UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

Marina Studart Alencar Borges

**Influência do tempo de aplicação do bicarbonato de sódio a 10% na
adesão ao esmalte bovino clareado: estudo *in vitro***

BAURU
2016

MARINA STUDART ALENCAR BORGES

Influência do tempo de aplicação do bicarbonato de sódio a 10% na adesão ao esmalte bovino clareado: estudo *in vitro*

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Rafael Francisco Lia Mondelli

BAURU

2016

B644i Borges, Marina Studart Alencar
 Influência do tempo de aplicação do bicarbonato
 de sódio a 10% na adesão ao esmalte bovino
 clareado: estudo *in vitro* / Marina Studart Alencar
 Borges. – Bauru, 2016
 106 p. : il. ; 31cm.

 Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia
 de Bauru. Universidade de São Paulo

 Orientador: Prof. Dr. Rafael Francisco Lia
 Mondelli

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a
reprodução total ou parcial desta tese, por processos
fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

FOLHA DE APROVAÇÃO

AGRADECIMENTOS

À Deus

Não poderia deixar de agradecer primeiro a Deus, pelo dom da vida e por estar sempre em meu caminho, iluminando e guiando-me às escolhas certas.

À minha mãe Gláucia:

Mãe, não sei nem por onde começar...Quando paro pra pensar em todas as dificuldades que passamos juntos (eu, você e Rafa) e vejo o que construímos e a família que formamos, fico com os olhos cheios d'água. Te admiro muito e me espelho tanto na senhora que, até o fato de trabalhar demais que SEMPRE me incomodou, tenho aplicado hoje na minha vida. Essa conquista só foi possível por ter a senhora me apoiando e sempre me dando forças para continuar. Em momentos de desabafo em que eu dizia: "mãe, tô cansada..não aguento mais!", a senhora sempre com sua calma me respondia "Marina, ninguém disse que seria fácil, termine o que você começou"...no fundo, sei que sua vontade era me botar colo e me tirar dessa correria, mas a senhora com sua sabedoria sempre tem os melhores conselhos, por mais que muitas vezes eu não entenda. Mãe, o fato de saber que minhas conquistas te deixam toda orgulhosa me motiva diariamente e me faz querer voar cada vez mais alto. Obrigada por ser meu exemplo de retidão, de caráter e de como ser uma pessoa do bem. Te amo, mãe. Muito obrigada por tudo.

Ao meu marido Tiago (TB):

Pre, quem diria que chegaríamos juntos a esse dia? Depois de 2 anos de namoro à distância, idas e vindas mensais a Bauru, trabalhos em cidades diferentes, aqui estamos hoje, juntos comemorando mais uma conquista NOSSA. Obrigada por ter tornado tudo mais fácil e leve, por ser meu braço, minhas pernas, por me aceitar exatamente como eu sou. Agradeço também por você cuidar tão bem da gente e, principalmente, da nossa casa. Sem você certamente a geladeira

estaria sempre vazia e eu viveria à base de sanduíche de atum. Obrigada pela paciência e por compreender esse momento tão “louco” da minha vida. Conciliar exército, faculdade, doutorado, consultório e casa (detalhe: com o Abu) não tem sido fácil e você sabe muito bem disso. Quantos finais de semana e feriados você abdicou por mim? Eu perco até as contas...e você NUNCA reclamou disso. Obrigada por ser a minha paz nos meus momentos de desespero e sempre com sua tranquilidade me dizer: “Preta, vai dar tudo certo”. Muito obrigada por tudo! Agora sim que a tese nasceu podemos então pensar nos nossos pequenos Vinícius e Maîtê. Te amo muito. Obrigada de coração.

Ao meu irmão Rafael, minha cunhada Roberta e minha afilhada Malu:

Rafa, obrigada pela parceria, companheirismo e irmandade. Obrigada por sempre torcer por mim e por vibrar com as minhas conquistas como se fossem suas. Meu irmão, obrigada por ser acima de tudo um grande amigo. Você se tornou um grande homem do qual eu tenho muito orgulho. Amo muito você.

Beta, minha amiga-irmã, obrigada por sua amizade e por seu incansável incentivo em minhas decisões. Obrigada também por toda a ajuda no consultório, sem você realmente não sei como ele estaria sob minha administração. Você é a melhor mãe que a Malu poderia ter e muito obrigada por ter me dado a miúda de presente. Prometo tentar ser a melhor madrinha do mundo! Te amo.

Ao meu avô José Wilson, *que com certeza foi fonte de inspiração para que eu seguisse carreira acadêmica. Obrigada por ser tão presente, por torcer sempre por mim. Você é o meu exemplo de professor, pela sua dedicação e amor à profissão.*

À minha avó Níedja, *que foi presença sólida em todas as etapas da minha vida e que tanta falta me faz. Sei que a senhora está participando de tudo e está toda orgulhosa! Obrigada por tudo. Obrigada por ter cuidado tão bem de mim e do Rafa.*

A toda minha família Studart Alencar em especial as tias Denise, Fátima, Regina e Malú pelo carinho de sempre.

Às minhas lindinhas Derez e Detinha, pelo carinho, amor e dedicação a todos da nossa família.

À minha madrinha Ana Cláudia, por seu amor e exemplo de generosidade. Obrigada tia, por ser minha “segunda mãe”, por fazer o possível e o impossível por mim, por torcer sempre pela minha felicidade.

À minha afilhada Raquel, por tanto carinho e admiração. Que, que você seja tão feliz com a Odontologia como eu sou. Estarei sempre aqui.

À família Bruno Borges, por ter me acolhido tão bem. Vocês me deram de presente o amor da minha vida. Serei eternamente grata por isso. Obrigada por serem tão presentes e por sempre torcerem por mim.

À minha tia de coração, Sandra Xímenes, pelo constante incentivo e orientação desde o início de minha carreira. Devo muito dessa conquista à senhora. Você é uma fonte de inspiração pra mim!

Às minhas amigas de colégio, Paula, Ticiane e Márcia, pela torcida em cada passo profissional que dou. A amizade de vocês é um presente de Deus. Obrigada por estarem ali, em todos os momentos, obrigada por serem minhas fiéis pacientes e por me acharem a melhor dentista do mundo. Amo muito vocês.

Aos meus grandes amigos de graduação (UNIFOR), em especial, Carol, Nereu, Igor, Amanda Lía, Anna Júlia e Gabriel, por estarem sempre presentes, dividindo comigo alegrias e tristezas. Vocês são peças fundamentais na minha vida. Obrigada por me apoiarem, por entenderem minha ausência em alguns encontros de turma e por sempre vibrarem com cada conquista minha. Amo muito vocês.

Às minha grandes amigas que Bauru me deu, Larissa e Kíki:

Lari, você é daquelas que vai até o fim do mundo por um amigo e o defende com unhas e dentes...como não ser grata por isso? Dona de um humor ímpar, louca em alguns momentos, mas de uma extrema responsabilidade e de um coração sem tamanho. Amiga mais fiel e sincera que você não existe e é por isso que me sinto tão bem perto de ti. Crescemos muito quando trabalhamos juntas na Católica e tenho certeza que agora na Unichristus não será diferente. Obrigada por tudo! E agora não pode mais dizer que manda porque eu a partir de hoje também sou doutora!

Kíki, mesmo distante você SEMPRE se faz presente. Devo muito dessa conquista a você, que semanalmente me mandava mensagem para saber o andamento da tese. Serei eternamente grata. Você é a nossa mãe, brigando quando necessário e sendo aquela tem as melhores palavras e os conselhos mais sensatos. Sua amizade é um presente para mim e obrigada por cuidar tão bem de mim e da Lari, por participar do nosso dia-a-dia tão intensamente.

Amo muito vocês minhas amigas.

Aos meus amigos de doutorado, Ana Flávia, Bhenya, Carla, Carlos, Diana, Larissa, Odair, Rafael e Raphaela pela troca de experiências profissionais e de vida. Aprendi muito com cada um de vocês! Apesar de sermos completamente diferentes, acredito que foi a soma de personalidades que tornou nossa turma tão especial.

A minha aluna da iniciação científica, Carol Fávero

Sem sua ajuda essa pesquisa não teria sido realizada. Vocês sempre estive disposta a me ajudar, seja à noite, horário de almoço ou finais de semana. Muito obrigada por tudo!

Aos alunos e professores da Universidade Federal do Ceará (Campus Sobral), Faculdade Católica Rainha do Sertão e Escola Cearense de Odontologia:

Com vocês dei meus primeiros passos como professora, concretizando um grande sonho. Obrigada por terem me acolhido tão bem e por terem me ensinado tanto. Serei eternamente grata pelos momentos intensos vividos e de grande aprendizado em cada uma destas instituições de ensino.

Ao Exército Brasileiro:

*É com muito orgulho que visto a farda verde-oliva todos os dias. Servir à pátria exercendo a Odontologia é extremamente gratificante. Obrigada por introduzir a disciplina militar e reforçar os conceitos de responsabilidade em minha vida. Agradeço também na pessoa do magnífico Comandante do Colégio Militar de Fortaleza (CMF) **Coronel Edson Alemany**, o constante apoio para finalização desta tese.*

Aos integrantes da Seção de Saúde do CMF, em especial, Jô e Adileuda: Obrigada por toda força e por conseguirem manter tudo em ordem na minha ausência. Me sinto “em casa” quando estou perto de vocês. Obrigada pelas conversas, pelas trocas de experiências e por serem as minhas “mães” no CMF. Tenho um carinho imensurável por vocês duas.

Aos coordenadores, professores e alunos do Centro Universitário Unichristus:

Como sou feliz em trabalhar nesta instituição! Tenho certeza que um futuro brilhante nos espera! Fico extremamente honrada e orgulhosa por fazer parte dessa equipe. Aos coordenadores, Renata, Prof Fabrício, Abrahão, Clarissa, Juliana, meu muito obrigada por compreenderem minha ausência em alguns momentos. Vocês exercem essa função com maestria.

Aos professores, em especial, Líia, Luiz, Lívinha, Juliana Paiva, Camila e Danna, é extremamente prazeroso dividir meus dias com vocês. Obrigada por sempre serem tão disponíveis. Quero ter vocês sempre pertinho de mim. Obrigada por me ensinarem diariamente como ser uma melhor professora.

Aos meus alunos, o meu mais sincero agradecimento. Tudo o que sou como professora devo a vocês. Tenham certeza de que eu mais aprendo do que ensino a vocês. Prometo tentar cada dia me aperfeiçoar no exercício desta profissão que me acolheu tão bem e que eu amo tanto.

À Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem - UFC, em especial aos professores Juliano Mendonça e Victor Feitosa, por toda ajuda e orientação durante a realização da pesquisa nas dependências do laboratório da UFC. Muito obrigada!

Ao meu orientador, Prof. Dr. Rafael Francisco Líia Mondelli:

Professor, depois de quase 7 anos finalizo meu ciclo de estudos aqui na FOB. Muito obrigada por confiar em mim e por acreditar no meu potencial. Obrigada por ter me dado a liberdade de voar durante o doutorado, serei eternamente grata. Nos dias atuais, defender um doutorado estando empregado é um privilégio de poucos e isso só foi possível porque o senhor permitiu que eu me ausentasse em muitos momentos. Muito obrigada, de verdade!

Aos professores do departamento de Dentística e Materiais Odontológicos:

Muito obrigada pelos ensinamentos e pela paciência durante as aulas e clínicas. A dedicação e amor que vocês têm à Odontologia é algo que quero seguir sempre como exemplo.

À Prof^a. Dr^a. Juliana Bombonatti:

Jú, chegamos à reta final. Obrigada por ser, além de professora, uma amiga. Quantas vezes te procurei angustiada com minha produção e com minha pesquisa e você sempre me deu os conselhos mais pertinentes, as melhores palavras de conforto e me deu forças para seguir em frente. Nunca esquecerei disso. Agradeço também por toda a ajuda durante essa pesquisa, sem você não teria sido possível. Muito obrigada!

À Prof^a. Dr.^a Líndá Wang, por estar sempre disposta a me ajudar mesmo quando não dispunha de tempo. Sua dedicação à docência é linda de se ver. Foi maravilhoso conviver com a senhora durante esses anos. Saiba que eu tenho um carinho imenso por você. Obrigada por tudo.

Aos funcionários do departamento de Dentística, Endodontia e Materiais Odontológicos: Nelson, Charlene, Audria, Natália, Rita, Elísio, Zuleica, Sandrinha e Alcides. Muito obrigada pela calorosa acolhida, vocês foram fundamentais para essa conquista.

Aos demais funcionários da faculdade, que de alguma forma contribuíram para que eu chegasse até aqui.

Aos pacientes atendidos durante as clínicas. Fica aqui minha gratidão pela confiança depositada.

À Universidade de São Paulo, na pessoa do magnífico reitor Prof. Dr. Marco Antonio Zago

À Faculdade de Odontologia de Bauru, na pessoa da digníssima diretora Prof. Dra. Maria Aparecida de Andrade Moreira Machado.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo suporte financeiro para execução desta pesquisa.

RESUMO

Este estudo *in vitro* avaliou a influência do tempo de aplicação do bicarbonato de sódio a 10% na qualidade da união de um sistema adesivo universal unido ao esmalte bovino clareado por meio de testes de resistência de união (microtração imediata e após 6 meses) e grau de conversão na interface adesiva (espectroscopia micro-Raman). Cento e dez blocos de esmalte bovino (4x4 mm) foram planificados e distribuídos aleatoriamente em 5 grupos: C: controle, sem clareamento; B: clareamento com peróxido de hidrogênio 35% (HP); BS3: clareamento com HP seguido de tratamento com a solução de bicarbonato de sódio 10% (BS) por 3 min; BS5: clareamento com HP seguido de tratamento com BS por 5 min; BS10: clareamento com HP seguido de tratamento com BS por 10 min. O HP foi aplicado duas vezes (20 minutos cada, com exceção do grupo C) e em seguida as restaurações adesivas foram realizadas. Após 24 horas, 20 espécimes de cada grupo foram seccionados em palitos (1x1 mm) e submetidos ao teste de resistência de união (imediato e após 6 meses) em máquina de ensaios universal com velocidade de 0,5 mm/min (n=10). Os dados foram analisados por ANOVA a dois critérios ($p < 0,05$). As médias das análises imediata e após 6 meses foram: C: 26,77 / 25,32; B: 26,42 / 26,42; BS3: 23,95 / 22,98; BS5: 23,65 / 26,64; BS10: 23,42 / 29,30. Nenhum dos fatores testados apresentou significância: tratamento ($p=0,349$) e tempo ($p=0,234$), não havendo interação entre estes ($p=0,198$). Falhas adesivas foram predominantes nos dois períodos de avaliação. Para a análise do grau de conversão, após 24 horas da restauração, 2 espécimes de cada grupo foram seccionados em fatias de 1mm, sendo apenas 3 fatias selecionadas. Os seguintes parâmetros foram utilizados: excitação dos espécimes com laser de argônio operando a 538 nm, espectro obtido a uma resolução $\sim 4\text{cm}^{-1}$, sob uma região de espectro entre $1580\text{--}1660\text{cm}^{-1}$, verificando a altura dos picos 1608cm^{-1} e 1637cm^{-1} . Os dados foram analisados por ANOVA a um critério ($p < 0,05$) e as médias do grau de conversão foram: C: 71,10%; B: 72,11%; BS3: 73,98%; BS5: 69,25%; BS10: 70,56%. O fator de estudo “tratamento” não apresentou significância estatística ($p=0,808$). A adesão no esmalte clareado parece não ter sido afetada negativamente quando restaurações adesivas foram feitas imediatamente após o clareamento, independente da aplicação ou não da substância antioxidante. Mais estudos que

avaliem a adesão em esmalte clareado, principalmente no que diz respeito ao grau de conversão e aos diferentes tipos de sistemas adesivos universais se fazem necessários para fins comparativos e para que possamos indicar seguramente as restaurações imediatas (quando necessárias) na prática clínica.

Palavras-chave: clareamento dental, peróxido de hidrogênio, antioxidantes, bicarbonato de sódio.

ABSTRACT

Effect of the application time of 10% sodium bicarbonate on bleached enamel: an *in vitro* study

The present *in vitro* study evaluated the influence of the application time of 10% sodium bicarbonate in the adhesion quality of a universal adhesive system bonded to bleached enamel through microtensile bond strength testing (immediate and after 6 months) and the degree conversion (micro-Raman spectroscopy). One hundred and ten bovine enamel blocks (4x4mm) were flattened and randomly allocated into 5 groups: C: control, without bleaching; B: bleached with 35% hydrogen peroxide (HP); BS3: bleached and treated with 10% sodium bicarbonate solution (BS) for 3 min; BS5: bleached and treated with BS for 5 min; BS10: bleached and treated with BS for 10 min. HP was applied twice (20 minutes each, except in group C) and the adhesive restorations were performed. After 24 hours, 20 specimens from each group were sectioned into sticks (1x1 mm) and submitted to microtensile bond strength testing (immediately and after 6 months) in a universal testing machine with a crosshead speed of 0.5 mm/min (n = 10). Data was analyzed by two-way ANOVA (p <0.05). The means of the immediate and 6 months analysis were: C 26.77 / 25.32; B: 26.42 / 26.42; BS3: 23.95 / 22.98; BS5: 23.65 / 26.64; BS10: 23.42 / 29.30. None of the tested factors showed significance: treatment (p = 0.349) and time (p = 0.234), with no interaction between them (p = 0.198). Adhesive failures were predominant in both evaluation periods. For the degree of conversion analysis, 2 specimens of each group were sectioned into 1 mm slices after 24 hours of the restorative procedure, and 3 slices were selected. The following parameters were used: excitation of specimens with argon laser operating at 538 nm, spectrum obtained at a resolution of $\sim 4\text{cm}^{-1}$, under a spectrum region between $1580\text{-}1660\text{cm}^{-1}$, evaluating the height of the peaks at 1608cm^{-1} and 1637cm^{-1} . Data was analyzed by one-way ANOVA (p <0.05). The means of degree of conversion were: C: 71.10%; B: 72.11%; BS3: 73.98%; BS5: 69.25%; BS10: 70.56%. The study factor "treatment" was not statistically significant (p = 0.808). The results of bonding to bleached enamel was not negatively affected when adhesive restorations were made immediately after bleaching, regardless of the application of the antioxidant substance. Further studies

to evaluate the adhesion on bleached enamel, mainly with regard to the degree of conversion and different types of universal adhesive systems are needed for comparative purposes. Only after this, the immediate restoration (if necessary) in clinical practice can be safely and indicated.

Keywords: tooth bleaching, hydrogen peroxide, antioxidants, sodium bicarbonate.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURAS

Figura 1	- Máquina de corte Isomet Low Speed Saw	51
Figura 2	- Corte do dente bovino	51
Figura 3	- Espécime com dimensões de 4X4mm	51
Figura 4	- Politriz Metalográfica	53
Figura 5	- Espécime antes da planificação	53
Figura 6	- Espécime após a planificação	53
Figura 7	- Gel clareador Total Blanc Office (Nova DFL)	57
Figura 8	- Aplicação do gel clareador	57
Figura 9	- Solução de bicarbonato de sódio 10%	57
Figura 10	- Aplicação da solução de bicarbonato de sódio 10%	57
Figura 11	- Condicionamento com ácido fosfórico 37% durante 15seg	59
Figura 12	- Aplicação do sistema adesivo Scotchbond Universal	59
Figura 13	- Aplicação de incrementos de 1mm de resina composta microhíbrida	59
Figura 14	- Restauração finalizada com 4mm de altura	59
Figura 15	- Secção do conjunto dente-restauração no sentido vestibulo- lingual	63
Figura 16	- Secção do conjunto dente-restauração no sentido mesio- distal	63
Figura 17	- Obtenção de palitos com dimensões de 1mm X 1mm	63
Figura 18	- Palito antes do teste de microtração	65
Figura 19	- Palito após o teste de microtração	65
Figura 20	- Estereomicroscópio digital (DINO-LITEplus digital microscope)	67
Figura 21	- Fatias com 1mm de espessura após o polimento	69
Figura 22	- Ultrassom utilizado para remoção dos resíduos dos grânulos de lixa	69
Figura 23	- Espectrômetro micro-Raman LabRam	71

- GRÁFICOS

Gráfico 1 - Porcentagem (%) dos tipos de falhas para os diferentes grupos experimentais nos diferentes tempos de armazenamento	76
Gráfico 2 - Valores de média do grau de conversão (%) dos grupos avaliados.....	77

LISTA DE QUADROS E TABELAS

- QUADROS

Quadro 1 - Material utilizado	49
Quadro 2 - Grupos estudados	53
Quadro 3 - Composição da saliva artificial	56

- TABELAS

Tabela 1 - Valores de média (MPa) e desvio-padrão de resistência adesiva dos grupos avaliados nos dois tempos de armazenamento	75
Tabela 2 - Relação entre ocorrência e o tipo de falha nos dois tempos de armazenamento	76
Tabela 3 - Valores de média e desvio-padrão do grau de conversão (%) dos grupos avaliados	77

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	25
2.1	<i>Histórico do clareamento</i>	<i>27</i>
2.2	<i>Reação química do clareamento</i>	<i>29</i>
2.3	<i>Sistemas adesivos do tipo “Universal”</i>	<i>31</i>
2.4	<i>Aspectos da adesão em esmalte hígido e em esmalte clareado.....</i>	<i>33</i>
2.5	<i>Potencial antioxidante das soluções aplicadas em dentes clareados.....</i>	<i>36</i>
2.6	<i>Teste de resistência de união por microtração</i>	<i>39</i>
2.7	<i>Espectroscopia micro-Raman.....</i>	<i>40</i>
3	PROPOSIÇÃO	43
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	47
4.1	MATERIAL.....	49
4.2	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL.....	50
4.3	PREPARO DOS ESPÉCIMES	50
4.3.1	<i>Grupos estudados</i>	<i>55</i>
4.3.2	<i>Clareamento dos Espécimes</i>	<i>55</i>
4.3.4	<i>Aplicação da solução de bicarbonato de sódio 10%</i>	<i>57</i>
4.3.5	<i>Procedimento restaurador</i>	<i>57</i>
4.4	PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA O TESTE DE MICROTRAÇÃO.....	61
4.4.1	<i>Ensaio mecânico de microtração.....</i>	<i>63</i>
4.4.2	<i>Análise de Microscopia Óptica</i>	<i>65</i>
4.4.3	<i>Análise estatística.....</i>	<i>67</i>
4.5	PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA ESPECTROSCOPIA MICRO-RAMAN.....	67
4.5.1	<i>Análise do grau de conversão na interface adesiva</i>	<i>69</i>
4.5.2	<i>Análise estatística.....</i>	<i>71</i>

5	RESULTADOS	73
5.1	<i>Resistência de união avaliada por microtração</i>	<i>75</i>
5.1.1	<i>Tipos de fratura.....</i>	<i>75</i>
5.2	<i>Grau de conversão avaliado por espectroscopia micro-Raman</i>	<i>77</i>
6	DISCUSSÃO	79
7	CONCLUSÕES	89
	REFERÊNCIAS	93

1 INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

O escurecimento dentário é um dos problemas mais comuns relacionados à estética na Odontologia. Dentre as inúmeras opções de tratamento o clareamento dental, seja de consultório ou caseiro, se destaca por se tratar de um procedimento rápido, simples e conservador (ARCARI et al., 2007; BITTENCOURT et al., 2010). Após o tratamento clareador, frequentemente os profissionais necessitam substituir restaurações adesivas antigas, uma vez que sua cor não se altera com o procedimento. Dessa forma, a interação do procedimento clareador com outros tratamentos dentários, especialmente as restaurações adesivas, deve ser considerada (BITTENCOURT et al., 2010).

Apesar da literatura apresentar dados bastante consistentes a respeito da longevidade e estabilidade das restaurações adesivas em esmalte (YOSHIDA et al., 2004; DE MUNCK et al., 2005), em algumas situações como nas restaurações realizadas logo após o clareamento, a qualidade da adesão pode ser questionada (HAYWOOD; HEYMANN, 1991; BRISO et al., 2012). Segundo Seghi e Denry (1992), a redução da resistência de união pode ser decorrente das alterações morfológicas na estrutura do esmalte, tais como a presença de crateras e formação de gaps, prejudicando a infiltração do sistema adesivo.

Por outro lado, a maioria dos estudos evidencia que, após o clareamento, o oxigênio residual permanece na superfície dentária ou até mesmo no interior da estrutura. Dessa forma, a polimerização dos monômeros resinosos pode ser inibida pela presença do oxigênio, prejudicando o selamento marginal e promovendo o início do processo de microinfiltração marginal e redução da resistência adesiva (DISHMAN; COVEY; BAUGHAN, 1994; MURAGUCHI et al., 2007; BITTENCOURT et al., 2010). Também foi verificado que os tags de resina em esmalte clareado são menos numerosos, menos definidos e menores do que aqueles presentes em esmalte não clareado (TITLEY et al., 1991; NATHOO; CHMIELEWSKI; KIRKUP, 1994; SULIEMAN, 2008). Possivelmente este fato é consequência do processo da inibição da polimerização do adesivo que pode ser prejudicial para a adesão, uma

vez que os tags de resina são responsáveis pela adesão do sistema adesivo ao esmalte dentário (DISHMAN; COVEY; BAUGHAN, 1994).

Com o passar do tempo, após o procedimento clareador, o oxigênio residual lentamente se dissipa a medida que a reação de oxidação termina. Desta forma, a abordagem geral é adiar qualquer procedimento restaurador adesivo por um tempo após o clareamento, uma vez que a redução da resistência adesiva apresenta caráter temporário. O intervalo de tempo para serem realizados os procedimentos restauradores após o clareamento, segundo a literatura, pode variar de 24 horas a 4 semanas (TITLEY; TORNECK; RUSE 1992; DISHMAN; COVEY; BAUGHAN, 1994; CAVALLI et al., 2001; MURAGUCHI et al., 2007; GÖKÇE et al., 2008; BITTENCOURT et al., 2010; TOSTES et al., 2013; ALENCAR et al., 2016).

Com o objetivo de diminuir esse intervalo de tempo, os produtos antioxidantes, ou seja, que teriam a ação de remover ou reduzir o oxigênio residual configura-se como uma estratégia interessante (LAI et al., 2001; SASAKI; FLÓRIO; BASTING, 2009; GARRIDO, 2011). O ascorbato de sódio é um dos agentes antioxidantes mais investigados por ser biocompatível, de baixa toxicidade e apresentar caráter neutro. Entretanto, apesar de sua eficiência (KIMYAI; VALIZADEH, 2006; GÖKÇE et al., 2008; KAYA; TÜRKÜN; ARICI, 2008; LAI et al., 2001; GARRIDO, 2011; KHOROUSHI; AGHELINEJAD, 2011), ainda há controvérsias de sua ação (SASAKI; FLÓRIO; BASTING, 2009). Além disso, a dificuldade na obtenção e armazenamento, somada à reduzida estabilidade ao longo do tempo, podem limitar e dificultar sua aplicabilidade no dia-a-dia do clínico (BRISO et al., 2012).

Nesse contexto, outra substância antioxidante que vem sendo testada é o bicarbonato de sódio. Normalmente é indicada para neutralizar os efeitos adversos do gel clareador em tecidos moles (TORRES; KOGA; BORGES, 2006) porém, Tostes et al. (2013) e Alencar et al. (2016) apontaram a aplicação da solução por 5 minutos como uma possível alternativa de tratamento prévio à restauração em dentes clareados. Além disso, a solução de bicarbonato de sódio acompanha a maioria dos kits de clareamento (TOSTES et al., 2013; ALENCAR et al., 2016), o que elimina a etapa de obtenção e manipulação em farmácias especializadas. Alencar (2013) ao comparar a solução de bicarbonato de sódio 10% e o hidrogel de

ascorbato de sódio 10% verificou que, após o envelhecimento de 6 meses, apenas a solução de bicarbonato de sódio 10% conseguiu manter sua efetividade no que diz respeito à resistência de união.

Apesar da facilidade de obtenção e da eficácia comprovada do bicarbonato de sódio como substância antioxidante em dentes recém-clareados (TOSTES et al., 2013; ALENCAR et al., 2016), não existem relatos na literatura acerca do grau de conversão de um adesivo universal no esmalte clareado tratado previamente com esta substância. Sendo assim, este trabalho teve como objetivo avaliar a adesão em esmalte bovino clareado e tratado com a solução de bicarbonato de sódio 10% por 3, 5 e 10 minutos por meio de testes de resistência de união (microtração imediata e após 6 meses) e grau de conversão na interface adesiva (espectroscopia micro-Raman).

2 REVISÃO DE LITERATURA

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Histórico do clareamento

A história da Dentística, no que diz respeito ao clareamento, vem evoluindo há quase duzentos anos. Ao longo desse período, inúmeros produtos, aplicados em diferentes concentrações e protocolos, vêm sendo testados até que se obtivesse um método seguro e extremamente eficaz como os que são utilizados atualmente (ALQAHTANI, 2014).

Os primeiros estudos sobre clareamento datam de 1848, quando se sugeria que íons cloro eram responsáveis pela eliminação de manchas na estrutura dentária de dentes despolpados (DWINELLE, 1850). Por volta de 1890, outros agentes clareadores foram utilizados com sucesso em dentes não-vitais, tais como o cianeto de potássio, ácido oxálico, ácido sulfúrico, cloreto de alumínio, dióxido de hidrogênio, ácido clorídrico, peróxido de carbamida e peróxido de hidrogênio (HOWELL, 1980; HAYWOOD, 1992).

Diante da eficácia desses agentes clareadores em dentes despolpados, por volta de 1868, muitas destas substâncias também foram testadas em dentes vitais. Apenas em 1911, o uso do peróxido de hidrogênio em altas concentrações, que é utilizado até os dias atuais, foi sugerido para técnica de clareamento em consultório. Com o intuito de acelerar a reação química, profissionais associaram a esta técnica o uso de uma fonte de calor ou fonte de luz. (FISHER, 1911; ABBOT, 1918; AMES, 1937).

Por volta da década de 60, a técnica de clareamento caseiro foi introduzida em dentes despolpados e preconizava uso do perborato de sódio misturado com água no interior da câmara pulpar (SPASSER, 1961). Para o clareamento caseiro de dentes vitais, a técnica foi primeiramente descrita por um ortodontista, que ao prescrever bochechos à base de peróxido de carbamida (Glyoxide) observou que esta solução além do poder antisséptico tinha um efeito clareador. Contudo, a técnica caseira só foi mundialmente aceita depois da publicação dos estudos de Haywood e Heyman (1989) que aplicaram peróxido de carbamida 10% em moldeiras

individualizadas para uso noturno. Essa técnica ficou conhecida como “vital guard bleaching technique”.

Apesar de ser utilizada desde 1900, a técnica de clareamento em consultório foi modificada em 1991 com a introdução de géis de peróxido de hidrogênio 35% ativados por fontes de luz, eliminando o uso de instrumentos aquecidos para acelerar a reação (SULIEMAN, 2008).

Atualmente, ambas as técnicas continuam a ser utilizadas e podem inclusive ser associadas para intensificar os resultados. O peróxido de hidrogênio apresenta concentrações que variam de 10 a 38% e geralmente é utilizado na técnica em consultório, seja associado ou não a uma fonte de luz (HAYWOOD, 2000; ONTIVEROS, 2011). Esta técnica pode gerar resultados significativos em apenas uma sessão, porém, muitas vezes, são necessárias consultas adicionais para a melhoria e manutenção dos resultados (JOINER, 2006). O peróxido de carbamida, normalmente é utilizado na técnica caseira em concentrações mais baixas, em torno de 10 a 22% (JOINER, 2007; KIHN, 2007; GÖKÇE et al. 2008). Independente da técnica utilizada, o efeito clareador esperado deve ser o mesmo (MONDELLI et al., 2012).

É válido mencionar que a busca incessante dos pacientes por um sorriso mais branco impulsionou o desenvolvimento de produtos clareadores que podem ser comprados em farmácias e supermercados. Atualmente, além das técnicas convencionais de clareamento, existe ainda a possibilidade do paciente utilizar o peróxido de hidrogênio em baixas concentrações, estando esses produtos disponíveis na forma de chicletes, fitas clareadoras, cremes dentais ou bochechos (JOINER, 2006).

Uma vez que a comercialização destes produtos facilitou o acesso dos pacientes às substâncias clareadoras e que estes muitas vezes faziam o seu uso de forma indiscriminada e sem a devida orientação, a Diretoria Colegiada da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) publicou a seguinte resolução em 06 de fevereiro de 2015: a dispensação de dispositivos médicos destinados a clareamento dental contendo em sua composição mais que 3% de peróxido de hidrogênio presente ou liberado de outros componentes ou mistura destes fica sujeita à

apresentação de prescrição por profissional legalmente habilitado, na forma de receita simples. Além disso, na embalagem e rotulagem dos agentes clareadores deve constar, obrigatoriamente, em tarja vermelha e em destaque a expressão: Venda Sob Prescrição.

Esta medida da ANVISA foi de extrema valia e importância pois para que o clareamento seja realmente um procedimento seguro e eficaz, é necessário este que seja realizado sempre sob supervisão e orientação de um profissional da área.

2.2 Reação química do clareamento

Os primeiros relatos a respeito da reação do clareamento foram descritos por Kirk (1889), que afirmou que o sucesso do clareamento estava atrelado à quebra de pigmentos através de um agente químico. Classificou o agente clareador em oxidante quando os pigmentos eram destruídos pela remoção do hidrogênio e em redutor quando o oxigênio era removido. Dentre as substâncias oxidantes, citou o cloro, permanganato de potássio reduzido pelo ácido oxálico e peróxido de hidrogênio.

Mesmo sendo aplicado com sucesso na Odontologia ao longo de muitos anos, o mecanismo de ação do peróxido de hidrogênio no clareamento ainda não foi completamente elucidado (KIHN, 2007; MINOUX; SERFATY, 2008). Além disso, existem controvérsias em relação a sua efetividade quando associado às condições do meio, como pH, temperatura, presença de alguns íons, ativação com luz visível e luz ultravioleta (YOUNG et al., 2012).

Acredita-se que, por apresentar alto poder oxidante, o peróxido de hidrogênio se dissocia em meio alcalino, formando radicais livres tais como ânions de perhidroxila (GREGUS; KLAASSEN, 1995; SULIEMAN, 2008; MINOUX; SERFATY, 2008). Em outras situações, novos radicais livres podem ser originados por clivagem homolítica do peróxido de hidrogênio, seja pela ruptura da ligação O-H ou da O-O, dando origem às moléculas instáveis de $H^+ + OOH^-$ e $2OH^-$ (hidroxila), respectivamente (COTTON; WILKINSON, 1972; GREGUS; KLAASSEN, 1995).

Quando a reação de clareamento é iniciada fotoquimicamente pelo uso de luz ou laser, a quantidade destes radicais livres é ainda maior (KASHIMA-TANAKA, 2003).

Por serem instáveis, essas moléculas atuam na quebra de ligações duplas de carbono presentes nas longas cadeias orgânicas dos pigmentos, resultando em cadeias menores (JOINER, 2006; JOINER, 2007). Uma vez que os pigmentos apresentam seu tamanho reduzido, estes podem ser eliminados através da estrutura dentária ou então passam absorver uma menor quantidade de luz, aparentando mais claros (DAHL; PALLESEN, 2003).

Alguns estudos apontam ainda que o peróxido de hidrogênio pode, inclusive, se difundir até o órgão pulpar, ocasionando inflamação do tecido. Esse fenômeno, porém, depende do tempo de contato da substância com os substratos dentários, bem como de sua concentração. Além disso, a presença de alguma alteração na superfície do esmalte também pode influenciar nesse processo. Por serem fatores de fácil controle por parte do profissional, geralmente esta inflamação é considerada reversível (BHARTI; WADHWANI, 2013; FÉLIZ-MATOS; HERNÁNDEZ; ABREU, 2014)

Em relação ao peróxido de carbamida, este nada mais é que uma associação do peróxido de hidrogênio à ureia. Trata-se de uma ligação fraca e, na presença de meio aquoso, o peróxido de carbamida é quebrado e libera radicais livres capazes de infiltrar-se tanto pelo esmalte como pela dentina produzindo o efeito do clareamento (SULIEMAN, 2008). A ureia pode ainda ser decomposta em dióxido de carbono e amônia, elevando o pH do meio (BUDAVARI et al., 1989; DAHL; PALLESEN, 2003). Em meio básico uma menor quantidade de energia de ativação se faz necessária para a formação de radicais livres, tornando assim a velocidade da reação mais rápida e com resultados mais satisfatórios quando comparados aos obtidos em meio ácido (COTTON; WILKINSON, 1972; SUN, 2000; SULIEMAN, 2008).

Atualmente novas técnicas e produtos vêm sendo desenvolvidos (HIRATA, 2011), contudo, a reação do clareamento depende principalmente da concentração do agente clareador e da sua capacidade em quebrar as moléculas cromatogênicas orgânicas (DAHL; PALLESEN, 2003). Nesse contexto, até dentes manchados por

tetraciclina podem apresentar resultados satisfatórios frente ao clareamento. Isso deve-se ao fato do peróxido de hidrogênio ser capaz de degradar quimicamente as estruturas de quinonas insaturadas presentes na tetraciclina, transformando-as em moléculas mais claras (FEINMAN; MADRAY; YARBOROUGH, 1991; JOINER, 2006; KIHN, 2007). Sendo assim, a técnica caseira está indicada por períodos mais longos para que se obtenha melhores resultados nos dentes manchados por tetraciclina (LEONARD et al., 2003; KIHN, 2007)

O sucesso da técnica de clareamento só é possível devido à permeabilidade das estruturas dentárias que permitem que o gel clareador, de baixo peso molecular, se infiltre no interior do esmalte e da dentina (McEVOY, 1989; BITTENCOURT et al., 2010). Porém, a obtenção de excelentes resultados também está atrelada ao tempo e o número de sessões em que os dentes escurecidos foram expostos ao gel clareador, bem como tipo de alteração cromática, cor inicial do dente e idade do sujeito podem influenciar no resultado final do clareamento (DAHL; PALLESEN, 2003; KIHN, 2007).

2.3 Sistemas adesivos do tipo “Universal”

Os sistemas adesivos convencionais de três passos, seguido dos autocondicionantes de 2 passos, estão consagrados na literatura por seu excelente desempenho clínico. Tal afirmação pode ser justificada pelo fato de ambos apresentarem uma camada de adesivo hidrofóbica que impede a passagem de água pela camada híbrida, evitando assim sua degradação a longo prazo (PEUMANS et al., 2010; PASHLEY et al., 2011). Porém, apesar de serem considerados o padrão-ouro para adesão na Odontologia, a busca pela simplificação da técnica de aplicação dos sistemas adesivos nos diferentes substratos dentários (esmalte, dentina, dentina cariada, dentina esclerosada) continua sendo o alvo de muitas pesquisas (CHEN et al., 2015; ROSA; PIVA; DA SILVA 2015).

Nesse contexto destacam-se os adesivos autocondicionantes de passo único que tiveram melhorias consistentes na adesão à dentina e, apesar de apresentarem limitações na união ao esmalte, quando realizamos o condicionamento ácido prévio do esmalte é possível contornar este problema (PEUMANS et al., 2010; YOSHIDA et

al., 2012a). Entretanto, é válido ressaltar que a aplicação inadvertida do ácido fosfórico em dentina pode afetar negativamente a performance deste tipo de sistema adesivo (TORII et al., 2002; VAN LANDUYT et al., 2006).

Diante desta situação, com o intuito de eliminar possíveis complicações decorrentes da exposição da dentina ao ácido fosfórico e manter a praticidade de um produto de frasco único (aliando um método mais rápido com técnica menos sensível), surgiram os sistemas adesivos universais. Estes sistemas são extremamente versáteis uma vez que podem ser aplicados tanto no modo convencional como no modo autocondicionante (com ou sem condicionamento seletivo do esmalte), sem que haja prejuízos na qualidade da adesão (PERDIGAO; SEZINANDO; MONTEIRO 2012; HANABUSA et al., 2012; WAGNER et al., 2014; CHEN et al., 2015). Apesar de ser considerada uma classe de adesivos bastante recente, já existem inúmeras marcas comerciais disponíveis no mercado, tais como: All-Bond Universal (Bisco, Inc., Schaumburg, IL, USA), Adhese Universal (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), Clearfil Universal Bond (Kuraray Noritake Dental Inc., Tokyo, Japan), Futurabond U (Voco GmbH, Cuxhaven, Germany), G-Premio Bond (GC Corp., Tokyo, Japan), Peak Universal Bond (Ultradent Products, Inc., South Jordan, UT, USA), Prime&Bond Elect (Dentsply Caulk, Milford, DE, USA) e Scotchbond Universal (3M ESPE, St. Paul., MN, USA).

Um dos segredos para o sucesso clínico dos adesivos autocondicionantes, que também pode ser estendido aos adesivos universais, baseia-se no conceito de adesão-descalcificação (A-D), no qual acredita-se que a desmineralização dos tecidos dentários com ácidos fortes resulta em dissolução dos cristais de hidroxiapatita, eliminando a possibilidade de ligação química dessas estruturas com os monômeros resinosos funcionais presentes na composição dos sistemas adesivos em questão (YOSHIDA et al. 2001; VAN MEERBEEK et al., 2011; WAGNER et al., 2014). Dentre esses monômeros destaca-se o monômero ácido 10-MDP (10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate). Estudos apontam que, apesar da deposição de sais insolúveis de 10-MDP-cálcio apresentar efeitos mínimos na resistência de união à dentina, estes sais podem prevenir a degradação hidrolítica da camada híbrida, contribuindo para a longevidade da restauração adesiva (YOSHIDA et al., 2004; VAN MEERBEEK et al., 2011). Por outro lado, alguns autores afirmam ainda que o potencial do 10-MDP em produzir uma adesão

duradoura está diretamente relacionado à presença de outros monômeros resinosos no sistema adesivo, como é o caso do Scotchbond Universal que, além do 10-MDP, possui também o co-polímero do ácido alcenóico (presente na composição do Vitrebond) e hidroxietil metacrilato (HEMA). Esses monômeros resinosos competem com o 10-MDP para ligação com o cálcio, podendo comprometer a qualidade adesão (YOSHIDA et al., 2012b; CHEN et al., 2015).

Marchesi et al. (2014) afirmaram que a utilização do adesivo universal pode associar a retenção micromecânica obtida através do condicionamento seletivo do esmalte aos benefícios da adesão química proporcionada pela união dos monômeros resinosos funcionais aos cristais de hidroxiapatita residuais presentes nas fibrilas de colágeno.

Diante de todas essas informações, é válido finalizar esse capítulo ressaltando a reflexão de Chen et al. (2015) a respeito destes novos sistemas adesivos: “o aumento da versatilidade destes produtos comercializados atualmente não foi acompanhado por avanços tecnológicos para superar desafios antigos, tais como a eliminação de água da interface adesiva, a inibição da degradação do colágeno da camada híbrida e a colonização de bactérias que aumentam a susceptibilidade ao desenvolvimento de cáries secundárias. Os adesivos universais só devem ser validados e aplicados com responsabilidade a partir do momento que estudos laboratoriais de envelhecimento bem como acompanhamento clínico de restaurações a longo prazo estiverem disponíveis na literatura”.

2.4 Aspectos da adesão em esmalte hígido e em esmalte clareado

O desafio de prolongar a vida clínica das restaurações adesivas em meio oral vem sendo objeto de estudos na Odontologia há muitos anos. Sua durabilidade limitada pode ser justificada pelo fato de a cavidade bucal ser um meio aquoso extremamente dinâmico, que sofre alterações de temperatura e pH, sem contar nas diferentes intensidades de cargas mastigatórias e alimentos as quais as restaurações adesivas são submetidas (SANO et al., 1999; ARMSTRONG; KELLER; BOYER, 2001; DE MUNCK et al., 2003). De uma forma geral, a maioria das falhas

clínicas das restaurações adesivas estão associadas à perda de retenção e à deficiência na adaptação marginal (PEUMANS et al., 2005).

Quando o substrato em questão é o esmalte, podemos considerar que este desafio encontra-se relativamente controlado, haja vista que a união esmalte-resina obtida por meio de sistemas adesivos convencionais é considerada a mais estável ao longo dos anos (DE MUNCK et al., 2003; DE MUNCK et al., 2005; PEUMANS et al., 2005). Esta eficiência e estabilidade na adesão deve-se ao fato de ácido fosfórico 30-40% criar microporosidades no esmalte que posteriormente são infiltradas por monômeros resinosos, promovendo uma retenção micromecânica através do envolvimento individual dos cristais de hidroxiapatita expostos pela resina fluida (PEUMANS et al., 2005).

Além da retenção mecânica, a adesão química adicional pode ser benéfica em termos de durabilidade, assegurando uma adaptação do material aos tecidos dentários com redução da microinfiltração (SANO et al., 1999). A união química ao substrato dentário pode ocorrer através das fibras colágenas ou dos cristais de hidroxiapatita, sendo a primeira obtida na dentina por meio de ligações de hidrogênio, que são relativamente mais fracas e instáveis, principalmente em meio aquoso. O cálcio, presente na hidroxiapatita e em maior quantidade no esmalte, pode atuar como um receptor para a formação de fortes ligações iônicas, tornando a ligação a este substrato mais estável e duradoura (YOSHIDA et al., 2004).

O preparo biomecânico da cavidade também pode influenciar o processo de adesão em esmalte. Em cavidades do tipo classe III, IV e V, além de dentes anteriores fraturados, a finalização do preparo deve ser feita com a realização de bisel em esmalte. O bisel remove a camada aprismática do esmalte e expõe os prismas de forma transversal, além de ampliar a área de superfície, aumentando a efetividade da união adesiva a esse substrato (GARONE NETTO E GARONE FILHO, 1976; MONDELLI et al., 2006).

Apesar de se tratar de um procedimento seguro e eficaz, a adesão ao esmalte apresenta-se limitada nas seguintes situações: hipercalcificação do substrato, quando ocorre contaminação por sangue ou saliva e imediatamente após o clareamento (KOPPOLU et al., 2012; BITTENCOURT et al., 2010). Atenção especial

deve ser dada quando da associação de tratamentos estéticos como clareamento, seja caseiro ou de consultório, e procedimentos restauradores adesivos, desde os diretos menos complexos e mais conservadores tais como restaurações tipo classe III, IV e V, fraturas, reanatomização, fechamento de diastemas, facetas diretas até os mais invasivos e onerosos, como facetas indiretas e coroas totais.

A exposição ao gel clareador, seja peróxido de hidrogênio ou de carbamida, provoca alterações na superfície do esmalte, dando origem a porosidades e a um precipitado esbranquiçado. Quanto maior for o tempo de exposição, mais evidentes são essas alterações, que podem, de alguma forma, interferir na retentividade de restaurações adesivas (TITLEY; TORNECK; SMITH, 1988).

Outra justificativa para o prejuízo na adesão ao esmalte clareado baseia-se na liberação de oxigênio nascente durante e após a reação de clareamento (COTTON; WILKINSON, 1972; GREGUS; KLAASSEN, 1995; MINOUX; SERFATY, 2008; SULIEMAN, 2008). Uma vez presente no esmalte e na dentina, o oxigênio residual é capaz de inibir a polimerização completa da resina composta, trazendo prejuízos ao selamento marginal da restauração (DISHMAN; COVEY; BAUGHAN, 1994; MURAGUCHI et al. 2007; BITTENCOURT et al. 2010).

O peróxido de hidrogênio é instável na presença de água, dessa forma, a imersão dos dentes clareados em saliva dilui o oxigênio residual e também eleva o pH superficial, alterando as características da superfície mineral do esmalte, restaurando assim os valores de resistência adesiva (TORNECK et al. 1991; TITLEY et al. 1993; BITTENCOURT et al. 2010). A eliminação dos produtos do peróxido residual é dependente do tempo e, segundo a literatura pertinente, pode variar de 24 horas a 4 semanas (TITLEY; TORNECK; RUSE, 1992; DISHMAN; COVEY; BAUGHAN, 1994; CAVALLI et al., 2001; MURAGUCHI et al., 2007; GÖKCE et al., 2008; BITTENCOURT et al., 2010). Adibfar et al. (1992) afirmaram ainda que mesmo curtos períodos de imersão são capazes de eliminar o peróxido residual, contudo, somente a lavagem e secagem logo após o clareamento não são eficazes para removê-lo completamente.

Dessa forma, o ideal é adiar qualquer procedimento restaurador adesivo após o clareamento até que haja uma eliminação completa do oxigênio residual. Além de

garantir uma adesão eficaz, esse tempo de espera também garante maior estabilização da nova matriz do substrato dentário, proporcionando resultados mais harmônicos no que diz respeito à seleção da cor da resina em relação à cor dos dentes após o clareamento.

2.5 Potencial antioxidante das soluções aplicadas em dentes clareados

Diante da redução da resistência de união das restaurações adesivas realizadas em dentes recém-clareados, algumas estratégias vêm sendo estudadas com o intuito de reduzir o tempo de espera após o clareamento, dentre as quais destacam-se a aplicação de soluções antioxidantes (LAI et al., 2001; KAYA; TURKUN, 2003; TORRES; KOGA; BORGES, 2006; MURAGUCHI et al., 2007; SASAKI; FLÓRIO; BASTING, 2009; GARRIDO, 2011; GARCIA et al., 2012; TOSTES et al., 2013; BERGER et al., 2013; ALENCAR et al., 2016).

A substância antioxidante pode ser definida em diferentes contextos. Segundo o dicionário, trata-se de uma substância que se opõe à oxidação ou que inibe reações promovidas pelo oxigênio ou peróxidos. Em uma abordagem mais biológica, são substâncias naturais ou sintéticas adicionadas aos produtos para prevenir ou retardar sua deterioração por ação do oxigênio. Na Bioquímica e Medicina, os antioxidantes são enzimas ou substâncias orgânicas capazes de neutralizar os efeitos nocivos da oxidação em tecidos animais (HUANG; OU; PRIOR, 2005).

Os antioxidantes podem ter mais de um mecanismo de ação para a eliminação completa ou diminuição de radicais livres, podendo atuar das seguintes formas: remoção de oxigênio ou diminuindo a sua concentração local, remoção de íons metálicos reagentes e de oxigênio reativo, como oxigênio nascente (O_2) e peróxido de hidrogênio (H_2O_2), varrendo radicais livres iniciadores, quebrando a cadeia de uma sequência iniciada, estabilizando ou removendo o íon oxigênio na sua forma mais reativa chamada “singlet” (GUTTERIDGE, 1994). Baseado nas reações químicas das substâncias ou produtos antioxidantes, a avaliação do seu potencial pode ser dividida em duas categorias: método baseado na reação de transferência de um átomo de hidrogênio e método baseado na reação de

transferência de elétron individual. Ambos os métodos se destinam a medir a capacidade de eliminação de radicais livres (HUANG; OU; PRIOR, 2005).

As alterações na composição mineral da superfície do esmalte após o clareamento são reversíveis em virtude do potencial oxirredutor dos componentes orgânicos presentes em sua matriz. Especula-se que, temporariamente, ocorra uma troca de íons na matriz de hidroxiapatita do esmalte clareado. Essa troca iônica é termodinamicamente desfavorável, contudo este processo pode ser revertido com a aplicação de antioxidantes (LAI et al., 2002) presentes em substâncias como ascorbato de sódio, ácido ascórbico, catalase, álcool, acetona, glutathione, alfa-tocoferol, bicarbonato de sódio e chá verde (KAYA; TURKUN, 2003; TORRES; KOGA; BORGES, 2006; MURAGUCHI et al., 2007; SASAKI; FLÓRIO; BASTING, 2009; GARCIA et al., 2012; TOSTES et al., 2013; BERGER et al., 2013; ALENCAR et al., 2016).

A maioria dos estudos avaliam a ação dessas substâncias através de testes de resistência de união na interface adesiva após clareamento, encontrando valores semelhantes ou não aos dentes não clareados e restaurados. Porém, quando se trata da avaliação do potencial antioxidante propriamente dito, o número de estudos torna-se bastante limitado (GARCIA et al., 2012).

Nesse contexto, vale evidenciar o estudo desenvolvido por Garcia et al. (2012) no qual diferentes substâncias antioxidantes utilizadas após o clareamento foram avaliadas através do método DPPH (2,2-diphenyl-1-picryl-hydrazyl-hydrate). Trata-se de um método baseado na transferência de um elétron que é capaz de produzir uma solução violeta em álcool. Este radical livre, estável em temperatura ambiente, é reduzido na presença de uma molécula antioxidante, promovendo assim a alteração de cor na solução de álcool. Nesse estudo foi avaliada a atividade antioxidante de quinze substâncias: solução de ácido ascórbico 10%, gel de ácido ascórbico a 10%, solução de ascorbato de sódio 10%, gel de ascorbato de sódio 10%, bicarbonato de sódio 10%, neutralize®, desensibilize®, catalase c-40 10mg/mL, solução alcoólica 10% de alfa-tocoferol, Listerine®, clorexidina 0,12%, crotonLechleri, solução aquosa 10% de uncaria Tomentosa, saliva artificial e fluoreto de sódio 0,05%. Dentre estas, as que apresentaram os mais altos valores de atividade antioxidante foram a solução e o gel de ácido ascórbico 10%, solução e gel

de ascorbato de sódio 10%, bicarbonato de sódio 10% e solução alcoólica 10% de alfa-tocoferol.

No que diz respeito ao restabelecimento da resistência de união, um dos agentes antioxidantes mais investigados é o ascorbato de sódio, seja na forma de solução ou gel (KIMYAI; VALIZADEH, 2006; KAYA; TÜRKÜN; ARICI, 2008; DABAS; PATIL; UPPIN, 2011). Lai et al. (2002) verificaram que os valores de resistência adesiva foram elevados quando se aplicou o gel ascorbato de sódio 10% no esmalte clareado, afirmando que esta substância seria capaz de neutralizar e reverter os efeitos oxidantes dos agentes clareadores. Em relação ao seu tempo de aplicação, não há um consenso na literatura podendo este variar de 10 minutos até 8 horas (LAI et al., 2001; LAI et al., 2002; KIMYAI; VALIZADEH 2006; GÖKCE et al., 2008; KAYA; TÜRKÜN; ARICI, 2008; DABAS; PATIL; UPPIN, 2011; KHOROUSHI; AGHELINEJAD, 2011). Apesar de ser considerado o “padrão-ouro” das substâncias antioxidantes nas pesquisas em clareamento, o ascorbato de sódio é de difícil obtenção e armazenamento, sem contar no fato de apresentar estabilidade bem reduzida (BRISO et al., 2012).

Outra substância antioxidante recentemente testada é a solução de bicarbonato de sódio 10% (TORRES; KOGA; BORGES, 2006; GARCIA et al., 2012; TOSTES et al., 2013; ALENCAR et al., 2016). Normalmente este produto é indicado pelo fabricante para neutralizar os efeitos adversos do gel clareador nos tecidos moles. Porém, além dessa propriedade, seu alto pH (em torno de 8,67) permite a desestabilização da molécula do peróxido de hidrogênio, acarretando em sua decomposição e inativação (TORRES; KOGA; BORGES, 2006), favorecendo assim adesão ao esmalte clareado. Outra grande vantagem é que o bicarbonato de sódio é de fácil obtenção, estando presente na maioria dos kits de clareamento e ainda possui estabilidade química suficiente para ser armazenado (TOSTES et al., 2013; ALENCAR et al., 2016). Alencar (2013) verificou que após o envelhecimento de 6 meses, a solução de bicarbonato de sódio 10% conseguiu manter sua efetividade na resistência de união aos dentes clareados.

2.6 Teste de resistência de união por microtração

A resistência de união da resina composta unida ao esmalte clareado pode ser avaliada por inúmeros testes, dentre os quais destacam-se na literatura os testes de microtração e cisalhamento (LAI et al., 2002; KIMYAI; VALIZADEH 2006; TORRES; KOGA; BORGES, 2006; ARCARI et al. 2007; MURAGUCHI et al. 2007; GÖKÇE et al. 2008; KAYA; TÜRKÜN; ARICI, 2008; MINOUX; SERFATY, 2008; SASAKI; FLÓRIO; BASTING, 2009; KHOROUSHI; AGHELINEJAD, 2011; LAGO; DE FREITAS; NETTO, 2011; ROCHA GOMES TORRES et al., 2012; ALENCAR et al., 2016).

O teste de microtração vem sendo amplamente utilizado desde que foi introduzido por Sano et al. (1994) e os valores são obtidos pela razão entre a carga (kgf) no momento da fratura e a área de secção transversal do espécime em mm². Ao comparar com o teste de tração na versão macro, esse método apresenta inúmeras vantagens, tais como: obtenção de inúmeros espécimes a partir de um único dente, avaliação da resistência de união em diferentes regiões do espécime como por exemplo centro versus periferia, distribuição mais uniforme da carga em menor área de superfície, gerando a maior parte das falhas na interface adesiva (SANO et al., 1994; PASHLEY et al., 1999; SCHERRER; CESAR; SWAIN, 2010; VAN MEERBEEK et al., 2010; LI et al., 2011). O teste de microtração é considerado extremamente versátil já que é possível realizar diversos tipos de delineamento experimental com melhor controle da variável substrato, uma vez que vários espécimes são obtidos a partir do mesmo dente (VAN MEERBEEK et al., 2010).

Em relação ao preparo dos espécimes, existem na literatura inúmeros protocolos disponíveis, principalmente no que diz respeito ao desgaste superficial realizado na região da interface adesiva, deixando o espécime em formato de ampulheta. O preparo sem esse tipo de desgaste é definitivamente mais fácil e rápido. Por outro lado, espécimes preparados no formato de ampulheta permitem um melhor direcionamento da tensão na interface adesiva. Entretanto, é válido ressaltar que este desgaste deve ser feito cuidadosamente, uma vez que esse procedimento pode propagar fendas e/ou falhas pré-existentes na interface adesiva ocasionando fratura prematura (SADEK et al., 2006; NEVES et al., 2008; VAN MEERBEEK et al., 2010).

Apesar de ser um teste muito utilizado, ainda existem divergências no que diz respeito à quantidade mínima de dentes/espécimes para realizar a análise estatística de forma adequada (ROULET; VAN MEERBEEK, 2007). Outro problema relacionado ao teste de microtração envolve a falta de padronização sobre como as falhas prematuras devem ser registradas: se estas deveriam ser excluídas da amostra, se devem ser avaliadas com resistência de união igual a 0 MPa ou ainda se deve atribuir um valor pré-determinado para este tipo de fratura (ECKERT; PLATT, 2007; SARR et al., 2009).

Por fim, mesmo com os inconvenientes relatados acima, especula-se que cerca de 60% dos trabalhos na literatura que avaliam resistência de união utilizaram o teste de microtração (DE MUNCK et al., 2009). Pashely et al. (1999) afirmaram que este método é ideal para avaliar o desempenho, a longo prazo, da união das restaurações adesivas aos substratos dentários.

2.7 Espectroscopia micro-Raman

A espectroscopia micro-Raman é uma ferramenta extremamente útil para a avaliação do grau de conversão dos sistemas restauradores adesivos, uma vez que mede o percentual de ligações duplas convertidas em ligações simples e permite a análise química da camada híbrida. Embora outras técnicas como FTIR também possam fornecer um mapa de alta resolução espacial das alterações vibracionais moleculares, a espectroscopia micro-Raman destaca-se na literatura por ser pouco sensível à presença de água e por não destruir os espécimes para a realização das leituras (MILETIC; SANTINI; TRKULJA, 2009; NAVARRA et al., 2016).

O grau de conversão é definido pela proporção da quantidade de ligações duplas C=C após a conversão de monômero para polímero, avaliando-se as ligações duplas alifáticas e aromáticas antes e após a polimerização (MILETIC; SANTINI; TRKULJA, 2009).

Um baixo grau de conversão acarreta em comprometimento das propriedades físico-mecânicas dos adesivos, fato este que aumenta a susceptibilidade ao processo de degradação da camada de adesivo. Por sua vez, um menor grau de

conversão gera maior diluição dos monômeros, afetando negativamente a longevidade da união (FERRACANE, 1994; NAVARRA et. al, 2016)

Segundo Sakano et al. (2013), o grau de conversão pode variar de acordo com o tipo de sistema adesivo, podendo ainda ser influenciado pela quantidade de solvente/água residual, monômeros presentes na composição do adesivo e/ou iniciador da reação de polimerização.

Nesse contexto, como não há na literatura nenhum estudo disponível avaliando a adesão em dentes clareados através do grau de conversão, este trabalho terá como objetivo avaliar o grau de conversão (por meio da Espectroscopia micro-Raman) de um adesivo universal no esmalte clareado tratado previamente com uma substância antioxidante (solução de bicarbonato de sódio 10%).

3 PROPOSIÇÃO

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo *in vitro* foi avaliar a influência do tempo de aplicação (3, 5 e 10 minutos) do bicarbonato de sódio a 10% na qualidade de união de um sistema adesivo universal ao esmalte bovino clareado com peróxido de hidrogênio a 35%. As seguintes hipóteses nulas foram testadas:

1. Não há diferença na resistência de união ao esmalte bovino clareado, em função da aplicação ou não da solução de bicarbonato de sódio 10% em diferentes tempos;
 2. Não há diferença na resistência de união ao esmalte bovino clareado, em função do tempo de envelhecimento dos espécimes após o tratamento (imediato ou 6 meses);
 3. Não há diferença no grau de conversão de um sistema adesivo em esmalte bovino clareado, em função da aplicação ou não da solução de bicarbonato de sódio 10% em diferentes tempos.
-
-

4 MATERIAL E MÉTODOS

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

Quadro 1: Material utilizado

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE	CLASSIFICAÇÃO
Total Blanc Office	Seringa A: Peróxido de hidrogênio 35% Seringa B: Espessante, extratos vegetais, amida, agente sequestrante, glicol, corante e água	Nova DFL Indústria e Comércio S.A., Rio de Janeiro, Brasil	Agente clareador
Solução de Bicarbonato de sódio 10%	Bicarbonato de sódio 10%, conservante e água	Nova DFL Indústria e Comércio S.A., Rio de Janeiro, Brasil	Antioxidante
Condac 37	Ácido fosfórico a 37%, Espessante, Corante e água deionizada	Dentscare Ltda, FGM, Joinville, Santa Catarina, Brasil	Condicionador dental
Scotchbond Universal	BIS-GMA, metacrilato de 2-hidroxietila, sílica tratada com silício, álcool etílico, decametileno dimetacrilato, água, 1,10-decanodiol fosfato metacrilato, copolímero de acrílico e ácido itacônico, canforoquinona, N,N-dimetilbenzocaína, metacrilato de 2-dimetilamonoetilo, metil etil cetona (pH 2,7)	3M do Brasil Ltda., Sumaré, São Paulo, Brasil	Adesivo universal
Filtek Z350	Cerâmica tratada com silano, BIS-GMA, BIS-EMA (6), sílica tratada com silano, sílica-óxido de zircônia tratado com silano, diuretano dimetacrilato, dimetacrilato polietilenoglicol, TEGDMA, BHT e pigmentos.	3M do Brasil Ltda., Sumaré, São Paulo, Brasil	Resina Nanohíbrida

4.2 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Este trabalho foi desenvolvido através de uma pesquisa *in vitro* em duas etapas nas quais foi avaliada a influência da solução de bicarbonato de sódio 10% como pré-tratamento ao procedimento restaurador em esmalte clareado com peróxido de hidrogênio a 35%. Para as duas etapas, o fator de estudo foi o mesmo: tratamento (em cinco níveis: sem clareamento, com clareamento, com clareamento seguido da aplicação da solução de bicarbonato de sódio 10% por 3, 5 ou 10 minutos). Na primeira etapa, realizada na Faculdade de Odontologia de Bauru – Universidade de São Paulo (USP), foi avaliada a resistência de união e, além do tratamento, foi avaliado o fator tempo de armazenamento (em dois níveis: imediato e 6 meses). As variáveis de resposta foram análise da resistência de união por microtração e microscopia óptica. Na segunda etapa, realizada na Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem – Universidade Federal do Ceará (UFC), foi avaliado o grau de conversão de um sistema adesivo universal com apenas um fator de estudo, o tratamento. Nesta etapa a variável de resposta foi a espectroscopia micro-Raman.

4.3 PREPARO DOS ESPÉCIMES

Cento e dez coroas de incisivos bovinos foram selecionadas, mantidas e renovadas em solução supersaturada de timol a 0,1%. Uma análise prévia das dimensões méso-distal e do comprimento original foi realizada para selecionar unidades similares. Dentes com trincas, rachaduras ou fissuras na superfície da coroa foram excluídos da amostra.

Os dentes foram fixados com cera pegajosa (Asfer Indústria Química Ltda, São Caetano do Sul, SP, Brasil) em um dispositivo para adaptação na máquina de corte manual Isomet Low Speed Saw (South Bay Technology Inc., Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) (Figuras 1 e 2). Os dentes foram seccionados nos sentidos méso-distal e inciso-cervical com dois discos diamantados dupla face (Exttec Dia, Wafer blade 5"x. 015x1/2, cód. 12240, Exttec Corp, Enfield, CT, EUA) separados por um espaçador de 4mm, em baixa velocidade e sob refrigeração contínua, a fim de se

obter um fragmento quadrangular de 4 x 4 mm (Figura 3). Os fragmentos que apresentaram rachaduras ou defeitos estruturais foram descartados, bem como a face palatina foi excluída.

Figura 1: Máquina de corte Isomet Low Speed Saw.

Figura 2: Corte do dente bovino

Figura 3: Espécime com dimensões de 4X4mm.

Para padronização das superfícies de esmalte, os espécimes foram planificados e polidos com discos de lixa de água. Para isso, os fragmentos foram fixados com cera pegajosa em bastão no centro de um disco de acrílico (30 mm de diâmetro por 6 mm de espessura) com a face externa do espécime voltada para o disco. Em seguida, o conjunto (espécime/disco) foi adaptado à Politriz Metalográfica (Aropol 2V, Arotec S.A. Indústria e Comércio - Cotia, SP, Brasil) (Figura 4) para planificar primeiramente a dentina com disco de lixa de carbetto de silício de granulação 400 (Norton Abrasivos - São Paulo, SP, Brasil). A Politriz Metalográfica foi acionada em baixa velocidade por 1 minuto, com peso de 172g sobre os espécimes e refrigeração abundante.

Em seguida, os espécimes foram retirados dos discos e fixados novamente, porém, desta vez, com a face interna voltada para o disco para a planificação e polimento da superfície de esmalte (Figura 5). Para a planificação foram utilizados discos de lixa de carbeto de silício de granulações 320 e 400 (Norton Abrasivos - São Paulo, Brasil) e para o polimento as granulações 600 e 1200, sendo despendidos, em média, 2 minutos para cada lixa (Figura 6). As superfícies de esmalte foram aplainadas cuidadosamente para que não houvesse exposição da dentina. Esse controle foi realizado com estereomicroscópio com lente de 40x de aumento (Zeiss, Stemi 2000-C, AxioCam MRc (Carl Zeiss Microimaging GMBH - Göttingen, Alemanha). Após esse controle, com o intuito de remover os resíduos dos grânulos das lixas, os espécimes já planificados e polidos foram inseridos no ultrassom (Ultrasonic Cleaner 1440D - Ribeirão Preto, SP, Brasil) por 5 minutos, lavados em água corrente e secos com gaze.

Figura 4: Politriz Metalográfica

Figura 5: Espécime antes da planificação

Figura 6: Espécime após a planificação

4.3.1 Grupos estudados

Após o preparo padronizado, os 110 espécimes selecionados foram divididos aleatoriamente em cinco grupos (n=22) (Quadro 2).

Quadro 2: Grupos estudados

GRUPOS	TRATAMENTOS
Grupo C (controle)	Sem clareamento com procedimento restaurador
Grupo B	Clareamento com Peróxido de Hidrogênio 35% seguido de procedimento restaurador imediato.
Grupo BS3	Clareamento com Peróxido de Hidrogênio 35% + aplicação de bicarbonato de sódio 10% por 3 min + procedimento restaurador imediato.
Grupo BS5	Clareamento com Peróxido de Hidrogênio 35% + aplicação de bicarbonato de sódio 10% por 5 min + procedimento restaurador imediato.
Grupo BS10	Clareamento com Peróxido de Hidrogênio 35% + aplicação de bicarbonato de sódio 10% por 10 min + procedimento restaurador imediato.

4.3.2 Clareamento dos Espécimes

Inicialmente, foi realizada a profilaxia dos espécimes com escova de Robinson e pedra pomes fina em baixa rotação (Kavo do Brasil S.A. Indústria e Comércio - Joinville, SC, Brasil). Em seguida, os dentes foram lavados com água deionizada e secos com jatos de ar.

O gel clareador Total Blanc Office (Figura 7), à base de peróxido de hidrogênio 35%, foi manipulado de acordo com as recomendações do fabricante e aplicado sobre as superfícies de esmalte em todos grupos durante 20 minutos (Figura 8), exceto no grupo controle. Após esse período, o gel foi removido e uma nova camada (cerca de 1mm de espessura) foi aplicada por mais 20 minutos. Após o procedimento clareador, os espécimes foram lavados e imersos em água destilada.

Figura 7: Gel clareador Total Blanc Office (Nova DFL).

Figura 8: Aplicação do gel clareador

4.3.4 Aplicação da solução de bicarbonato de sódio 10%

A solução de bicarbonato de sódio 10%, que acompanha o kit do gel clareador (Figura 9), foi aplicada passivamente com “microbrush” nas superfícies de esmalte (Figura 10) previamente clareadas dos grupos BS3, BS5 e BS10 durante 3, 5 e 10 minutos, respectivamente.

Figura 9: Solução de bicarbonato de sódio 10%

Figura 10: Aplicação da solução de bicarbonato de sódio 10%

4.3.5 Procedimento restaurador

Previamente à realização das restaurações, os espécimes foram lavados com água deionizada e separados de acordo com o tratamento recebido. Como o esmalte é o substrato em questão, optou-se por aplicar o sistema adesivo Scotchbond Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) no modo convencional. Dessa forma, seguindo as recomendações do fabricante, iniciou-se o procedimento adesivo

com o condicionamento das superfícies de esmalte com ácido fosfórico 37% (Condac 37, FGM, Joinville, Santa Catarina, Brasil) durante 15 segundos (Figura 11), seguido de lavagem abundante pelo mesmo tempo de aplicação. As superfícies foram secas com jatos de ar e uma única camada do sistema adesivo foi aplicada de forma ativa durante 20 segundos (Figura 11), seguida de um leve jato de ar durante 5 segundos com a finalidade de contribuir para a evaporação do solvente e, finalizando, foi realizada a fotoativação do adesivo durante 10 segundos (Coltolux LED, Coltène/Whaledent Inc., Ohio, USA- 1000mW/cm²).

A restauração foi realizada com a resina composta nanohíbrida Filtek Z350-cor A2 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) em incrementos de 1 mm de altura (Figura 13), obtendo-se uma coroa de 4mm (Figura 14). Cada incremento de resina foi fotoativado por 20 segundos e a última camada fotoativada por 40 segundos.

Figura 11: Condicionamento com ácido fosfórico 37% durante 15seg.

Figura 12: Aplicação do sistema adesivo Scotchbond Universal

Figura 13: Aplicação de incrementos de 1mm de resina composta microhíbrida.

Figura 14: Restauração finalizada com 4mm de altura.

Os espécimes foram imersos em saliva artificial (Quadro 3) de acordo com Vieira et al. (2005) e armazenados em estufa a $37 \pm 1^{\circ}\text{C}$ durante 24 horas.

Quadro 3: Composição da saliva artificial

SUBSTÂNCIAS	FÓRMULA MOLECULAR	CONCENTRAÇÃO (g)
Nitrato de cálcio	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	1,5 mM (0,3542g)
Fosfato de sódio dibásico dihidratado	$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0,9 mM (0,1601g)
Cloreto de potássio	KCl	0,15M (11,1825g)
Tris (hidroximetil) aminometano	$(\text{HOCH}_2)_3\text{CNH}_2$	0,02M (2,4228g)
Fluoreto de sódio	NaF	0,05 ppm (500µl)
Água destilada		Q.S.P
pH		7,0

(Laboratório de Bioquímica, FOB-USP, Bauru, SP, Brasil)

4.4 PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA O TESTE DE MICROTRAÇÃO

Após 24 horas do procedimento restaurador, 20 espécimes de cada grupo (10 para avaliação imediata e 10 para avaliação após 6 meses) foram secos e fixados com cera pegajosa em dispositivo cilíndrico adaptado à máquina de corte manual Isomet Low Speed Saw. Primeiramente, o conjunto dente-restauração foi seccionado no sentido vestibulo-lingual (Figura 15), obtendo-se fatias em torno de 1mm de espessura. Em seguida, modificando a posição inicial do dispositivo em 90° , as fatias foram cortadas no sentido méso-distal (Figura 16), determinando palitos com dimensões aproximadas de 1mm X 1mm.

Figura 15: Secção do conjunto dente-restauração no sentido vestibulo-lingual.

Figura 16: Secção do conjunto dente-restauração no sentido mésio-distal.

Foram obtidos, em média, 4 palitos por espécime (Figura 17) (os palitos das extremidades foram descartados afim de favorecermos a padronização), e estes foram divididos de acordo com o tempo de armazenamento: 24 horas e 6 meses. Até o momento da realização do teste, os palitos foram armazenados em saliva artificial dentro de estufa (Estufa 502, Fanem, São Paulo, Brasil), sendo realizada semanalmente a renovação da saliva.

Figura 17: Obtenção de palitos com dimensões de 1mm X 1mm.

4.4.1 Ensaio mecânico de microtração

Passado o período de armazenamento, cada espécime foi fixado individualmente pelas extremidades com adesivo à base de cianocrilato (Super bonder Flex Gel Control, Loctite, São Paulo, SP, Brasil) ao dispositivo tipo Bencor da máquina Instron 3342 (Instron Co., Canton, MA, EUA) (Figura 18) e testado sob força de tração, perpendicular à interface adesiva, com velocidade de 0,5 mm/min

até a ruptura do palito (Figura 19). Após a fratura, o espécime foi removido do dispositivo de ensaio com uma lâmina de bisturi nº 15. A área transversal de união correspondente à fratura foi medida utilizando paquímetro digital (Messen Sensor Technology Co,Guangdong, China).

Figura 18: Palito antes do teste microtração.

Figura 19: Palito após o teste de microtração.

A tensão necessária para ocasionar a ruptura dos espécimes foi obtida pela razão entre a carga (kgf) no momento da fratura e a área de secção transversal do espécime em mm². Em seguida, os valores foram convertidos em MPa.

4.4.2 Análise de Microscopia Óptica

Após a ruptura do espécime, as superfícies fraturadas de cada palito foram avaliadas com o auxílio de um estereomicroscópio digital (200x DINO-LITEplus digital microscope, AnMo Eletronic Corporation, Hsinchu, China) (Figura 20) para identificar o tipo de fratura resultante. As falhas foram classificadas como:

- Falha adesiva: quando a fratura for localizada na interface substrato/material restaurador;
 - Falha coesiva em esmalte: quando a fratura ocorrer no substrato (esmalte);
 - Falha coesiva em resina composta: quando a fratura ocorrer no material restaurador;
 - Falha mista: quando houver uma combinação de fratura adesiva e coesiva.
-

Figura 20: Estereomicroscópio digital (DINO-LITEplus digital microscope).

4.4.3 Análise estatística

Os dados foram tabelados considerando as seguintes variáveis: tratamento e tempo de armazenamento. Após passarem pelo teste de Normalidade ($p=0,483$), as análises foram realizadas pelo teste de ANOVA a dois critérios e comparações múltiplas com Tukey, ambos com $p<0,05$.

4.5 PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA ESPECTROSCOPIA MICRO-RAMAN

Após 24 horas do procedimento restaurador, 2 espécimes de cada grupo foram seccionados no sentido vestibulo-lingual na máquina de corte manual Isomet (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) em 3 fatias de aproximadamente 1mm (Figura 21). Na sequência, as fatias foram polidas com disco de lixa de carbeto de silício de granulação 2000 (Norton Abrasivos - São Paulo, SP, Brasil) acoplado à Politriz Metalográfica, que foi acionada em baixa velocidade por 1 minuto, com peso de 172g sobre os espécimes e refrigeração abundante. Após o polimento, as fatias foram inseridas no ultrassom (Ultrasonic Cleaner 1440D - Ribeirão Preto, SP, Brasil) por 5 minutos (Figura 22) com o intuito de remover os resíduos dos grânulos da lixa, lavados em água corrente e secos com gaze.

Figura 21: Fatias com 1mm de espessura após o polimento

Figura 22: Ultrassom utilizado para remoção dos resíduos dos grânulos de lixa

4.5.1 Análise do grau de conversão na interface adesiva

A espectroscopia Raman é baseada na captação das vibrações moleculares próprias de cada elemento, dessa forma, obtêm-se uma avaliação qualitativa e quantitativa de toda interface adesiva. Para a análise do grau de conversão foram selecionadas 3 fatias de cada grupo e o registro dos espectros foi obtido empregando o equipamento micro-Raman LabRam (Horiba, Paris, França) (Figura 23). Inicialmente, o espectrômetro micro-Raman foi calibrado em zero e os valores para coeficiente foram obtidos utilizando um espécime de silício. Em seguida, a interface de cada espécime foi localizada com o auxílio de um microscópio óptico com lente de aumento de 100X. Os espécimes foram analisados de acordo com os seguintes parâmetros: excitação dos espécimes com laser de argônio operando a 538 nm, sendo a análise realizada em 1 ponto da interface adesiva, com resolução espacial de aproximadamente 3 micrômetros. O espectro foi obtido a uma resolução $\sim 4\text{cm}^{-1}$, sob uma região de espectro entre $1580\text{-}1660\text{cm}^{-1}$, verificando a altura dos picos 1608cm^{-1} e 1637cm^{-1}

O espectro do adesivo não polimerizado também foi utilizado como referência.

Figura 23: Espectrômetro micro-Raman LabRam

4.5.2 Análise estatística

Os dados foram tabelados considerando a variável do tratamento. Apresentando distribuição normal, as análises foram realizadas pelo teste de ANOVA um critério e comparações múltiplas com Tukey, ambos com $p < 0,05$.

5 RESULTADOS

5 RESULTADOS

5.1 Resistência de união avaliada por microtração

Para a variável de resposta resistência de união por microtração, nenhum dos fatores testados apresentou significância: tratamento ($p=0,349$) e tempo ($p=0,234$). Não houve interação estatisticamente significativa entre os fatores tratamento e tempo ($p=0,198$).

Os valores de média e desvio-padrão de resistência de união após os diferentes tratamentos estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Valores de média (MPa) e desvio-padrão de resistência adesiva dos grupos avaliados nos dois tempos de armazenamento

GRUPO	24 HORAS		6 MESES	
	MÉDIA (DP)		MÉDIA (DP)	
C (CONTROLE)	26,77 (6,38)	Aa	25,32 (6,81)	Aa
B	26,42 (7,69)	Aa	26,42 (3,91)	Aa
BS3	23,95 (4,62)	Aa	22,98 (3,25)	Aa
BS5	23,65 (3,91)	Aa	26,64 (3,74)	Aa
BS10	23,42 (4,29)	Aa	29,30 (4,78)	Aa

Letras maiúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre linhas ($p<0,05$)

Letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre colunas ($p<0,05$)

N=10

5.1.1 Tipos de fratura

A partir da análise dos espécimes por microscopia óptica, foram identificadas diferentes tipos de falhas na interface, representadas na tabela 2 e no gráfico 1.

Tabela 2 - Relação entre ocorrência e o tipo de falha nos dois tempos de armazenamento

TIPO DE FALHA	% DE FALHAS (24 HORAS)	% DE FALHAS (6 MESES)
ADESIVA	52,69%	49,04%
COESIVA EM ESMALTE	37,13%	45,22%
COESIVA EM RESINA	5,39%	5,10%
MISTA	4,79%	0,64%

Gráfico 1: Porcentagem (%) dos tipos de falhas para os diferentes grupos experimentais nos diferentes tempos de armazenamento

É possível verificar através do gráfico 1 que, na avaliação imediata, os grupos tratados com a solução de bicarbonato de sódio 10% apresentaram predominância nas falhas do tipo adesiva, enquanto os grupos C e B apresentaram maior incidência de falhas coesivas em esmalte. Após 6 meses de envelhecimento, verificou-se que o percentual de falhas adesivas e coesivas em esmalte foi bem aproximado em todos os grupos.

5.2 Grau de conversão avaliado por espectroscopia micro-Raman

Na avaliação da variável de resposta grau de conversão de um sistema adesivo universal por espectroscopia micro-Raman, verificou-se que o fator de estudo “tratamento” não apresentou significância estatística ($p=0,808$).

Os valores de média e desvio-padrão de grau de conversão (%) após os diferentes tratamentos estão apresentados na Tabela 3 e no gráfico 2.

Tabela 3 - Valores de média e desvio-padrão do grau de conversão (%) dos grupos avaliados

GRUPO	GRAU DE CONVERSÃO (%)	
	(MÉDIA e DP)	
C (CONTROLE)	71,10 (4,43)	A
B	72,11 (6,00)	A
BS3	73,98 (4,97)	A
BS5	69,25 (3,65)	A
BS10	70,56 (5,09)	A

Letras maiúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre linhas ($p<0,05$)

Gráfico 2 - Valores médios do grau de conversão (%) dos grupos avaliados

6 DISCUSSÃO

6 DISCUSSÃO

Existe um consenso na literatura que as restaurações realizadas em esmalte (principalmente quando essa união é obtida através do uso do ácido fosfórico previamente ao adesivo) apresentam maior durabilidade e estabilidade ao longo dos anos (DE MUNCK et al., 2003; DE MUNCK et al., 2005; PEUMANS et al., 2005). Entretanto, sabe-se ainda que em algumas situações essa adesão pode ser questionada, como por exemplo após os tratamentos clareadores. Alguns autores afirmam que este procedimento altera a superfície do esmalte enquanto outros defendem a ideia de que o oxigênio residual da reação de clareamento interfere na adesão ao substrato (COTTON; WILKINSON, 1972; TITLEY; TORNECK; SMITH, 1988; HAYWOOD; HEYMANN, 1991; DISHMAN; COVEY; BAUGHAN, 1994; GREGUS; KLAASSEN, 1995; MURAGUCHI et al., 2007; MINOUX; SERFATY, 2008; SULIEMAN, 2008; BITTENCOURT et al., 2010; BRISO et al., 2012). Levando em consideração a segunda hipótese, algumas estratégias vêm sendo estudadas com o intuito de remover o oxigênio residual precocemente e melhorar a adesão em dentes clareados, dentre as quais destacam-se as substâncias antioxidantes (LAI et al., 2001; KAYA; TURKUN, 2003; TORRES; KOGA; BORGES, 2006; MURAGUCHI et al., 2007; SASAKI; FLÓRIO; BASTING, 2009; GARRIDO, 2011; GARCIA et al., 2012; TOSTES et al., 2013; BERGER et al., 2013; ALENCAR et al., 2016; KAVITHA et al., 2016).

Nesse contexto, esta pesquisa teve por objetivo investigar a adesão ao esmalte bovino clareado, avaliando o potencial antioxidante da solução de bicarbonato de sódio 10% aplicada em diferentes tempos. A adesão foi avaliada por testes de resistência de união (microtração imediata e após 6 meses) e o grau de conversão na interface adesiva (espectroscopia micro-Raman).

Apesar do ascorbato de sódio (solução ou gel) ser considerado padrão-ouro para esta finalidade (KIMYAI; VALIZADEH, 2006; KAYA; TÜRKÜN; ARICI, 2008; DABAS; PATIL; UPPIN, 2011; BRISO et al., 2012), este produto é de difícil obtenção, uma vez que é necessário sua manipulação em farmácias especializadas. Outro ponto negativo desta solução é que apresenta prazo curto de validade por ter

estabilidade reduzida (BRISO et al., 2012; ALENCAR et al., 2016). Em relação ao seu tempo de aplicação, ainda não existe um consenso na literatura, por exemplo, no trabalho de Ozelin et al. (2014) foi concluído que esta substância deveria ser aplicada por no mínimo 60 minutos para conseguir restabelecer os valores de resistência de união, fato que dificulta sua aplicação clínica.

Diante disto, no presente trabalho, optou-se por avaliar o bicarbonato de sódio por ser uma substância de fácil obtenção, uma vez que acompanha a maioria dos kits de clareamento (TOSTES et al., 2013; ALENCAR et al., 2016). É importante mencionar ainda que, segundo Lima et al. (2015), quando se aplica o bicarbonato de sódio como ativador químico juntamente ao peróxido de hidrogênio em alta concentração, é possível proteger o conteúdo orgânico do esmalte, evidenciando como é vantajoso associar essa substância ao gel clareador. Além disso, Tostes et al. (2013), Garcia et al. (2012) e Alencar et al. (2016) apresentaram resultados promissores do bicarbonato de sódio sendo aplicado como antioxidante após tratamento clareador.

De acordo com a literatura, dentre os testes que avaliam o comportamento das restaurações adesivas em esmalte clareado, destacam-se o teste de cisalhamento (KIMYAI; VALIZADEH 2006; TORRES; KOGA; BORGES, 2006; MURAGUCHI et al. 2007; GÖKÇE et al. 2008; KAYA; TÜRKÜN; ARICI, 2008; SASAKI; FLÓRIO; BASTING, 2009; KHOROUSHI; AGHELINEJAD, 2011; MAZAHARI et al., 2011; SHARAFEDDIN; FARSHAD, 2015; KAVITHA et al., 2016) e microtração (LAI et al., 2002; ARCARI et al., 2007; CHUANG et al., 2009; BARCELLOS et al., 2010; LAGO, DE FREITAS; NETTO, 2011; ROCHA GOMES TORRES et al., 2012; OZELIN et al., 2014; ALENCAR et al., 2016). Na presente pesquisa, optou-se pelo teste de microtração considerando que os valores obtidos podem ser correlacionados mais precisamente aos achados clínicos (HEINTZE, 2013).

Em relação ao sistema adesivo testado, optou-se pelo adesivo universal (Scotchbond Universal) tendo em vista sua versatilidade e praticidade (PERDIGAO; SEZINANDO; MONTEIRO, 2012; HANABUSA et al., 2012; WAGNER et al., 2014; CHEN et al., 2015) e pelo fato de não existirem muitos estudos que avaliem sua resistência de união ao esmalte (DE GÓES; SHINOHARA; FREITAS, 2014;

HANABUSA et al., 2012; ROSA; PIVA; SILVA, 2015), apenas à dentina. A performance dos adesivos universais em esmalte ainda é bastante questionada, principalmente quando este é aplicado sem o condicionamento ácido prévio (PERDIGÃO E LOGUERCIO, 2014; LOGUERCIO et al., 2015; CARDENAS et al., 2016). Isso se deve ao fato de que os monômeros acídicos presentes na sua composição não serem capazes de produzir um padrão de condicionamento tão retentivo como o obtido através do uso do ácido fosfórico (HANNING et al., 2002; PERDIGÃO E GERALDELI, 2003; VAN LANDUYT et al., 2007, CARDENAS et al., 2016). Vários estudos têm mostrado que ocorre uma infiltração superficial dos monômeros resinosos entre os prismas de esmalte, evidenciando uma interação fraca do sistema adesivo com o substrato, fato que pode justificar os menores valores de resistência de união quando comparado aos sistemas convencionais (KENSHEMA et al., 2005; CARDENAS et al., 2016). Diante do exposto, optou-se pelo condicionamento ácido prévio do esmalte em nosso estudo, uma vez que dessa forma é garantido melhor padrão de condicionamento do esmalte, tanto através da aplicação do ácido fosfórico e como pela ação de desmineralização dos monômeros acídicos.

Considerando neste momento as hipóteses nulas testadas, pôde-se aceitar a primeira hipótese nula de que não há diferença na resistência de união ao esmalte bovino clareado, em função da aplicação ou não da solução de bicarbonato de sódio 10% em seus diferentes tempos. Essa confirmação também é válida para a segunda hipótese nula, na qual foi verificado que o tempo de envelhecimento dos espécimes (imediato ou 6 meses) não influenciou nos valores obtidos. Isso se deve ao fato de que nenhum dos fatores testados apresentou significância: tratamento ($p=0,349$) e tempo ($p=0,234$), bem como não houve interação estatisticamente significativa entre os fatores estudados ($p=0,198$).

Ao avaliar a média de resistência de união do grupo controle no teste imediato (26,77 MPa) verificou-se que este valor está ligeiramente abaixo dos valores que constam na literatura para adesivos universais aplicados no modo convencional em esmalte, que é em média de 33,00 MPa (HANABUSA et al., 2012; DE GÓES; SHINOHARA; FREITAS, 2014; ROSA; PIVA; SILVA, 2015). Essa diferença pode estar associada à composição dos sistemas adesivos universais testados nos estudos citados previamente, pois dentre estes apenas o Scotchbond Universal

possui o co-polímero do Vitrebond como monômero resinoso funcional além do 10-MDP (PERDIGAO; SEZINANDO; MONTEIRO, 2013). Segundo Yoshida et al. (2012b) e Chen et al. (2015), este co-polímero pode competir com o 10-MDP para ligar-se ao cálcio presente na hidroxiapatita, fato que pode ter contribuído para a redução dos valores de resistência de união.

Após 6 meses de armazenamento, a média de resistência de união do grupo C foi 25,32 MPa, não apresentando diferença estatística quando comparado à avaliação imediata. A manutenção destes valores é justificada pela excelente retenção micromecânica obtida pela incorporação do adesivo nos microporosidades criadas pelo ácido fosfórico no interior do esmalte, garantindo maior eficiência na adesão e maior estabilidade ao longo dos anos (DE MUNCK et al., 2003; DE MUNCK et al., 2005; PEUMANS et al., 2005). Além da retenção micromecânica, como foi mencionado previamente, o adesivo universal apresenta também adesão química adicional do monômero resinoso funcional 10-MDP ao cálcio, que forma um sal insolúvel o qual favorece a longevidade da restauração adesiva (YOSHIDA et.al, 2004; VAN MEERBEEK et. al, 2011). Outro fator que pode ter contribuído para a qualidade e manutenção da adesão diz respeito ao modo de aplicação do sistema adesivo, uma vez que a aplicação ativa promove uma interação micromecânica dos monômeros resinosos acídicos com a porção mais interna do esmalte/dentina, proporcionando maior desmineralização e, conseqüentemente, melhor adesão (ANDO et al., 2008; LOGUERCIO et al., 2015).

Em relação ao grupo B, no qual os espécimes foram clareados e restaurados imediatamente, a média de resistência de união foi 26,42 MPa tanto na avaliação imediata quanto após o envelhecimento de 6 meses. A média deste grupo clareado com peróxido de hidrogênio 35% foi estatisticamente similar ao grupo controle, corroborando com alguns estudos disponíveis na literatura que afirmam não haver diferença entre aguardar e realizar o procedimento adesivo imediatamente após o clareamento (GURGAN et. al, 2009; IMMERZ et. al, 2012; PIMENTEL et. al, 2015). Por outro lado, nossos resultados divergem de vários trabalhos que afirmam que se deve aguardar entre 24 horas até 4 semanas para que haja a eliminação completa do oxigênio residual (TITLEY; TORNECK; RUSE 1992; DISHMAN; COVEY; BAUGHAN, 1994; CAVALLI et al., 2001; MURAGUCHI et al., 2007; GÖKÇE et al., 2008; BITTENCOURT et al., 2010).

Uma justificativa para estes resultados tão divergentes com a literatura, pode ser baseada no fato de que o oxigênio residual proveniente da reação de clareamento não se acumula no esmalte nem em sua superfície (RUSE et. al, 1990; PERDIGÃO et. al, 1998), apenas na dentina, onde encontram-se as moléculas cromatogênicas (TITLEY et al., 1993). Dessa forma, sugere-se que a ausência de oxigênio no esmalte clareado permitiu uma polimerização adequada dos monômeros resinosos, não trazendo prejuízos para a adesão do grupo B. Por outro lado, essa divergência nos resultados pode ainda estar associada ao material utilizado, já que a adesão ao esmalte clareado depende do agente clareador (que pode variar em concentração, tempo de aplicação e pH), tipo de sistema adesivo (neste estudo o sistema adesivo empregado apresenta pH 2,7, além de possuir monômeros resinosos funcionais) e material restaurador utilizados (SPRYDES et al., 2000; DIETRICH et al., 2010; DUDEK et al., 2013; PIMENTEL et al., 2015). Nesse contexto, de acordo com a composição do fabricante, o Scotchbond Universal apresenta, dentre outros componentes, o agente silano, conhecido por ser um agente de ligação que tem por função unir a porção orgânica do agente de cimentação resinoso à porção inorgânica das peças cerâmicas (LUNG; MATINLINNA, 2012). Sendo assim, para a cimentação de peças cerâmicas não se faz necessária a aplicação isolada deste agente, reduzindo um passo clínico, uma vez que este componente já está incorporado ao sistema adesivo. No presente estudo, sugere-se que o silano, ao entrar em contato com oxigênio remanescente do processo clareador em meio ácido (adesivo apresenta pH 2,7), possa ter estabelecido uma ligação estável Si-O-Si (ligações siloxânicas), inativando o oxigênio residual da reação de clareamento de forma a contribuir para a melhoria da interface adesiva no esmalte clareado.

Os valores de resistência de união obtidos no grupo B podem também ser relacionados à melhora no padrão de condicionamento da superfície de esmalte (TORNECK et al., 1991). O condicionamento com ácido fosfórico pode remover cálcio e fosfato do esmalte, aumentando a rugosidade e a área de superfície a ser restaurada (SILVERSTONE et al., 1975), entretanto, não é capaz de alterar a camada proteica, podendo esta afetar negativamente a união adesiva com a resina composta. A exposição prolongada do esmalte ao peróxido de hidrogênio em maiores concentrações torna essa camada proteica mais suscetível à dissolução

através da lavagem e secagem (WOLFF; DEAN, 1986). Além disso, a exposição prolongada ao peróxido de hidrogênio seguido de condicionamento ácido pode aumentar a porosidade do esmalte, resultando em melhor retenção da restauração e maiores valores de resistência adesiva (TITLEY; TORNECK; SMITH, 1988; TORNECK et al., 1991).

Nesse contexto, podemos então entender os valores de resistência de união dos grupos clareados e tratados com bicarbonato de sódio 10% em diferentes tempos (3, 5 e 10 minutos). Uma vez que a substância antioxidante tem por função eliminar radicais livres e que, de acordo com o que foi mencionado previamente o oxigênio residual pode não estar presente na superfície do esmalte clareado apenas na dentina, ou pode ainda ter sido eliminado pela ligação com o agente silano, a aplicação desta substância se fez desnecessária após o clareamento, justificando porque não houve diferença estatística entre os grupos avaliados. Esses resultados confrontam com os estudos de Torres; Koga; Borges (2006), Tostes et al. (2013) e Alencar et al. (2016) os quais afirmaram que a adesão se encontra comprometida em dentes clareados e que este quadro pode ser revertido a partir da aplicação desta solução previamente ao procedimento restaurador.

Interpretando os tipos de fraturas com estereomicroscópio digital, podemos afirmar que houve predominância das falhas adesivas seguida das falhas coesivas em esmalte nos dois períodos de armazenamento. Segundo Sano et al. (1994), devido à pequena área de superfície do espécime, as maiores tensões ocorrem na periferia da interface adesiva, aumentando a probabilidade de defeitos que levam à propagação de falhas adesivas. Já em relação às falhas coesivas em esmalte, estas podem ocorrer no teste de microtração devido a erros no alinhamento do palito em relação ao eixo longitudinal do dispositivo ou a partir da introdução de microfissuras durante o corte dos espécimes (SCHERRER; CESAR; SWAIN, 2010).

Ao avaliar a adesão dos grupos testados sob outra ótica, ou seja, através da análise do grau de conversão pela espectroscopia Raman, podemos afirmar que a terceira hipótese nula também foi aceita, uma vez que o fator de estudo “tratamento” não apresentou significância ($p = 0,808$). Acredita-se que a análise do grau de conversão é um excelente parâmetro para avaliar o desempenho clínico dos sistemas adesivos bem como sua estabilidade em meio oral, uma vez que este afeta

diretamente suas propriedades físico-mecânicas (NAVARRA et al., 2016). Um baixo grau de conversão de monômeros em polímeros determina cadeias poliméricas mais fracas, reduzindo o potencial de suas propriedades físico-mecânicas, gerando assim uma maior suscetibilidade à degradação da camada híbrida (FERRACANE, 1994; NAVARRA et al., 2016).

No presente estudo, optou-se pela Espectroscopia Raman por tratar-se de uma metodologia relativamente simples, uma vez que não requer preparo elaborado do espécime, podendo este estar hidratado durante a análise e, além do grau de conversão, pode-se ainda obter uma análise química da camada híbrida, verificando alterações químicas em determinadas bandas, como por exemplo ligações vinil e fenil C=C (MILETIC; SANTINI; TRKULJA, 2009; NAVARRA et al., 2016).

Ao avaliar a média do grau de conversão do grupo controle (71,10%), verificou-se que este valor foi semelhante ao obtido no estudo de Loguercio et al. (2015), no qual o sistema adesivo Scotchbond Universal foi aplicado no modo convencional e de forma ativa. A aplicação do adesivo de forma ativa foi realizada de acordo com as instruções do fabricante e, segundo Loguercio et al. (2015), essa técnica pode aumentar a evaporação de solventes que apresentam baixa pressão de vapor, tais como água e álcool, ambos presentes na composição do adesivo em questão. A evaporação desses solventes dá espaço para que ocorram mudanças no interior do polímero, reduzindo a quantidade de nanoporos e aumentando as ligações cruzadas, fato que melhora o grau de conversão e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas da camada híbrida no interior do esmalte (CADENARO et al., 2009; REIS et al., 2010; LOGUERCIO et al., 2015).

Em relação à média dos grupos que foram clareados e tratados ou não com a solução de bicarbonato de sódio 10%, não houveram diferenças significantes quando esses valores foram comparados ao grupo controle. Sugere-se que a hipótese de que não há oxigênio residual acumulado na superfície do esmalte RUSE et al., 1990; TITLEY et al., 1993; PERDIGÃO et al., 1998) permitiu a conversão adequada dos monômeros resinosos, assim como ocorreu no grupo controle.

Diante do exposto, podemos afirmar que a adesão no esmalte clareado parece não ter sido afetada negativamente quando restaurações adesivas foram

feitas imediatamente após o clareamento, independente da aplicação ou não da substância antioxidante, fazendo-se então desnecessária a introdução desse passo operatório no procedimento restaurador. Entretanto, como foi mencionado previamente, é válido ressaltar que a qualidade da adesão em dentes clareados depende de inúmeros fatores tais como: gel clareador (tipo, concentração, pH, tempo de aplicação), sistema adesivo e material restaurador. Podemos então sugerir que a qualidade da adesão mantida nos diferentes grupos nesse estudo ocorreu possivelmente devido ao uso do adesivo universal contendo monômeros resinosos funcionais, tais como 10-MDP e o co-polímero do Vitrebond, e agente de união silano, no caso do nosso trabalho, o Scotchbond Universal aplicado no modo convencional.

Entretanto, mesmo que tenhamos obtido uma adesão satisfatória após o clareamento, é importante mencionar que a restauração imediata dificulta a seleção da cor, visto que para ocorrer a estabilização do novo croma é necessário esperar 7 dias após o clareamento (MONDELLI et al., 2012) . Portanto, somente em casos específicos em que não é possível respeitar o tempo de espera, sugere-se que as restaurações adesivas sejam realizadas com o adesivo Scotchbond Universal com tratamento prévio do esmalte.

Por fim, mais estudos que avaliem a adesão em esmalte clareado, devem ser propostos em função do grau de conversão e diferentes tipos de sistemas adesivos universais com variadas composições (contendo ou não silano e 10-MDP), se fazem necessários para fins comparativos e para que possamos indicar seguramente as restaurações imediatas após procedimento clareador, quando necessárias, na prática clínica.

7 CONCLUSÕES

7 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, verificou-se que qualidade de união de um sistema adesivo universal ao esmalte bovino não foi influenciada pela aplicação do peróxido de hidrogênio 35%, sendo assim desnecessária a aplicação do bicarbonato de sódio a 10% após o clareamento. Dessa forma, as seguintes hipóteses nulas devem ser aceitas, pois:

1. Não houve diferença na resistência de união ao esmalte bovino clareado, em função da aplicação ou não da solução de bicarbonato de sódio 10% em seus diferentes tempos;
 2. Não houve diferença na resistência de união ao esmalte bovino clareado, em função do tempo de envelhecimento dos espécimes após o tratamento (imediato ou 6 meses);
 3. Não houve diferença no grau de conversão de um sistema adesivo em esmalte bovino clareado, em função da aplicação ou não da solução de bicarbonato de sódio 10% em seus diferentes tempos.
-
-

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

Abbot CH. Bleaching discolored teeth by means of 30% perhydrol and the electric light rays. *J Allied Dent Soc.* 1918;13:259.

Adibfar A, Steele A, Torneck CD, Titley KC, Ruse D. Leaching of hydrogen peroxide from bleached bovine enamel. *J Endod.* 1992;18(10):488-91.

Alencar MS. Efeito de antioxidantes na resistência adesiva à microtração do esmalte bovino clareado após 7 dias e 6 meses de armazenamento [dissertação]. Bauru (SP): Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo; 2013.

Alencar MS, Bombonatti JFS, Maenoso RM, Soares AF, Wang L, Mondelli RFL. Effect of two antioxidants agents on microtensile bond strength to bleached enamel. *Braz Dent J.* In press 2016.

Alqahtani MQ. Tooth-bleaching procedures and their controversial effects: A literature review. *Saudi Dent J.* 2014;26(2):33-46.

Ando S, Watanabe T, Tsubota K, Yoshida T, Irokawa A, Takamizawa T, et al. Effect of adhesive application methods on bond strength to bovine enamel. *J Oral Sci.* 2008;50(2):181-6.

Ames JW. Removing stains from mottled enamel. *J Am Dent Assoc.* 1937;24:1674-7.

Arcari GM, Araújo E, Baratieri LN, Lopes GC. Microtensile bond strength of a nanofilled composite resin to human dentin after nonvital tooth bleaching. *J Adhes Dent.* 2007;9(3):333-40.

Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. *Dent Mater.* 2001;17(3):268-76.

Barcellos DC, Benetti P, Fernandes Junior VVB, Valera MC. Effect of carbamide peroxide bleaching gel concentration on the bond strength of dental substrates and resin composite. *Oper Dent.* 2010;35(4):463-9.

Berger SB, De Souza Carreira RP, Guiraldo RD, Lopes MB, Pavan S, Giannini M, Bedran-Russo AK. Can green tea be used to reverse compromised bond strength after bleaching? *Eur J Oral Sci.* 2013;121(4):377-81.

Bharti R, Wadhwani K. Spectrophotometric evaluation of peroxide penetration into the pulp chamber from whitening strips and gel: An *in vitro* study. *J Conserv Dent.* 2013;16(2):131-4.

Bittencourt ME, Trentin MS, Linden MS, de Oliveira Lima Arsati YB, França FM, Flório FM, et al. Influence of in situ postbleaching times on shear bond strength of resin-based composite restorations. *J Am Dent Assoc.* 2010;141(3):300-6.

Briso ALF, Toseto RM, Rahal V, Santos PH, Ambrosano GMB. Effect of sodium ascorbate on tag formation in bleached enamel. *J Adhes Dent.* 2012;14(1):19-23.

Budavari S, O'Neil MJ, Smith A, Heckelman PE. The Merck index. An encyclopedia of chemicals, drugs and biologicals. 1989.

Cadenaro M, Breschi L, Rueggeberg FA, Suchko M, Grodin E, Agee K, et al. Effects of residual ethanol on the rate and degree of conversion of five experimental resins. *Dent Mater.* 2009;25(5):621-8.

Cardenas AM, Siqueira F, Rocha J, Szesz AL, Anwar M, El-Askary F, et al. Influence of Conditioning Time of Universal Adhesives on Adhesive Properties and Enamel-Etching Pattern. *Oper Dent.* 2016;41(5):481-90.

Cavalli V, Reis AF, Giannini M, Ambrosano GM. The effect of elapsed time following bleaching on enamel bond strength of resin composite. *Oper Dent.* 2001;26(6):597-602.

Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K, et al. Bonding of universal adhesives to dentine--Old wine in new bottles? *J Dent.* 2015;43(5):525-36.

Chuang SF, Chen HP, Chang CH, Liu JK. Effect of fluoridated carbamide peroxide gels on enamel microtensile bond strength. *Eur J Oral Sci.* 2009;117(4):435-41.

Cotton FA, Wilkinson G. Oxygen. In: *Advances in inorganic chemistry. A comprehensive text.* Interscience Publisher. 1972; 403-20.

- Dabas D, Patil AC, Uppin VM. Evaluation of the effect of concentration and duration of application of sodium ascorbate hydrogel on the bond strength of composite resin to bleached enamel. *J Conserv Dent*. 2011;14(4):356-60.
- Dahl JE, Pallesen U. Tooth bleaching--a critical review of the biological aspects. *Crit Rev Oral Biol Med*. 2003;14(4):292-304.
- De Goes MF, Shinohara MS, Freitas MS. Performance of a new one-step multi-mode adhesive on etched vs non-etched enamel on bond strength and interfacial morphology. *J Adhes Dent*. 2014;16(3):243-50.
- De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, et al. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*. 2003;82(2):136-40.
- 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, Mine A, Poitevin A, Van Ende A, Van Meerbeek G. Testing bond strength. A review of the literature. In: *Academy of Dental Materials 2009 Abstract*. 2009.
- Dietrich AM, English J, McGrory K, Ontiveros J, Powers JM, Bussa HI Jr, et al. A comparison of shear bond strengths on bleached and unbleached bovine enamel. *Tex Dent J*. 2010;127(3):285–91.
- Dishman MV, Covey DA, Baughan LW. The effects of peroxide bleaching on composite to enamel bond strength. *Dent Mater*. 1994;10(1):33-6.
- Dudek M, Roubickova A, Comba L, Housova D, Bradna P. Effect of postoperative peroxide bleaching on the stability of composite to enamel and dentin bonds. *Oper Dent*. 2013;38(4):394-407.
- Dwinelle WW. Ninth Annual Meeting of American Society of Dental Surgeons. Article X. *Am J Dent Sci*. 1850;1:57-61.
- Eckert GJ, Platt JA. A statistical evaluation of microtensile bond strength methodology for dental adhesives. *Dent Mater*. 2007;23(3):385-91.
- Feinman RA, Madray G, Yarborough D. Chemical, optical, and physiologic
-

mechanisms of bleaching products: a review. *Pract Periodontics Aesthet Dent*. 1991;3(2):32-6.

Féliz-Matos L, Hernández LM, Abreu N. Dental Bleaching Techniques; Hydrogen-carbamide Peroxides and Light Sources for Activation, an Update. Mini Review Article. *Open Dent J*. 2015;8:264-8.

Ferracane JL. Elution of leachable components from composites *J Oral Rehabil*.1994;21(4):441-52.

Fisher G. The bleaching of discolored teeth with H₂O₂. *Dent. Cosmos*. 1911;53:246-7.

Garcia EJ, Oldoni TL, Alencar SM, Reis A, Loguercio AD, Grande RH. Antioxidant activity by DPPH assay of potential solutions to be applied on bleached teeth. *Braz Dent J*. 2012;23(1):22-7.

Garone Netto N; Garone Filho W. Estudo do esmalte fraturado e desgastado com e sem ataque ácido, através do microscópio eletrônico de varredura, com vistas à maior possibilidade de retenção com resinas fluidas. *Revista Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas*. V.30, n.4, p.190-196, mai/jun. 1976.

Garrido AMR. Avaliação in vitro do efeito do hidrogel de ascorbato de sódio e ácido ascórbico na resistência adesiva da resina composta ao esmalte dental bovino clareado com peróxido de hidrogênio 35% [dissertação]. Bauru (SP): Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo; 2011.

Gökce B, Comlekoglu ME, Ozpinar B, Turkun M, Kaya AD. Effect of antioxidant treatment on bond strength of a luting resin to bleached enamel. *J Dent*. 2008;36(10):780-5.

Gregus Z, Klaassen CD. Mechanisms of toxicity. In: Cassarett and Doull's *Toxicology, the basic science of poisons*. 1995: 35-74.

Gurgan S, Alpaslan T, Kiremitci A, Cakir FY, Yazici E, Gorucu J. Effect of different adhesive systems and laser treatment on the shear bond strength of bleached enamel. *J Dent*. 2009;37(7):527-34.

Gutteridge JM. Biological origin of free radicals, and mechanisms of antioxidant protection. *Chem Biol Interact*.1994;91(2-3):133-40.

Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, et al. Bonding effectiveness of a new 'multi- mode' adhesive to enamel and dentine. *J Dent*. 2012;40(6):475-84.

Hanning M, Bock H, Bott B, Hoth-Hannig W. Inter-crystallite nanoretention of self-etching adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy. *Eur J Oral Sci*. 2002;110(6):464-70.

Haywood VB, Heymann HO. Nightguard vital bleaching. *Quintessence Int*. 1989;20(3):173-6.

Haywood VB, Heymann HO. Nightguard vital bleaching: how safe is it? *Quintessence Int*. 1991;22(7):515-23.

Haywood VB. History, safety, and effectiveness of current bleaching techniques and applications of the nightguard vital bleaching technique. *Quintessence Int*. 1992;23(7):471-88.

Haywood VB. Current status of nightguard vital bleaching. *Compend Contin Educ Dent Suppl*. 2000;(28):S10-7.

Heintze SD. Clinical relevance of tests on bond strength, microleakage and marginal adaptation. *Dent Mater*. 2013;29(1):59-84.

Hirata R. Clareamento dental: conceitos e substâncias clareadoras. In: Hirata R. *TIPS: dicas em odontologia estética*. São Paulo: Artes Médicas; 2001. p575.

Howell RA. Bleaching discoloured root-filled teeth. *Br Dent J*. 1980;148(6):159-62.

Huang D, Ou B, Prior RL. The chemistry behind antioxidant capacity assays. *J Agric Food Chem*. 2005;53(6):1841-56.

Immerz I, Proff P, Roemer P, Reicheneder C, Faltermeier A. An Investigation about the Influence of Bleaching on Shear Bond Strength of Orthodontic Brackets and on Enamel Colour. *ISRN Dent*. 2012;2012:375849.

Joiner A. Review of the effects of peroxide on enamel and dentine properties. *J Dent*. 2007;35(12):889-96.

Joiner A. The bleaching of teeth: a review of the literature. *J Dent*. 2006;34(7):412-9.

- Kashima-Tanaka M, Tsujimoto Y, Kawamoto K, Senda N, Ito K, Yamazaki M. Generation of free radicals and/or active oxygen by light or laser irradiation of hydrogen peroxide or sodium hypochlorite. *J Endod*. 2003;29(2):141-3.
- Kavitha M, Selvaraj S, Khetarpal A, Raj A, Pasupathy S, Shekar S. Comparative evaluation of superoxide dismutase, alpha-tocopherol, and 10% sodium ascorbate on reversal of shear bond strength of bleached enamel: An in vitro study. *Eur J Dent*. 2016;10(1):109-15.
- Kaya AD & Turkun M. Reversal of dentin bonding to bleached teeth. *Oper Dent*. 2003;28(6):825-29.
- Kaya AD, Türkün M, Arici M. Reversal of compromised bonding in bleached enamel using antioxidant gel. *Oper Dent*. 2008;33(4):441-7.
- Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomez N, Tancredo L de L, Filho LE, Nogueira FN, et al. Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin. *J Adhes Dent*. 2005;7(2):117-26.
- Khoroushi M, Aghelinejad S. Effect of postbleaching application of an antioxidant on enamel bond strength of three different adhesives. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2011;16(7):990-6.
- Kihn PW. Vital tooth whitening. *Dent Clin North Am*. 2007;51(2):319-31.
- Kimyai S, Valizadeh H. The effect of hydrogel and solution of sodium ascorbate on bond strength in bleached enamel. *Oper Dent*. 2006;31(4):496-9.
- Kirk, E. The chemical bleaching of teeth. *Dent Cosmos*. 1889;31:57-60
- Koppolu M, Gogala D, Mathew VB, Thangala V, Deepthi M, Sasidhar N. Effect of saliva and blood contamination on the bond strength of self-etching adhesive system- An in vitro study. *J Conserv Dent*. 2012;15(3):270-3.
- Lago AD, de Freitas PM, Netto NG. Evaluation of the bond strength between a composite resin and enamel submitted to bleaching treatment and etched with Er:YAG laser. *Photomed Laser Surg*. 2011;29(2):91-5.
- Lai SC, Mak YF, Cheung GS, Osorio R, Toledano M, Carvalho RM, et al. Reversal of compromised bonding to oxidized etched dentin. *J Dent Res*. 2001;80(10):1919-24.
-

Lai SC, Tay FR, Cheung GS, Mak YF, Carvalho RM, Wei SH, et al. Reversal of compromised bonding in bleached enamel. *J Dent Res*. 2002;81(7):477-81.

Leonard RH, Haywood VB, Caplan DJ, Tart ND. Nightguard vital bleaching of tetracycline- stained teeth: 90 months post treatment. *J Esthet and Rest Dent*. 2003;15(3):142–52.

Li J, Li H, Yun X, Fok AS. A comparison of bond strengths measured using cantilever bending and micro-tensile methods. *Dent Mater*. 2011;27(12):1246-51.

Lima DA, Aguiar FH, Pini NI, Soares LE, Martin AA, Liporoni PC, et al. In vitro effects of hydrogen peroxide combined with different activators for the in-office bleaching technique on enamel. *Acta Odontol Scand*. 2015;73(7):516-21.

Loguercio AD, Muñoz MA, Luque-Martinez I, Hass V, Reis A, Perdigão J. Does active application of universal adhesives to enamel in self-etch mode improve their performance? *J Dent*. 2015;43(9):1060-70.

Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater*. 2012;28(5):467-77.

Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosà M, Cadenaro M, et al. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *J Dent*. 2014;42(5):603-12.

Mazaheri H, Khoroushi M, Shafiei E, Ghorbanipour R, Majdzade F. Bond strength of composite-resin and resin-modified glass ionomer to bleached enamel: delay bonding versus an antioxidant agent. *Indian J Dent Res*. 2011;22(3):432-5.

McEvoy SA. Chemical agents for removing intrinsic stains from vital teeth. II. Current techniques and their clinical application. *Quintessence Int*. 1989;20(6):379-84.

Miletic V, Santini A, & Trkulja I. Quantification of monomer elution and carbon-carbon double bonds in dental adhesive systems using HPLC and micro-Raman spectroscopy. *J Dent*. 2009;37(3):177-84.

Minoux M, Serfaty R. Vital tooth bleaching: biologic adverse effects-a review. *Quintessence Int*. 2008;39(8):645-59.

Mondelli J et al. Fundamentos de Dentística Operatória. 1. ed. São Paulo: Santos, 2006.

Mondelli RFL, de Azevedo JF, Francisconi AC, de Almeida CM, Ishikiriyama SK. Comparative clinical study of the effectiveness of different dental bleaching methods - two year follow-up. J Appl Oral Sci. 2012;20(4):435-43.

Muraguchi K, Shigenobu S, Suzuki S, Tanaka T. Improvement of bonding to bleached bovine tooth surfaces by ascorbic acid treatment. Dent Mater. 2007;26(6):875-81.

Navarra CO, Cadenaro M, Frassetto A, Fontanive L, Lenarda R Di, Breschi L. Degree of conversion of self-etch adhesives: in situ micro-Raman analysis. Oper Dent. 2016;41(3):1-9

Neves Ade A, Coutinho E, Cardoso MV, Jaecques S, Lambrechts P, Sloten JV, et al. Influence of notch geometry and interface on stress concentration and distribution in micro-tensile bond strength specimens. J Dent. 2008;36(10):808-15.

Ontiveros JC. In-office vital bleaching with adjunct light. Dent Clin North Am. 2011;55(2):241-53.

Ozelin AA, Guiraldo RD, Carvalho RV, Lopes MB, Berger SB. Effects of green tea application time on bond strength after enamel bleaching. Braz Dent J. 2014;25(5):399-403.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. J Adhes Dent. 1999;1(4):299-309.

Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. Dent Mater. 2011;27(1):1-16.

Perdigão J, Francci C, Swift EJ Jr, Ambrose WW, Lopes M. Ultra-morphological study of the interaction of dental adhesives with carbamide peroxide-bleached enamel. Am J Dent. 1998;11(6):291-301.

Perdigao J, Geraldini S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. J Esthet Restor Dent. 2003;15(1):32-41.

Perdigao J, Loguercio AD. Universal or multi- mode adhesives: Why and how? J Adhes Dent. 2014;16(2):193-4.

Perdigao J, Sezinando A, Monteiro PC. Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. *Am J Dent*. 2012;25(3):153-8.

Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC. Effect of substrate age and adhesive composition on dentin bonding. *Oper Dent*. 2013;38(3):267-74.

Peumans M, 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(9):864-81.

Peumans M, De Munck J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Eight-year clinical evaluation of a 2-step self-etch adhesive with and without selective enamel etching. *Dent Mater*. 2010;26(12):1176-84.

Pimentel AH, Valente LL, Isolan CP, Munchow EA, Piva E, Moraes RR. Effect of waiting time for placing resin composite restorations after bleaching on enamel bond strength. *Appl Adhes Sci*. 2015;3(23):1-7

Nathoo SA, Chmielewski MB, Kirkup RE. Effects of Colgate Platinum Professional Toothwhitening System on microhardness of enamel, dentin, and composite resins. *Compend Suppl*. 1994;(17):627-30.

Reis A, Ferreira SQ, Costa TR, Klein-Júnior CA, Meier MM, Loguercio AD. Effects of increased exposure times of simplified etch-and-rinse adhesives on the degradation of resin–dentin bonds and quality of the polymer network. *Eur J Oral Sci*. 2010;118(5):502-9.

Rocha Gomes Torres C, Caneppele TM, Del Moral de Lazari R, Ribeiro CF, Borges AB. Effect of dental surface treatment with Nd:YAG and Er:YAG lasers on bond strength of resin composite to recently bleached enamel. *Lasers Med Sci*. 2012;27(4):755-60.

Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent*. 2015;43(7):765-76.

Roulet J-F, Van Meerbeek B. Editorial: statistics: a nuisance, a tool, or a must? *J Adhes Dent*. 2007;9:287-8.

Ruse ND, Smith DC, Torneck CD, Titley KC. Preliminary surface analysis of etched, bleached, and normal bovine enamel. *J Dent Res*. 1990;69(9):1610-3.

Sadek FT, Monticelli F, Muench A, Ferrari M, Cardoso PE. A novel method to obtain microtensile specimens minimizing cut flaws. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006;78(1):7-14.

Sakano W, Nakajima M, Prasansuttiorn T, Foxton RM, Tagami J. Polymerization behavior within adhesive layer of one- and two-step self-etch adhesives: a micro-Raman spectroscopic study. *Dent Mater J*. 2013;32(6):992-8.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater*. 1994;10(4):236-40.

Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res*. 1999;78(4):906-11.

Sarr M, Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Kane AW, Vreven J, et al. Immediate bonding effectiveness of contemporary composite cements to dentin. *Clin Oral Investig*. 2010;14(5):569-77.

Sasaki RT, Florio FM, Basting RT. Effect of 10% sodium ascorbate and 10% alpha-tocopherol in different formulations on the shear bond strength of enamel and dentin submitted to a home-use bleaching treatment. *Oper Dent*. 2009;34(6):746-52.

Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater*. 2010;26(2):78-93.

Seghi RR, Denry I. Effects of external bleaching on indentation and abrasion characteristics of human enamel in vitro. *J Dent Res* 1992;71(6):1340-4.

Sharafeddin F, Farshad F. The effect of aloe vera, pomegranate peel, grape seed extract, green tea, and sodium ascorbate as antioxidants on the shear bond strength of composite resin to home-bleached enamel. *J Dent (Shiraz)*. 2015;16(4):296-301.

Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fejerskov O. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. *Caries Res*. 1975;9(5):373-87.

Spasser HF. A simple bleaching technique using sodium perborate. *NY State Dent J*. 1961;27:332-4.

Sprydes GM, Perdigao J, Pagani C, Araujo MA, Spyrides SM. Effect of whitening agents on dentin bonding. *J Esthet Dent*. 2000;12(5):264-70.

Sulieman MA. An overview of tooth-bleaching techniques: chemistry, safety and efficacy. *Periodontol* 2000. 2008;48:148-69.

Sun G. The role of lasers in cosmetic dentistry. *Dent Clin North Am*. 2000;44(4):831-50.

Titley K, Torneck CD, Smith D. The effect of concentrated hydrogen peroxide solutions on the surface morphology of human tooth enamel. *J Endod*. 1988;14(2):69-74.

Titley KC, Torneck CD, Smith DC, Chernecky R, Adibfar A. Scanning electron microscopy observations on the penetration and structure of resin tags in bleached and unbleached bovine enamel. *J Endod*. 1991;17(2):72-5.

Titley KC, Torneck CD, Ruse ND. The effect of carbamide-peroxide gel on the shear bond strength of a microfil resin to bovine enamel. *J Dent Res*. 1992;71(1):20-4.

Titley KC, Torneck CD, Ruse ND, Krmec D. Adhesion of a resin composite to bleached and unbleached human enamel. *J Endod*. 1993;19(3):112-5.

Torii Y, Itou K, Nishitani Y, Ishikawa K, Suzuki K. Effect of phosphoric acid etching prior to self-etching primer application on adhesion of resin composite to enamel and dentin. *Am J Dent*. 2002;15(5):305-8.

Torneck CD, Titley KC, Smith DO, Adibfar A. Effect of water leaching on the adhesion of composite resin to bleached and unbleached bovine enamel. *J Endod*. 1991;17(4):156-60.

Torres CRG, Koga AF, Borges AB. The effects of anti-oxidant agents as neutralizers of bleaching agents on enamel bond strength. *Braz J Oral Sci*. 2006;5:971-6.

Tostes BO, Mondelli RFL, Lima-Arsati YB, Rodrigues JA, Costa LC. The effect of baking soda when applied to bleached enamel prior to restorative treatment. *Gen Dent*. 2013;61:5-9.

Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater*. 2006;22(6):533-44.

Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*. 2007;28(26):3757-85.

Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*. 2010;26(2):100-21.

Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater*. 2011;27(1):17-28.

Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent*. 2014;42(7):800-7.

Wolff SP, Dean RT. Fragmentation of proteins by free radicals and its effect on their susceptibility to enzymic hydrolysis. *Biochem J*. 1986;234(2):399-403.

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Yoshioka M, Snauwaert J, Abe Y, et al. Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids. *J Dent Res*. 2001;80(6):1565-9.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res*. 2004;83(6):454-8.

Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, et al. Self-assembled nano-layering at the adhesive interface. *J Dent Res*. 2012;91(4):376-81.

Yoshida Y, Yoshihara K, Hayakawa S, Nagaoka N, Okihara T, Matsumoto T, et al. HEMA inhibits interfacial nano-layering of the functional monomer MDP. *J Dent Res*. 2012;91(11):1060-5.

Young N, Fairley P, Mohan V, Jumeaux C. A study of hydrogen peroxide chemistry and photochemistry in tea stain solution with relevance to clinical tooth whitening. *J Dent*. 2012;40 Suppl 2:e11-6.