrida (nanoinfiltração)

Achados semelhantes ao adesivo One Step após 12 meses de armazenamento foram encontrados para o adesivo Single Bond no mesmo período (Figuras 5.7 e 5.8). Houve penetração de nitrato na interface de união tanto na camada híbrida quanto na camada de adesivo independentemente do tipo de tratamento de superfície (com ou sem hipoclorito de sódio).

6 DISCUSSÃO

Estudos clínicos de longo prazo são considerados como os métodos mais efetivos para a avaliação da eficiência de materiais restauradores. Entretanto, devido ao tempo e custos envolvidos, acabam sendo muitas vezes quase impraticáveis. Portanto, tendo em vista tais limitações e o constante surgimento de diferentes materiais e técnicas, torna-se necessário e de grande utilidade o desenvolvimento de estudos laboratoriais, como os testes de tração, microtração, cisalhamento, microcisalhamento, infiltração ou nanoinfiltração marginal, sendo estes métodos amplamente utilizados na pesquisa odontológica (GUZMAN-ARMSTRONG; ARMSTRONG; QUIAN, 2003).

Uma boa adesão inicial dos materiais restauradores ao substrato dental é muito importante principalmente para contrapor os efeitos da contração de polimerização da resina composta. Porém, é de igual importância estudar os efeitos da magnitude da adesão em função do tempo, como forma de prever o comportamento das restaurações adesivas em função na cavidade bucal com o passar do tempo (GALE; DARVELL, 1999). Um bom resultado imediato não garante sua efetividade em longo prazo, e alguns sistemas adesivos apresentam diminuição significativa de sua resistência de união após armazenamento em água (DE MUNCK et al., 2005). Em estudos clínicos de longa duração, ou seja, estudos *in vivo*, é muito difícil estabelecer as causas da falha, devido à interação de múltiplos fatores envolvidos no envelhecimento da restauração (DE MUNCK et al., 2005).

A atual preocupação dos pesquisadores é alcançar uma adesão efetiva e durável dos materiais restauradores à estrutura dental. Diversas alternativas clínicas e técnicas restauradoras têm sido propostas na tentativa de atingir este objetivo. Porém, isto ainda é fruto atual de pesquisas. Um dos aspectos que vem sendo questionado é sobre o papel das fibrilas de colágeno, expostas pelo condicionamento ácido, na adesão de sistemas adesivos à dentina.

Alguns autores relatam que o colágeno dentinário não oferece contribuição quantitativa direta para a resistência de adesão interfacial (GWINNETT, 1994a; GWINNETT et al., 1996) podendo até, interferir negativamente devido à sua frágil estrutura após o condicionamento ácido (INABA et al., 1995; TOLEDANO et al., 2002; VARGAS; COBB; ARMSTRONG, 1997).

Enquanto o condicionamento ácido somente remove a hidroxiapatita e expõe a rede intertubular de colágeno hidratado, a posterior desproteinização da dentina desmineralizada com hipoclorito de sódio, remove o colágeno e expõe vários túbulos secundários laterais que não são usualmente observados nas superfícies condicionadas em dentina sem tratamento com hipoclorito de sódio (INAI et al., 1998). Desta forma o uso do hipoclorito de sódio após o condicionamento ácido cria uma estrutura dentinária mais porosa com múltiplas irregularidades, ricas em cristais de hidroxiapatita e com um alto molhamento, sendo similar à do esmalte condicionado com ácido fosfórico (TOLEDANO et al., 1999). Isto facilita o acesso dos monômeros resinosos a um substrato mais permeável (INABA et al., 1995) e pode segundo alguns autores promover aumento da longevidade das restaurações (HASHIMOTO et al., 2000).

O hipoclorito de sódio, apesar de ser uma solução cáustica e tóxica em contato direto com mucosas e tecido conjuntivo, não é danoso em contato com a

dentina, até mesmo em cavidades muito profundas (TANAKA; NAKAI, 1993), assim após sua ação sobre a matéria orgânica, o hipoclorito de sódio é totalmente inativado, tendo como produtos a formação de íons de sódio e cloro, os quais são inócuos para os organismos vivos (MOORER; WESSELINK, 1982).

Os estudos encontrados na literatura variam a concentração e tempo de aplicação do hipoclorito de sódio sobre a dentina. Concentrações de 1,3% (CHERSONI et al., 1998) a 13% (INAI et al., 1998) e tempos de aplicação de 5 s (MARSHALL et al., 2001) a 6 h (YOSHIDA et al., 2004) já foram relatados na literatura. Porém, os parâmetros mais comumente empregados são: concentração de 10% durante 60 s (PERDIGÃO et al., 2000; PIMENTA et al., 2004; REIS et al., 2000; SABOIA; PIMENTA; AMBROSANO, 2002; SABOIA et al., 2006; UCEDA-GÓMEZ et al., 2003) e 5% durante 120 s (CHERSONI et al., 2004; FERRARI et al., 2000; KANCA; SANDRIK, 1998; PERDIGÃO et al., 1999; TOLEDANO et al., 2000; TOLEDANO et al., 2002; VARGAS; COBB; ARMSTRONG, 1997).

Neste estudo utilizou-se a concentração de hipoclorito de sódio a 10% por um tempo de 60 s, em concordância com inúmeros estudos de resistência adesiva encontrados na literatura (REIS et al., 2000; PERDIGÃO et al., 2000; UCEDA-GÓMEZ et al., 2003; PIMENTA et al., 2004, SABOIA; PIMENTA; AMBROSANO, 2002; SABOIA et al., 2006).

Os resultados de nosso estudo demonstraram que valores similares de resistência de união podem ser alcançados independentemente de se realizar um tratamento adicional da superfície dentinária desmineralizada. A literatura nesse assunto ainda é controversa. Os resultados de nosso estudo não estão de acordo com os resultados de outros autores que relatam altos valores de resistência de união à dentina, quando se utiliza o hipoclorito de sódio a 10% (GWINNETT, 1994a;

KANCA; SANDRIK, 1998; REIS et al., 2000; WAKABAYASHI et al., 1994). Por outro lado, outros pesquisadores demonstraram baixos valores de resistência de união em dentina (FRANKENBERGER et al., 2000; PERDIGÃO et al., 2000; UCEDA-GÓMEZ et al., 2003; YOSHIDA et al., 2004), independente dos diferentes tipos de solventes presentes nos sistemas adesivos (acetona, água ou etanol). Outros grupos de pesquisadores demonstraram que o tratamento de desmineralização da dentina com NaOCl é dependente do sistema adesivo empregado (DE CASTRO; HARA; PIMENTA, 2000; MUNKSGAARD, 2002; PRATI; CHERSONI; PASHLEY, 1999), ou seja, este tratamento não pode ser generalizado para qualquer material presente no mercado. Porém, é importante ressaltar que diferenças na metodologia de aplicação dos sistemas adesivos e das porcentagens e duração da aplicação do hipoclorito de sódio podem acarretar nas diferenças observadas entre os estudos.

O hipoclorito de sódio, além de remover as fibrilas de colágeno expostas na dentina condicionada, também deixa solúveis as fibrilas existentes na matriz mineralizada subjacente, criando porosidades submicrométricas na fase mineral. Assim segundo Prati, Chersoni e Pashley (1999) a ação dos agentes adesivos sobre as superfícies de dentina resultaria na formação de uma camada híbrida reversa. Estas incongruências na literatura evitam o uso generalizado desta técnica, já que o conhecimento do desempenho clínico e funcional desta técnica ainda é insuficiente.

Por ser um agente proteolítico não-específico, o hipoclorito de sódio é capaz de dissolver a matéria orgânica da dentina – formada principalmente por fibras colágenas do tipo I – por meio da fragmentação severa da longa cadeia peptídica do colágeno pelo cloro, transformando os terminais de proteínas em cloraminas, as quais são, por sua vez, transformadas em fragmentos cada vez menores (DI RENZO et al., 2001; INABA et al., 1995).

Sabe-se que a impregnação dos monômeros resinosos dos sistemas adesivos diminui do topo até o fundo da camada híbrida quando aplicados convencionalmente seguindo a técnica de adesão úmida (SPENCER et al., 2000; MIYASAKI; ONOSE; MOORE, 2002). Isto significa que nas regiões mais profundas da camada híbrida há uma concentração maior de fibrilas de colágeno não-encapsuladas pelo polímero do adesivo, que pode ser exposta à degradação enzimática e hidrolítica ao longo do tempo (SANO et al., 1995; HASHIMOTO et al. 2000; CARRILHO et al., 2007). O espaço em torno das fibrilas expostas de colágeno permite a penetração de ácidos, dos metabólitos bacterianos e da água, e pode assim acelerar a degradação da interface adesiva.

Yamauti et al. (2003) e Yoshida et al. (2004) demonstraram uma deterioração na resistência de união para um adesivo convencional simplificado (*total-etch*) quando as interfaces de união do material com a dentina foram armazenados em solução de hipoclorito de sódio a 10% por 1 a 5 horas. De acordo com os autores, esta deterioração adesiva foi resultado da desproteínização, causada pelo NaOCl, da zona basal da camada híbrida, que é rica em colágeno não encapsulado pelo adesivos.

Baseado nisso, o rompimento destas fibrilas de colágeno expostas passou a ser considerado como parcialmente responsável pela degradação da adesão à dentina, como relatada pela literatura (HASHIMOTO et al., 2000; HASHIMOTO et al., 2003). Posteriormente Pashley et al. (2004) mostraram que a degradação do colágeno acontece ao longo do tempo, através da ação colagenolítica de proteases endógenas – genericamente conhecidas como metaloproteinases (MMPs), que são liberados lentamente ao longo do tempo, mesmo na ausência das bactérias. Ao contrário do etileno-diamineo-tetra-acetato (EDTA) que condiciona e também inibe a

ação de MMPs, o condicionamento com ácido fosfórico não inibe a atividade de MMPs (CARVALHO et al., 2000; OSORIO et al., 2005).

Tay, Pashley e Yoshiyama (2002) encontraram depósitos de prata dentro da camada híbrida formada por sistemas adesivos autocondicionantes. Os autores explicaram tal observação, devido às regiões de aumentada permeabilidade dentro da matriz resinosa polimerizada, que permitem alto fluxo de fluídos e acelerariam a sorção de água e a extração de monômeros degradados ou não-polimerizados. Na realidade, isto pode explicar a degradação da resistência de união que ocorreu nos grupos adesivos submetidos ao tratamento convencional, pois as superfícies tratadas com hipoclorito de sódio parecem estar livres das fibrilas de colágeno frouxos (VARGAS; COBB; ARMSTRONG, 1997; KANCA; SANDRIK, 1998; PERDIGÃO et al., 1999).

Por outro lado, isto não explica a degradação dos grupos tratados com NaOCl após 12 meses do armazenamento na água. Uma redução significativa da resistência de união da união à dentina ocorreu também nos grupos tratados com NaOCl, como demonstrado também em um estudo precedente (PIMENTA et al., 2004).

Perdigão et al. (2000) observaram em Microscopia Eletrônica de Transmissão que para o sistema adesivo Single Bond a aparência geral da camada híbrida permaneceu inalterada, independente do tempo de desproteinização. A aplicação do NaOCl a 10% por 60 s resultou na ausência de um arranjo fibrilar e presença de uma camada amorfa, provavelmente formada por colágeno gelatinizado. Os autores concluíram que a integridade das fibrilas colágenas expostas exercem um papel fundamental no mecanismo de adesão para os sistemas adesivos testados. Isto é uma informação interessante de mencionar, pois pode-se observar nas figuras

obtidas por MEV no presente estudo, que há uma marcante penetração da prata na interface adesiva principalmente dos grupos restaurados com Single Bond.

Existe uma desvantagem dos sistemas muito hidrofílicos, devido ao fato destes sistemas possuírem uma grande capacidade de absorver e atrair água, difundindo-a pela camada de adesivo. Segundo Jacobsen e Soderholm (1995), a água inibe a polimerização da resina, além de plastificar os polímeros já formados (BASTIOLI; ROMANO; MIGLIARESI, 1990), diminuindo as propriedades mecânicas da camada do adesivo (SODERHOLM, 1984). Os monômeros hidrofílicos tendem a se agrupar antes da polimerização do adesivo em forma de glóbulos ou bolhas como se fossem domínios hidrofílicos (SPENCER; WANG, 2002).

Em um estudo foi observado a hidrofilicidade dos adesivos autocondicionantes de um passo, onde também há formação de canais microscópicos preenchidos por água, mais conhecidos como (*water-trees*), no interior da camada de adesivo, resultantes da umidade absorvida da dentina normalmente hidratada ou do aprisionamento da água contida na própria composição do adesivo e que é dificilmente removida antes da sua polimerização (TAY; PASHLEY; YOSHIYAMA, 2002). Sano et al. (1999) em um trabalho *in vivo* observou que houve um aumento na degradação da interface resina-dentina de restaurações classe V após um ano de estresse oclusal.

Posteriormente, em um estudo de nanoinfiltração realizado por Tay et al. (2003), os autores observaram após 24 h a presença de grãos de prata dentro da camada híbrida nos locais onde houve uma incompleta infiltração da resina. Após 6 e 12 meses de armazenamento, houve uma maior penetração de íons de prata que aumentaram de tamanho e densidade. Os autores especularam que a absorção da água poderia preceder à degradação hidrolítica. A expansão da resina dentro da

camada híbrida, causada pela absorção da água, parece começar na zona mais basal desta camada e ir aproximando-se lentamente da interface com o material restaurador.

Assim, como relatado na literatura, sabe-se que polímeros altamente hidrofílicos, como os adesivos simplificados utilizados neste estudo, funcionam como membranas permeáveis que permitem o movimento de água através de sua espessura, mesmo após polimerizados (Tay et al., 2004a, 2004b).

De acordo com os estudos de Lai et al. (2001) e Yiu et al. (2004), a diminuição dos valores de resistência de união, após o tratamento da dentina com NaOCl, não poderia ser atribuída apenas à desproteinização incompleta, como também à mudanças no potencial de oxi-redução dos substratos, devido à ação oxidante desta substância química. Além disto, o tratamento com hipoclorito de sódio pode deixar oxigênio residual na estrutura dentinária, e este por ser inibidor da polimerização de resina composta poderia ocasionar polimerização incompleta dos monômeros resinosos, o que explicaria o comprometimento dos valores de resistência de união quando este tratamento é realizado. Confirmando esta hipótese, alguns autores observaram maiores valores da resistência de união após a aplicação do ascorbato de sódio (efetivo agente neutralizador) na dentina desproteinizada.

A ausência das fibrilas de colágeno expostas nos grupos onde foi aplicado hipoclorito de sódio sugere que o polímero dos adesivos formado após a fotoativação poderia ser degradado ao longo dos 12 meses de armazenamento, já que as resinas hidrofílicas, tais como àquelas que compõem os adesivos atuais, são altamente propensas a serem hidrolisadas pela água (BURROW; INOKOSHI; TAGAMI, 1999).

No presente trabalho, todos os adesivos usados contêm quantidades significativas de monômeros hidrofílicos. Assim, a absorção da água ao longo da camada de adesivo pode ser considerada como um contribuinte para redução da resistência de união (CARRILHO et al., 2004). Além disso, a falha em remover toda a água residual nas regiões mais profundas da dentina desmineralizada e desproteinizada induz a formação de cadeias poliméricas com baixo grau de conversão e ligações cruzadas (PAUL et al., 1999), que poderia tornar esta interface o elo mais fraco da união.

Isto foi comprovado cientificamente através da imersão de espécimes de adesivo em água. Adesivos dentinários relativamente hidrofílicos mostraram uma redução de 30% a 40% nas suas propriedades mecânicas quando armazenados na água por períodos de 3 a 6 meses (CARRILHO et al., 2004), devido ao efeito de plasticidade da água nas propriedades mecânicas das resinas (FERRACANE; HOPKIN; CONDON, 1995). A absorção da água reduz as forças de fricção entre as cadeias do polímero, causando uma diminuição de suas propriedades mecânicas (SODERHOLM, 1984).

Uno e Finger (1995), apesar de encontrar bons valores de resistência de união de adesivos à dentina quando utilizou o hipoclorito de sódio como agente desproteinizante, observaram que a adaptação marginal piorou. Segundo os autores, isto se deve ao fato da camada híbrida atuar como um coxim elástico, capaz de absorver parte das tensões geradas pela contração de polimerização da resina, já que apresenta um módulo de elasticidade intermediário entre a dentina mineralizada e a resina composta. Assim os autores concluíram que o risco de microinfiltração não poderia ser minimizado com o uso desta técnica de desproteinização. Tais suspeitas ganharam maior credibilidade em um estudo *in*

vivo, no qual uma maior microinfiltração foi associada com o uso de hipoclorito de sódio (VICHI; FERRARI; DAVIDSON, 1997).

O uso do hipoclorito de sódio representa um passo extra entre os diversos passos críticos de adesão à dentina, além disto, o emprego desta substância não assegura desempenho superior ao tratamento convencional (FERRARI et al., 2000; SABOIA; PIMENTA; AMBROSANO, 2002; TORRES; DE ARAUJO; TORRES, 2004). Por exemplo, Ferrari et al. (2000) conduziu um estudo *in vivo/in vitro*, e avaliou a eficiência da aplicação de NaOCl na microinfiltração das margens oclusal e cervical das restaurações, após 60 e 90 dias de função clínica. Os autores observaram que o melhor selamento marginal foi observado nas cavidades não tratadas com hipoclorito de sódio.

Por outro lado, Saboia et al. (2006) estudaram o comportamento clínico (*in vivo*) de dois sistemas adesivos à base de água-etanol e acetona (Single Bond e Prime & Bond 2.1, respectivamente) sobre lesões cervicais não cariosas tratados com e sem hipoclorito de sódio a 10 % após o condicionamento ácido. A análise estatística não revelou nenhuma diferença significativa em qualquer um dos grupos tanto após o primeiro quanto após o segundo ano em função, observando que a infiltração marginal foi mínima.

No estudo de Gregoire, Akon e Millas (2002), foi demonstrado que a utilização dos sistemas adesivos à base de acetona aplicados após o condicionamento ácido à dentina, resultaram em uma camada híbrida contínua e densa, com prolongamentos resinosos em forma de cone invertido e em contato próximo às paredes dentinárias. A utilização de sistemas adesivos à base de água resultou em uma camada híbrida mais fina com alguns túbulos dentinários incompletamente selados. Quando

aplicado o NaOCl ao 10% aumenta a microinfiltração na dentina marginal, dependendo do sistema adesivo utilizado (SHINOHARA et al., 2004).

Parece coerente afirmar, diante aos resultados obtidos em nosso estudo e com base na literatura consultada, que a desproteinização da dentina com hipoclorito de sódio é um procedimento desnecessário, desde que a técnica adesiva seja realizada de forma correta. Ainda, a técnica de desproteinização deve ser estudada com maior profundidade, devido às dúvidas geradas pelas inúmeras controvérsias encontradas na literatura com relação à ação do hipoclorito de sódio sobre a superfície dentinária e a influência do tipo de sistema adesivo utilizado. Conseqüentemente, o uso desta técnica deve ser evitado em uma base clínica, porque não há suficiente evidência de sua completa eficácia.

7 CONCLUSÃO

Os resultados obtidos permitiram-nos concluir que:

7.1 A resistência de união foi influenciada apenas pelo sistema adesivo. O sistema adesivo One Step (solvente à base de acetona) apresentou os menores valores de resistência de união quando comparado com o sistema adesivo Single Bond (solvente à base de água-álcool).

7.2 A aplicação de hipoclorito de sódio a 10% durante 60 segundos após condicionamento ácido da dentina, não melhorou a média da resistência de união em ambos adesivos (Single Bond e One Step), independentemente do tempo (imediatamente ou após 12 meses) em que foram testados.

7.3 Os valores de resistência de união diminuíram para todos os grupos testados após 12 meses de armazenamento.

REFERÊNCIAS¹

Anusavice KJ. Philips-Materiais Dentários. 10 ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 1998. 180p.

Armstrong SR; Boyer DB; Keller JC. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesive. Dent Mater 1998;14:44-50.

Bastioli C, Romano G, Migliaresi C. Water sorption and mechanical properties of dental composites. Biomaterials 1990;11(3):219-23.

Baratieri LN, Monteiro Junior S, Andrada MAC, Vieira LCC, Ritter AC, Cardoso AC. Odontologia restauradora: fundamento e possibilidades. 1ª ed. São Paulo: Livraria Santos; 2001.

Barbosa SV, Safavi KE, Spangberg LSW. Influence of sodium hypochlorite on the permeability and structure of cervical human dentine. Int Endod J 1994;27(x):309-12.

Barbosa de Souza F, Silva CH, Guenka Palma DR, Sincler DC, Carneiro de Souza BL. Bonding performance of different adhesive systems to deproteinized dentin: microtensile bond strength and scanning electron microscopy. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2005;75(1):158-67.

Bhaskar SN. Histologia e embriologia oral de Orban. São Paulo: Editora Artes Médicas; 1989.

Bianchi J. Estudo sobre a resistência à microtração em função das dimensões, modo de preensão e formato do corpo-de-prova [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 1999.

Bowen RL. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues, V. the effect of a surface active comonomer on adhesion to diverse substracts. J Dent Res 1965;44(6):1369-76.

Bowen RL. Use of epoxy resin in restorative materials. J Dent Res 1956;35(3):360-9.

¹ De acordo com Estilo Vancouver. Abreviatura de periódicos segundo base de dados MEDLINE.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res 1955;34(6):849-53.

Buonocore MG, Rochester NY. Principles of adhesion retention and adhesive restorative materials. J Am Dent Assoc 1963;67:382-91.

Buonocore MG, Wileman W, Brudevold F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. J Dent Res 1956;35(6):846-51.

Burrow MF, Inokoshi S, Tagami J. Water sorption of several bonding resins. Am J Dent 1999;12(6):295-8.

Burrow MF, Satoh M, Tagami J. Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. Dent Mater 1996;12(5):302-7.

Burrow MF, Nikaido T, Stoh M, Tagami J. Early bonding of resin cements to dentin-effect of bonding environment. Operative dent 1996;21:196-202.

Butler WT, Richardson WS. Bioquímica das proteínas do dente. In: Menaker L, Morhart RE, Navia JM. Cáries dentárias – bases biológicas. 1. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan ; 1984. 150-69.

Camps J, Pashley DH. Buffering action of human dentin in vitro. J Adhes Dent 2000 Spring;2(1):39-50.

Carrilho MRO, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. Am J Dent 2004;17(2):482-490.

Carrilho MRO, Tay FR, Pashley DH, Tjaderhane L, Carvalho RM. Mechanical stability of resin-dentin bond components. Dent Mater 2005;21:232-41.

Carrilho MR, Geraldeli S, Tay F, de Goes MF, Carvalho RM, Tjaderhane L, et al. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. J Dent Res 2007;86:529-33.

Carvalho RM, Brewer PD, Pashley DH. Dimensional changes of demineralized human dentine during preparation for scanning electron microscopy. *Arch Oral Biol* 1996;41:379-86.

Carvalho RM, Yoshiyama M, Pashley EL, Pashley DH. In vitro study on the dimensional changes on human dentine after demineralization. *Arch Oral Biol* 1996;41:369-77.

Carvalho RM, Carrilho MRO, Pereira LCG, Garcia FCP, Marquezini Jr L, Andrade e Silva SM, et al. Sistemas adesivos: fundamentos para a compreensão de sua aplicação e desempenho clínico. *Biodonto* 2004;2:1-85.

Chersoni S, Prati C, Montanari G, Mongiorgi R. Effect of dentin treatment on bond strength [abstract 1062]. *J Dent Rest* 1998;77:238.

Chersoni S, Suppa P, Breschi L, Ferrari M, Tay FR, Pashley DH, et al. Water movement in the hybrid layer after different dentin treatments. *Dent Mater* 2004;20(9):796-803.

Cohen S, Burns RC. *Pathways of the pulp*. 7^a. Ed. St. Louis: Mosby; 1998.

De Castro AK, Hara AT, Pimenta LA. Influence of collagen removal on shear bond strength of one-bottle adhesive systems in dentin. *J Adhes Dent* 2000;2(4) 271-7.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 2005;84(2):118-32.

De Munck J, Ermis RB, Koshiro K, Inoue S, Ikeda T, Sano H, et al. NaOCl degradation of a HEMA-free all-in-one adhesive bonded to enamel and dentin following two air-blowing techniques. *J Dent* 2007;35(1):74-83.

De Wald JP. The use of extracted teeth for in vitro bonding studies: a review of infection control considerations. *Dent Mater* 1997;13:74-81.

Di Renzo, Ellis TH, Sacher E, Stangel I. A photoacoustic FTIRS study of the chemical modifications of human dentin surfaces: II. Deproteinização. *Biomaterials* 2001;22(8):793-7.

Ferracane JL, Hopkin JK, Condon JR. Properties of heat-treated composites after aging in water. *Dent Mater* 1995;11(6):354-8.

Ferrari M, Mason PN, Vichi A, Davidson CL. Role of hybridization on marginal leakage and bond strength. *Am J Dent* 2000;13(6):329-36.

Frankenberger R, Kramer N, Oberschachtsiek H, Petschelt A. Dentin bond strength and marginal adaption after NaOCl pre-treatment. *Oper Dent*. 2000;25(1):40-5.

Fusayama T, Nakamura M, Kurosahi N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res* 1979;58:1364-70.

Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999;27(2):89-99.

Garone Netto N. Introdução à dentística restauradora. In: Garone Netto N, editor. *Dentística*. São Paulo: Artes Médicas; 2003. p. 195-215.

Gregoire GL, Akon BA, Millas A. Interfacial micromorphological differences in hybrid layer formation between water-and solved-based dentin bonding systems. 2002;87:633-41.

Grossman LI, Meiman BW. Solution of pulp tissue by chemical agents. *J Am Dent Assoc* 1941;28:223.

Guzman-Armstrong S, Armstrong SR, Quian F. Relationship between nanoleakage and microtensile bond strength at the resin-dentin interface. *Oper Dent* 2003;28(1):60-6.

Gwinnett AJ. Altered tissue contribution to interfacial bond strength with acid conditioned dentin. *Am J Dent* 1994a;7(5):243-6.

Gwinnett AJ. Dentin bond strengths after air-drying are re-wetting. *Am J Dent* 1994b;7:144-9.

Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 1992;5:127-9.

Gwinnett AJ, Tay FR, Pang KM, Wei SH. Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. *Am J Dent* 1996;9(4):140-4.

Hand RE, Smith ML, Harrison JW. Analysis of the effect of dilution on the necrotic tissue dissolution property of sodium hypochlorite. *J Endod* 1978;4(2):60-4.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Ogushi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 2000;79(6):1385-91.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Ogushi H. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials* 2003a;24(21):3795-803.

Hashimoto M, Tay FR, Ohno H, Sano H, Kaga M, Yiu C, et al. SEM and TEM analysis of water degradation of human dentinal collagen. *J Appl Biomater* 2003b; 66B:287-97.

Hayashi Y. Review: High resolution electron microscopy in the dentin-enamel junction. *J Electron Microsc* 1992;41(5):387-91.

Inaba D, Duschner H, Jongebloed W, Odelius H, Takagi O, Arends J. The effects of a sodium hypochlorite treatment on demineralized root dentin. *Eur J Oral Sci* 1995;103:368-74.

Inai N, Kanemura N, Tagami J, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW. Adhesion between collagen depleted dentin and dentin adhesives. *Am J Dent* 1998;11(3):123-7.

Jacobsen T, Soderholm KJ. Some effect of water on dentin bonding. *Dent Mater* 1995;11(2):132-6.

Kanca J, Sandrik J. Bonding to dentin. Clues to the mechanism of adhesion. *Am J Dent* 1998;11(4):154-9.

Kanca III J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent* 1992;5:213-5.

Katchburian E, Arana V. *Histologia e embriologia oral: texto-atlas-correlações clínicas*. 1. ed. Bogotá: Panamericana; 1999. 381p.

Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage on dentin bond durability of resin cement. *Dent Mater* 2000;16(1):1-6.

Lai SC, Mak YF, Cheung GS, Osorio R, Toledano M, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Reversal of compromised bonding to oxidized etched dentin. *J Dent Res* 2001;80(10):1919-24.

Li H, Burrow MF, Tyas MJ. Nanoleakage of cervical restorations of four dentin bonding systems. *J Adhes Dent* 2000;2(1):57-65.

Li H, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of concentration and pH of silver nitrate solution on nanoleakage. *J Adhes Dent* 2003;5:19-25.

Loguercio AD, Uceda-Gómez N, Carrilho MRO, Reis A. Influence of specimen size and regional variation on long-term resin-dentin bond strength. *Dent Mater* 2005;21(3):224-31.

Marshall GW Jr. Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int* 1993;24(9):606-17.

Marshall GW Jr, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent* 1997;25(6):441-58.

Marshall GW Jr, Yücel N, Balooch M, Kinney JH, Habelitz S, Marshall SJ. Sodium hypochlorite alterations of dentin and dentin collagen. *Surface Sci* 2001;491:444-55.

Miyasaki M, Onose H, Moore BK. Analysis of the dentin-resin interface by use of laser Raman spectroscopy. *Dent Mater* 2002;18(8):576-80.

Mjör IA, Fejerskov O. *Embriologia e histologia oral humana*. São Paulo: Ed. Panamericana, 1990.

Moorer WR, Wesselink PR. Factors promoting the tissue dissolving capability of sodium hypochlorite. *Int Endod J* 1982;15:187-96.

Munksgaard EC. Wet or dry, normal or deproteinized dentin surfaces as substrate for dentin adhesives. *Acta Odontol Scand* 2002;60(1):60-64.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16:265-73.

Nakajima M, Kanemura N, Pereira PNR, Tagami J, Pashley DH. Comparative microtensile bond strength and SEM analysis of bonding to wet and dry dentin. *Am J Dent* 2000;13(6):324-8.

Nakamura H, Asai K, Fujita H, Nakazato H, Nishimura Y, Furuse Y, et al. The solvent action of sodium hypochlorite on bovine tendon collagen, bovine pulp and bovine gingival. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 1985;60(3):322-6.

Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, et al. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater* 2002 May;18(3):269-75.

Okuda M, Pereira PN, Nakajima M, Tagami J. Relationship between nanoleakage and long-term durability of dentin bonds. *Oper Dent* 2001;26(5):482-90.

Okuda M, Pereira PNR, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of resin dentin interface nanoleakage vs. microtensile bond strength. *Oper Dent* 2002;27:289-96.

Osorio R, Erhardt MC, Pimenta LA, Osorio E, Toledano M. EDTA treatment improves resin-dentin bonds' resistance to degradation. *J Dent Res* 2005;84(3):736-40.

Pashley DH. Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent Suppl* 1984;3 Suppl:13-29.

Pashley DH, Andriga HJ, Derkson GD, Kalathoor SR. Regional variability in the permeability of human dentine. *Arch Oral Biol* 1987;32(7):519-23.

Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 2004;83(3):216-21.

Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent* 1999; 27:209-14.

Perdigão J, Lopes M. Dentin bonding--question for the new millennium. *J Adhes Dent* 1999;1(3):191-209.

Perdigão J, Thompson JY, Toledano M, Osorio R. An ultra-morphological characterization of collagen-depleted etched dentin. *Am J Dent* 1999;12:250-5.

Perdigão J, Lopes M, Geraldeli S, Lopes GC, Garcia-Godoy F. Effect of a sodium hypochlorite gel on dentin bonding. *Dent Mater* 2000;16(5):311-23.

Peumans, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials. *Dent Mater* 2005;21:864-81.

Pimenta LA, Amaral CM, Bedran de Castro AK, Ritter AV. Stability of dentin bond strengths using different bonding techniques after 12 months: total-etch, deproteinization and self-etching. *Oper Dent* 2004;29(5):592-8.

Pioch T, Kobaslija S, Huseinbegovic A, Müller K, Dörfer CE. The effect of NaOCl treatment on nanoleakage formation. *J Biomed Mater Res* 2001;56(4):578-83.

Prati C, Pashley DH. Dentin wetness permeability and thickness and bond strength of adhesive systems. *Am J Dent* 1992;5:54-8.

Prati C, Chersoni S, Pashley DH. Effect of removal of surface collagen fibrils on resin – dentin bonding. *Dent Mater* 1999;15(5):323-31.

Reis A, Bozzo A, Bocangel JS, Kraul A, Matson E. Influência do colágeno na resistência de união à dentina úmida e seca. *RPG* 2000;7(2):133-9.

Reis A, Loguercio AD, Azevedo CLN, Carvalho RM, Singer JM, Grande RHM. Moisture spectrum of demineralized dentin for different solvent based adhesive system. *J Adhes Dent* 2003a;5:183-92.

Reis A, Loguercio AD, Carvalho RM, Grande RH. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. *Dent Mater* 2004;20(7):669-76.

Reis A, Grandi V, Carlotto L, Bortoli G, Patzlaff R, Rodrigues Accorinte ML, et al. Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin. *J Dent* 2005;33:549-59.

Saboia VP, Pimenta LA, Ambrosano GM. Effect of collagen removal on microleakage of resin composite restorations. *Oper Dent* 2002;27(1):38-43.

Saboia VP, Rodrigues AL, Pimenta LA. Effect of collagen removal on shear bond strength of two single-bottle adhesive systems. *Oper Dent* 2000;25(5):395-400.

Saboia VP, Almeida PC, Rittet AV, Swift EJ Jr, Pimenta LA. 2-year Clinical evaluation of sodium hypochlorite treatment in the restoration of non-carious cervical lesions: a pilot study. *Oper Dent* 2006;31(5):530-5.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Russell CM, Pashley DH. Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. *J Dent Res* 1995;74(4):1679-88.

Sano H, Yoshikawa T, Pereira PNR, Kanemura N, Morigami N, Tagami J, et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res* 1999;78(4):906-911.

Shinohara MS, Bendran-de-Castro AKB, Amaral CM, Pimenta LAFI. The Effect of sodium hypochlorite on microleakage of composite resin restorations using three adhesive systems. *J Adhes Dent* 2004;6:123-7.

Soderholm KJ. Water sorption in a bis(GMA)/TEGDMA resin. *J Biomed Mater Res* 1984;18(3):271-9.

Spencer P, Wang Y. Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. *J Biomed Mater Res* 2002;62(3):447-56.

Spencer P, Wang Y, Walker MP, Wieliczka DM, Swafford JR. Interfacial chemistry of the dentin/adhesive bond. *J Dent Res* 2000;79(7):1458-63.

Spencer P, Swafford JR. Unprotected protein at the dentin-adhesive interface. *Quintessence Int* 1999;30:501-7.

Swift EJ Jr, Perdigão J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art. *Quintessence Int* 1995;26(2):95-110.

Swift EJ Jr, Perdigao J, Wilder AD Jr, Heymann HO, Sturdevant JR, Bayne SC. Clinical evaluation of two one-bottle dentin adhesives at three years. *J Am Dent Assoc* 2001;132:1117-23.

Tanaka J, Nakai H. Application of root canal cleaning agents having dissolving abilities of collagen to the surface treatment for enhance bonding of resin to dentin. *Dent Mater* 1993;12(2):196-208.

Tani C, Finger WJ. Effect of smear layer thickness on bond strength mediated by three all-in-one self-etching priming adhesive. *J Adhes Dent* 2002;4(4):283-9.

Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SH. Resin permeation into acid-conditioned, moist and dry dentin: A paradigm using water-free adhesive primers. *J Dent Res* 1996;75:1034-44.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free, acetone-based, single bottle primer/adhesives. *Dent Mat* 1996a;12:236-44.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. The overwet phenomenon: a scanning electron microscopic study of surface moisture in the acid conditioned resin-dentin interface. *Am J Dent* 1996b;9(3):109-14.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. Micromorphological spectrum of acid-conditioned dentin following the application of a water-based adhesive. *Dent Mater* 1998;14(5):329-38.

Tay FR, Hashimoto M, Pashley DH, Peters MC, Lai SCN, Yiu CKY, Cheong C. Aging affects two modes of nanoleakage expression on bonded dentin. *J Dent Res* 2003;82(7):537-41.

Tay FR, Pashley DH. Water-treeing a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent* 2003;16:6-12.

Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 2001;17(4):296-308.

Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesive. *J Dent Res* 2002;81(7):472-6.

Tay FR, Pashley DH, García-Godoy F, Yiu CKY. Single step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part II. Silver tracer penetration evidence. *Am J Dent* 2004a;17(5):315-22.

Tay FR, Pashley DH, Suh B, Carvalho R, Miller M. Single step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part I. Bond strength and morphological evidence. *Am J Dent* 2004b;17(4):271-8.

Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Hiraishi N, Yiu CKY. Water treeing in simplified adhesives – déjà vu? *Oper Dent* 2005;30:561-79.

Ten Cate R. Histologia bucal. Desenvolvimento, estrutura e função. 5ªed. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Koogan; 2001.

Trepagnier CM, Madden RM, Lazzari EP. Quantitative study of sodium hypochlorite as an in vitro endodontic irrigant. *J Endod* 1977;3(5):194-6.

Toledano M, Osorio R, Perdigão J; Osorio E. Effect of acid etching and collagen removal on dentin wettability and roughness. *J Biomed Mater Res* 1999;47(2):198-203.

Toledano M, Perdigão J, Osorio R, Osorio E. Effect of dentin deproteinization on microleakage of class V composite restorations. *Oper Dent* 2000;25:497-504.

Toledano M, Perdigão J, Osorio E, Osorio R. Influence of NaOCl deproteinization on shear bond strength in function of dentin depth. *Am J Dent* 2002;15(4):252-5.

Tyas MJ, Burrow MF. Three-year clinical evaluation of one-step in non-carious cervical lesions. *Am J Dent* 2002;15:309-311.

Torres CRG, de Araujo MA, Torres AC. Effects of dentin collagen removal on microleakage of bonded restorations. *J Adhes Dent* 2004;6(1):33-42.

Uceda-Gómez N, Reis A, Carrilho MRO, Loguercio AD, Rodrigues Filho LE. Effect of sodium hypochlorite on the bond strength of an adhesive system to superficial and deep dentin. *J Applied Oral Science* 2003;11(3):223-8.

Uno S, Finger WJ. Function of the hybrid zone as a stress-absorbing layer in resin-dentin bonding. *Quintessence Int* 1995;26(2):733-8.

Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 1992;71(8):1530-1540.

Van Meerbeek, De Munck, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003;28(3):215-35.

Vargas MA, Cobb DS, Armstrong SR. Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybrid layer. *Oper Dent* 1997;22:159-166.

Vichi A, Ferrari M, Davidson CL. In vivo leakage of an. adhesive system with and without NaOCl as pre-treatment [abstract 3077]. *J Dent Res* 1997;76:398.

Yamauti M, Hashimoto M, Sano H, Ohno H, Carvalho RM, Kaga M, et al. Degradation of resin-dentin bonds using NaOCl storage. *Dent Mater* 2003;19(5):399-405.

Yiu CK, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho MR et al. Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomater* 2004;24(26):5789-96.

Yoshida E, Hashimoto M, Hori M, Kaga M, Sano H, Oguchi H. Deproteinizing effects on resin-tooth bond structures. *J Biomed Mater Res B. Appl Biomater* 2004;68(1):29-35.

Yoshiyama M, Carvalho RM, Sano H, Hornewr JA, Brewer PD, Pashley DH. Regional bond strength of resin to human root dentin. *J Dent* 1996a;24:435-442.

Yoshiyama M, Sano H, Ebisu S, Tagami J, Ciucchi B, Carvalho RM, et al. Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. *J Dent Res* 1996b;75:1404-13.

Wakabayashi Y, Kondou Y, Suzuki Y, Yatani H, Yamashita A. Effect of dissolution of collagen on adhesion to dentin. *Int J Prosthodont* 1994;7:302-6.

ANEXO A – Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

MINISTÉRIO DA SAÚDE
Conselho Nacional de Saúde
Comissão Nacional de Ética em Pesquisa - CONEP

PARECER N.º 620/2004

Registro CONEP: 9497 (Este nº deve ser citado nas correspondências referentes a este projeto)

Registro CEP: 213/03

Processo nº 25000.143667/2003-88

Projeto de Pesquisa: "Longevidade de interfaces de união formadas após demineralização e desproteção da dentina"

Pesquisador Responsável: Dr. Ninoshka Uceda Gómez

Instituição: Faculdade de Odontologia Universidade de São Paulo

Área temática especial: Cooperação Estrangeira

Diante da análise das respostas às considerações da CONEP no Parecer n.º 257/2004, relativo ao projeto em questão, verificou-se que:

1. Foram atendidas as solicitações do referido parecer.
2. O projeto preenche, de modo geral, os requisitos fundamentais das Resoluções CNS 196/96 e 292/99 sobre Diretrizes e Normas Regulamentadoras de Pesquisas Envolvendo Seres Humanos;
3. O projeto foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da instituição supracitada.

Diante do exposto, a Comissão Nacional de Ética em Pesquisa -CONEP, de acordo com as atribuições definidas na Resolução CNS 196/96, manifesta-se pela aprovação do projeto de pesquisa proposto.

Situação: Projeto aprovado

Brasília, 12 de abril de 2004.

WILLIAM SAAD HOSSNE
Coordenador da CONEP/CNS/MS

ANEXO B – Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

SCHOOL OF
DENTISTRY

Department of Prosthodontics and Biomaterials

November 3, 2003

To Whom It May Concern:

This letter is to certify that the Department of Prosthodontics and Biomaterials at the University of Alabama School of Dentistry will agree to accept some extracted human teeth from Brazil to be used in a scientific study performed here by a student from Brazil. Ninoshka Uceda Gomez, who works under Dr. Margareth Oda at the University of Sao Paulo, will conduct bond strength testing of composite resin materials to the modified surfaces of these extracted teeth along with Dr. Camilo Machado of our department. Miss Uceda Gomez will take the results back to her university and use them to complete her thesis for her master's degree. Please contact me if you have any questions.

Sincerely,

A handwritten signature in blue ink, reading "William R. Lacefield".

William R. Lacefield, Ph.D.
Professor, Head of Biomaterials Division

The University of Alabama at Birmingham
605 School of Dentistry Building • 1919 7th Avenue South
Birmingham, Alabama 35294