Universidade de São Paulo
Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto

Daniel Galafassi

AVALIAÇÃO *IN VITRO* DA MICROTRAÇÃO DE SISTEMAS ADESIVOS À
DENTINA IRRIGADA COM SOLUÇÕES ENDODÔNTICAS: INFLUÊNCIA DA
DEGRADAÇÃO DA INTERFACE ADESIVA

Orientadora: **Profa. Dra. Silmara Aparecida Milori Corona**

Ribeirão Preto

2008

Universidade de São Paulo
Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto

**AVALIAÇÃO *IN VITRO* DA MICROTRAÇÃO DE SISTEMAS ADESIVOS À
DENTINA IRRIGADA COM SOLUÇÕES ENDODÔNTICAS: INFLUÊNCIA DA
DEGRADAÇÃO DA INTERFACE ADESIVA**

Daniel Galafassi

*Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia
de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, para a
obtenção do título de Mestre em Odontologia pelo
Programa de Odontologia Restauradora, sub-área
Dentística.*

Orientadora: Profa. Dra. Silmara Aparecida Milori Corona

Ribeirão Preto

2008

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

FICHA CATALOGRÁFICA

Galafassi, Daniel

Avaliação *in vitro* da microtração de sistemas adesivos à dentina irrigada com soluções endodônticas: Influência da degradação da interface adesiva. Ribeirão Preto, 2008. 68p.: il.; 30cm

Dissertação de Mestrado, apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – Universidade de São Paulo. Área de concentração: Odontologia Restauradora.

Orientadora: Profa. Dra. Silmara Aparecida Milori Corona

1. Soluções Irrigadoras Endodônticas 2. Sistemas Adesivos 3. Microtração.

Data da Defesa: ____/____/____

Banca Examinadora

Profa. Dra. Silmara Aparecida Milori Corona

Julgamento:_____

Assinatura:_____

Prof. Dr.

Julgamento:_____

Assinatura:_____

Prof. Dr.

Julgamento:_____

Assinatura:_____

Este trabalho foi desenvolvido no Laboratório de Pesquisa de Dentística do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo.

*Vá até onde puder ver; quando lá chegar,
poderá ver ainda mais longe.*

Johann Goethe

Dedicatória

À **Deus**, que tem iluminado meu caminho e guiado minha vida na direção certa, sempre me mostrando o caminho certo a seguir. Deu-me força e determinação para lutar pelos meus sonhos.

Aos meus pais **Itacir Antônio Galafassi** e **Maria Inês Poloni Galafassi** pela formação moral recebida, pela ajuda e apoio aos meus projetos de vida, quero demonstrar minha gratidão e reconhecimento.

À **Loreane Horn Cagliari** e **Protásio Cagliari** pelo incentivo, carinho e paciência durante esses anos, me apoiando nas horas em que eu mais precisei.

Aos meus irmãos **Douglas Tiago Galafassi** e **Diego Galafassi**, pelo amor, incentivo e carinho demonstrado nesses anos.

Muito Obrigado!

Agradecimentos Especiais

À minha orientadora **Profa. Dra. Silmara Aparecida Milori Corona**, primeiramente pela oportunidade de realização desse sonho que é o mestrado e pela confiança em mim depositada. Pela orientação, paciência, amizade, compreensão e incentivo que me deste. Agradeço também pelos conhecimentos comigo compartilhados, gerando grande crescimento pessoal e científico. Meu carinho e admiração serão eternos.

À minha co-orientadora **Profa. Dra. Telma Nunes do Nascimento**, pela acolhida, confiança, paciência, amizade e incentivo. Agradeço também pelos conhecimentos compartilhados, serei sempre grato.

À amiga **Vivian Colucci**, de competência inquestionável, obrigado pela contribuição que deste a esse trabalho e aos outros que iniciamos juntos. Tenho certeza que o futuro te reservará muito sucesso.

Ao **Prof. Dr. Bruno Carlini Júnior**, exemplo de profissional, pessoa na qual procuro sempre me espelhar, me ensinou a arte da Odontologia, serei sempre grato aos seus ensinamentos.

Agradecimento

À Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, pelo acolhimento.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela bolsa de pesquisa concedida.

Às professoras da Dentística Restauradora, **Profa. Dra. Mônica Campos Serra** e **Profa. Dra. Regina Guenka Palma Dibb**, por estarem junto à mim nessa caminhada, mostrando um novo rumo a ser tomado.

À **Profa. Dra. Maria Cristina Borsatto**, por sempre estar disposta a ajudar, com humildade e muita paciência. Você é um exemplo de profissional e uma grande pesquisadora.

À **Profa. Dra. Izabel Cristina Fröner**, pelos seus ensinamentos, carinho e amizade.

Aos Professores do curso de Atualização **Prof. Dr. Fernando Mandarino** e ao **Prof. Dr. Tomio Nonaka** excelentes profissionais, agradeço pelos ensinamentos, amizade e força que me deram. Vocês também são o espelho para a minha vida profissional.

Ao **Prof. Dr. Marco Antonio Moreira Rodrigues da Silva**, professor da disciplina de Oclusão, ao qual tenho um grande respeito, amizade e admiração, seus ensinamentos foram de grande valia para a minha profissão, obrigado.

Aos amigos (irmãos) de graduação **Aloísio, Luciano, Douglas, Dieison e Bernardo**, vocês também fazem parte dessa conquista. Obrigado pela amizade.

Aos colegas de mestrado **Francisco, Fernando, César, Walter, Cristiane**, pelos momentos de cumplicidade, frustrações e alegrias.

Aos colegas de Pós-Graduação **Juliana, Danielle, Alessandra, Aline, Pedro e Renato**, pela amizade, ajuda e apoio.

Às alunas de iniciação científica **Adrielly e Carol** que muito colaboraram com os trabalhos desenvolvidos nesta faculdade. Muito obrigado.

Aos colegas de churrasco do Domingo, **Ana, Diogo, Botelho, Fabrício, Rander e Rodrigo**, obrigado pela acolhida de vocês e por ouvirem os desabafos dos piores dias. Obrigado pelo carinho.

Ao secretário do curso de Pós-Graduação **Carlos Feitosa dos Santos**, está sempre com um sorriso estampado no rosto e disposto a ajudar a todos. Pessoa pela qual tenho muito carinho e admiração. Obrigado por tudo.

À técnica **Patrícia Marchi**, pessoa incrível, sempre disposta a ajudar, obrigado pela ajuda na parte experimental do estudo.

Ao Técnico do laboratório de Microscopia **Lenaldo e Rodrigo**, que não mediram esforços para me ajudar na realização da microscopia desenvolvida neste trabalho.

Aos técnicos **Edson e Ricardo** do laboratório LIPEN que muito ajudaram na realização deste trabalho

À *Rosangela* e *Dona Luiza*, funcionárias do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto.

À *Amália* e *Maria Isabel*, secretárias do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto.

Ao *Seu Zé*, *Verinha*, *Aracy* e *Silvinha*, funcionários das clínicas que sempre se dispunham a nos ajudar. Obrigado pelo carinho de vocês.

A todos os *Professores*, *Familiares*, *Funcionários* e *Amigos* que de alguma forma colaboraram para que eu chegasse ao final dessa etapa. Obrigado a TODOS.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Fluxograma da metodologia empregada no estudo	27
Figura 2. Materiais empregados no estudo	30
Figura 3. Imagens da inclusão, secção da coroa e lixamento dental	32
Figura 4. Imagens da aplicação dos sistemas adesivos e restauração	34
Figura 5. Imagens da secção em palitos e ensaio de microtração	37
Figura 6. Imagens do padrão de fratura ocorrido	38
Figura 7. Imagens do padrão de fratura ocorrido	39
Figura 8. Imagens da interface adesiva	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Descrição dos componentes químicos dos materiais empregados no trabalho	29
Tabela 2. Distribuição dos grupos	33
Tabela 3. Análise de variância, valores originais	42
Tabela 4. Médias dos valores de resistência adesiva (Mpa) e os desvios-padrão dos grupos estudados	43

LISTA DE GRÁFICO

Gráfico 1. Representa os padrões de fratura	43
---	----

Sumário

SUMÁRIO

RESUMO	14
ABSTRACT	16
INTRODUÇÃO E REVISÃO DE LITERATURA	18
PROPOSIÇÃO	23
MATERIAIS E MÉTODOS	25
Delineamento Experimental	26
Materiais empregados	28
Seleção dos dentes	30
Grupos experimentais	33
Ensaio de resistência de união à microtração	36
Análise do padrão de fratura	37
Avaliação da interface adesiva por MEV	39
RESULTADOS	41
Análise morfológica	44
DISCUSSÃO	46
CONCLUSÃO	52
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	54
ANEXOS	63

Resumo

RESUMO

Galafassi, D.; Avaliação *in vitro* da microtração de sistemas adesivos à dentina irrigada com soluções endodônticas: Influência da degradação da interface adesiva. 2008. 68 p. Dissertação de Mestrado – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto.

O objetivo desse trabalho foi avaliar a influência da resistência de união de sistemas adesivos à dentina irrigada com substâncias endodônticas, após a degradação da interface adesiva e análise morfológica da interface adesiva por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foram selecionados sessenta terceiros molares, que tiveram a porção oclusal removida e planificada expondo a dentina profunda. Os espécimes foram irrigados com hipoclorito de sódio a 2,5% por 30 minutos e em seguida em EDTA 17% por 5 minutos. Após a irrigação da superfície dentinária os dentes foram divididos aleatoriamente em seis grupos (n = 10) de acordo com o sistema adesivo empregado: G1 e G2 - Clearfil (Kuraray); G3 e G4 - Single Bond 2 (3M) e G5 e G6 - XP Bond (Dentsply). Após a aplicação do sistema adesivo, foi confeccionado um platô de resina composta Z100 (3M). A degradação da interface adesiva foi realizada por meio de estocagem em água deionizada/ciclagem térmica: 24 horas de estocagem em água deionizada/nenhum ciclo (grupos G1, G3 e G5) e 6 meses de estocagem em água deionizada/12.000 ciclos (grupos G2, G4 e G6). Após os períodos pré-estabelecidos em cada grupo, os conjuntos dente/resina foram seccionados de forma a se obter 4 palitos de aproximadamente de 1mm², que foram submetidos ao teste de microtração. A análise morfológica da interface foi realizada por meio de MEV. Os dados obtidos foram submetidos a ANOVA e teste de Tukey ao nível de 5%. Verificou-se que houve diferença significativa entre os adesivos (p<0,01). A durabilidade da adesão da resina composta a dentina irrigada com solução endodôntica não foi afetada após 6 meses de estocagem em água e 12.000 ciclos térmicos (p<0,05). A análise da interface adesiva evidenciou que os sistemas adesivos não alteraram o padrão de união mesmo após 6 meses de ciclagem térmica e degradação em água, exceto para o sistema adesivo XP Bond. Pode-se concluir que a dentina irrigada com NaOCl e EDTA apresentou menor resistência a microtração quando do emprego do sistema adesivo XP Bond. A degradação da interface por meio do armazenamento em água e ciclagem térmica não influenciou na resistência de união, independente do sistema adesivo empregado.

Palavras Chave: Soluções Irrigadoras Endodônticas, Sistemas Adesivos, Microtração.

Abstract

ABSTRACT

The aim of the present study was to survey the influence of endodontic irrigants on the adhesion resistance of adhesive systems to human dentin, after the degradation of adhesive interface and morphologic analysis of adhesive interface for Scanning Electronic Microscopy SEM. Sixty molar thirds were selected. The deep dentin was exposed removing and ground the occlusal portion. The specimens were irrigated with sodium hypochlorite 2,5% for 30 minutes followed by EDTA 17% for 5 minutes. Subsequently, teeth were divided randomly in six groups (n=10) accordingly to adhesive system applied: G1 and G2 – Clearfil (Kuraray); G3 e G4 - Single Bond 2 (3M) e G5 e G6 - XP Bond (Dentsply). After adhesive system application, a composite resin Z100 (3M) was built up created. The degradation of the adhesive interface was realized by storage the specimens in deionized water and thermocycling: 24 hours of deionized water storage/no cycle (groups G1, G3 and G5) and 6 months storage in deionized water/12.000 cycles (groups G2, G4 and G6). After pre-established periods of each group, the systems tooth/resin were sectioned in order to obtain 4 sticks of approximately 1mm², which were subjected to microtensile bond strength test. The morphologic analysis of interface was performed for SEM. Results were analyzed with ANOVA and Tukey test to level 5%. Significant difference between adhesives was verified (p<0,01). The water storage (6 months) coupled with thermocycling (12.000 cycles) did not affected significantly the resistance to microtensile bond strength of the dentin (p<0,05). The conclusion is that dentin irrigated with NaOCl and EDTA presented less resistance to microtensile bond strength when XP Bond Adhesive system was utilized. The interface degradation through water storage and thermocycling had no effect on the resistance of the dentin bond, independently of the adhesive system applied.

Key Words: Endodontic Irrigants, Adhesive Sistems, Microtensile Bond Strength.

Introdução e Revisão de Literatura

INTRODUÇÃO E REVISÃO DE LITERATURA

A irrigação dos canais radiculares durante o tratamento endodôntico é um requisito fundamental para o adequado preparo químico-mecânico (TÜRKÜN, SEVGİCAN, ARAN, 2005; ZEHNDER, 2006; MARENDING, 2007). As soluções irrigadoras empregadas têm a finalidade de facilitar o preparo, bem como desinfetar o canal radicular (ESTRELA et al., 2002; ZEHNDER, 2006). No entanto, essas soluções irrigantes podem afetar quimicamente a superfície dentinária e interferir com os materiais restauradores (OZTURK e ÖZER, 2004; SANTOS et al., 2006), alterando a sua resistência adesiva (NIKAIDO et al., 1999, SANTOS et al., 2006).

O hipoclorito de sódio é uma solução empregada em endodontia desde 1920 como solução irrigadora (ZEHNDER, 2006). Apresenta um pH alcalino e não é irritante aos tecidos nas condições indicadas (SILVA et al., 2004; ESTRELA et al., 2002; ARAÚJO et al., 2003). Apresenta amplo espectro antimicrobiano e um potencial esporucida e virucida (MCDONALL e RUSSEL, 1999). Com relação à concentração, o hipoclorito pode ser empregado desde 0,5 à 5,25%, e o seu emprego se deve ao fator tempo e tipo de instrumentação empregada (SPANÓ et al., 2001). O hipoclorito de sódio apresenta também algumas desvantagens, ineficácia contra alguns microrganismos quando utilizado em baixas concentrações e toxicidade aos tecidos periapicais quando em altas concentrações, bem como uma capacidade de corrosão dos instrumentos endodônticos, (FERRAZ et al., 2001; REGAN e FLEURY, 2006).

Outra substância utilizada como irrigante intracanal, o EDTA (ácido etilenodiaminotetracético), é um quelante que tem capacidade de descalcificar a dentina após 5 minutos de sua aplicação, com um poder desmineralizador de 20 a 30 micrômetros (SILVA et al., 2004; SAYIN et al., 2007).

A terapia endodôntica é utilizada rotineiramente na odontologia contemporânea, e após o tratamento endodôntico, uma solução restauradora satisfatória se faz necessária (MORGANO, RODRIGUES, SABROSA, 2004). O objetivo da obturação endodôntica é promover o completo selamento do sistema de canais radiculares, para garantir o sucesso do tratamento (WU e WESSELINK, 1993, WOLCOTT, HICKS, HIMEL, 1999). No entanto, tem sido demonstrado que as obturações endodônticas estão sujeitas a infiltração independentemente dos materiais e técnicas empregados (WEBBER et al., 1978; ANDERSON, POWELL, PASHLEY, 1988; BOBOTIS, ANDERSON, PASHLEY, 1989; LEONARD, GUTMANN, GUO, 1996; GALVAN et al., 2002).

O selamento imediato da coroa, usando materiais restauradores é a melhor maneira de prevenir a infiltração (GALVAN et al., 2002), promovendo com isso a melhora do prognóstico de um tratamento endodôntico (BELLI, 2001; GALVAN, et al., 2002). Hoje, os materiais restauradores adesivos são os materiais de escolha, pela contribuição para o melhor selamento coronário e maior retenção ao material restaurador (KIJSAMANMITH et al., 2002).

A dentina é um substrato que apresenta uma estrutura bastante heterogênea contendo aproximadamente 50% de conteúdo inorgânico. Esse alto conteúdo inorgânico é formado por colágeno tipo I principalmente, fluidos oriundos da polpa e prolongamentos odontoblasticos, fatores que tornam a adesão susceptível à falhas (NAKABAYASHI, 1992).

Os sistemas adesivos atuais são baseados na desmineralização prévia do substrato dental expondo as fibras colágenas, e impregnação de monômeros resinosos que envolverão as fibras colágenas desmineralizadas e os cristais de hidroxiapatita da base da dentina polimerizando “in situ” formando uma zona chamada de camada híbrida

(NAKABAYASHI, KOJIMA, MASUHARA, 1982; NAKABAYASHI, ASHIZAWA, NAKAMURA, 1992).

A adesão à dentina pode ser afetada por muitos fatores, inclusive as soluções irrigantes empregadas na endodontia (NIKAIDO et al., 1999; SANTOS et al., 2006). Os efeitos deletérios de irrigantes como o hipoclorito de sódio têm sido confirmados por estudos prévios (NIKAIDO et al., 1999; SANTOS et al., 2006). No entanto soluções como o hipoclorito de sódio, EDTA e a clorexidina afetam diferentemente a adesão à dentina (SANTOS et al., 2006).

A degradação da adesão foi mostrada por Shono et al. (1999), que observou uma diminuição dos valores de adesão em função do tempo de armazenagem. A durabilidade da adesão mostrou-se um fator importante para o sucesso das restaurações. A termociclagem é uma técnica de envelhecimento que pode ser empregada, ela é um processo in vitro, que simula a ingestão de alimentos quentes e frios na cavidade oral, relacionada com o coeficiente de expansão térmico-linear dos materiais restauradores (ROSSOMANDO e WENDT, 1995; GALE e DARWELL, 1999; LI, BURROW, TYAS, 2002).

A técnica de envelhecimento (degradação) mais empregada é a estocagem em água, que pode ser realizada por poucos meses (SHONO et al., 1999) ou até por 4 a 5 anos (FUKUSHIMA et al., 2001; DE MUNCK et al., 2003). Alguns estudos têm mostrado uma significativa diminuição na resistência adesiva após curtos períodos de tempo. (KATO e NAKABAYASHI, 1998; SHONO et al., 1999; DE MUNCK et al., 2003; GIANNINI et al., 2003). A diminuição da resistência adesiva nesse tipo de estudo sugere uma degradação dos componentes da interface por hidrólise (DE MUNK et al., 2005). A água pode também infiltrar na interface adesiva e diminuir as propriedades

mecânicas da matriz polimérica, por inchaço e redução do atrito entre as forças das cadeias poliméricas (FERRACANE, MITCHEM, ADEY, 1998; SANTERRE, SHAJII, LEUNG, 2001). Outra maneira relatada na literatura é realizada por meio do armazenamento em NaOCl (YAMAUTI et al., 2003), o qual determinou que a força de união de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes diminuíram significativamente após a degradação.

Tendo em vista a importância do selamento dentinário para um melhor prognóstico do tratamento de canal e o fato de existirem estudos que evidenciem que as substâncias irrigantes afetam diferentemente a adesão e a ausência de relatos sobre os efeitos das soluções irrigantes após a degradação da interface adesiva. O objetivo deste estudo foi avaliar in vitro a influência da resistência de união de sistemas adesivos à dentina humana irrigada com soluções endodônticas, após degradação da interface adesiva.

Proposição

PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar *in vitro* a dentina irrigada com substâncias endondômicas, após a degradação da interface adesiva, por meio da:

- análise da resistência adesiva de diferentes sistemas adesivos utilizando o ensaio de microtração;
- análise morfológica da interface adesivo/dentina, empregando microscopia eletrônica de varredura.

Materiais e Métodos

MATERIAIS E MÉTODOS

1. Delineamento Experimental

Os fatores em estudo foram o *sistema adesivo* em três níveis: Adesivo Clearfil (Kuraray CO. LTD., Umeda, Osaka, Japan), Single Bond 2 (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA), XP Bond (Dentsply de Trey, Konstanz, Germany) e a *degradação da interface adesiva* em dois níveis: ausente (24 horas de armazenamento em água / sem termociclagem) e presente (6 meses de armazenamento em água / 12.000 ciclos de termociclagem). A solução irrigadora empregada foi a aplicação de NaOCl à 2,5% (Farmácia da Terra, Ribeirão Preto, SP, Brasil) seguido de EDTA à 17% (Merk, Darmstadt, Germany). A resina composta Z 100 (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA) foi empregada como material restaurador. A amostra do experimento foi composta de fragmentos de dentina humana distribuídas aleatoriamente nos seis grupos experimentais para a análise da resistência adesiva ($n = 10$) e para análise da interface adesiva ($n=3$). A variável de resposta quantitativa foi obtida através do teste de microtração (MPa) e a análise qualitativa foi obtida através de MEV. A ilustração esquemática do delineamento experimental está descrita na Figura 1.

Figura 1: Desenho esquemático da metodologia empregada no trabalho. A. Inclusão do dente em coriadeira metalográfica; C. Lixamento em poltriz; D. Inversão em NaOCl por 30 minutos; E. Inversão em EDTA por 5 minutos; F. Aplicação dos sistemas adesivos segundo recomendações do fabricante; F1. Clearfil SE Bond; F2. Single Bond; F3. XP Bond; G. Confeção de um "plato" em resina composta; H1. Corte do dente restaurado em palitos com cortadeira metalográfica para os grupos sem envelhecimento; H2. 12.000 ciclos térmicos e armazenagem em água por 6 meses para os grupos com envelhecimento; I. Corte do padrão de fratura em lupa estereoscópica com aumento de 40X; L. Corte do espécime para MEV e análise da interface adesiva; M. Microscópio.

2. Materiais Empregados

Para a realização deste experimento, foram empregados os seguintes produtos: resina composta Z100 (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA), cor A3, ácido fosfórico a 37% (Dentsply ind. e com. Ltda., Petrópolis, RJ, Brasil), sistemas adesivo *total-etch* XP Bond (Dentsply ind. e com. Ltda., Petrópolis, RJ, Brasil) e Sigle Bond 2 (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA); sistema *self-etch* Clearfil SE Bond (Kuraray CO. LTD., Karashiki, Okayama, Japan) e as soluções irrigantes, hipoclorito de sódio a 2,5% (Farmácia da Terra, Ribeirão Preto, SP, Brasil), EDTA 17% (Merk, Darmstadt, Germany).

As composições químicas dos sistemas adesivos e da resina composta empregados nesse estudo estão descritas na tabela 1 e a forma de apresentação está representada na figura 2:

Tabela 1: Descrição da composição química dos sistemas adesivos e resina

Material	Composição	Lote
XP Bond (Dentsply)	Ácido dimetacrilato poliacrílico modificado, PENTA, UDMA, TEGDMA, HEMA, Butilato Benzenodiol, 4-Ethyl- Dietiaminobenzoato, Canforoquinona, Silica e t- Butanol.	0707002474
Single Bond 2 (3M)	Etanol, Bis-GMA, Silano tratado com filler de sílica, 2-hidroxietilenometacrilato, Glicerol 1, 3 dimetacrilato, copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico e diuretanodimetacrilato.	7MY
Clearfil SE Bond (Kuraray)	<u>PRIMER</u> MDP, HEMA, Dimetacrilato Hidrofílico, Canforoquinona, N- Dietanol-p-toluidina, Água. <u>ADESIVO</u> MDP, Bis-GMA, HEMA, Dimetacrilato Hidrofóbico, Canforoquinona, Dietanol- p-toluidina, Sílica Coloidal Silanizada.	00727A 01044A
Resina composta Z100 (3M)	Bis-GMA, TEGDMA, Zircônia/Silica	7HL
Hipoclorito de sódio EDTA	Solução de Hipoclorito de sódio a 2,5%	22056
(Merk)	ácido etilenodiamino tetra- acético 17%	K30666618 219
Condicionador ácido (Dentsply)	Ácido fosfórico 37%, sílica coloidal, corante	755649

Figura 2: Materiais empregados no trabalho. (a) sistema adesivo *self-etch* Clearfil SE Bond, (b) sistema adesivo *total-etch* XP Bond, (c) Sistema adesivo Single Bond 2, (d) Gel condicionador ácido 37%, (e) Resina composta Z100.

3. Seleção dos Dentes

Para a realização deste estudo, foram empregados 78 terceiros molares humanos, livres de cárie, obtidos junto ao Banco de Dentes da FORP-USP. Foi seguido um protocolo prescrito, revisado e aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa, referente ao processo nº 2008.1.157.58.8, cujo documento consta no anexo 1.

Foi realizada a limpeza dos dentes com o auxílio de cureta tipo Gracey (Golgran ind. e com. de instrumental odontológico LTDA., São Paulo, SP, Brasil), seguida de

profilaxia com pedra pomes e água, por meio de escovas de Robinson montadas em um contra-ângulo (Intramatic 2068, Kavo do Brasil Ind. Com. LTDA., Joinville, SC, Brasil). A seleção dos dentes para o estudo foi realizada utilizando uma Lupa estereoscópica (Leica microsystem LTD, Wetzlar, Germany), com aumento de 4x, com a finalidade de detectar possíveis trincas, lesões de cárie ou alterações estruturais que pudessem vir a comprometer o experimento. Em seguida os dentes foram armazenados em solução de Timol a 4°C por 24 horas.

3.1 Inclusão dos dentes

Os dentes tiveram a sua raiz incluída em resina de poliéster (Milflex ind. Química LTDA., São Bernardo do Campo, SP, Brasil) no interior de cilindros de PVC (Tigre, Rio Claro, SP, Brasil) de 15mm de altura por 20mm de diâmetro, permanecendo a coroa e 1mm da raiz exposta (figura 3).

3.2 Corte das coroas

Após a presa da resina, os dentes foram posicionados em uma cortadeira metalográfica (Isomet 1000, Buehler Ltd. Lake Bluff, IL, EUA) e utilizando um disco diamantado série 15LC de 0,3mm de espessura, sob refrigeração, os dentes foram seccionados transversalmente, em velocidade de 350 RPM, para que houvesse remoção da superfície oclusal no seu terço médio, expondo uma área para a realização do experimento.

3.3 Regularização da superfície dentinária

Após o corte dos dentes, as superfícies dentinárias foram regularizadas com lixas de carbetto de silício com granulação 400 (Buehler Ltc., Lake Bluff, IL, USA), montadas em uma politriz (Buehler Ltc., Lake Bluff, IL, USA), em 350 RPM, sob refrigeração

com água, até a exposição de dentina profunda, padronizado pela observação do corno pulpar por transparência. Para padronização da *smear layer*, os dentes foram submetidos à desgaste com lixa de carbeto de silício de granulação 600 (Buehler Ltc., Lake Bluff, IL, USA), montadas na politriz sob refrigeração com água, durante 15 segundos. Após este procedimento, as superfícies dentinárias foram avaliadas em lupa estereoscópica, com aumento de 4X. No caso de exposição da câmara pulpar, o dente era descartado. Após, os dentes permaneceram em água deionizada a 4°C por 24 horas.

Figura 3: Imagens demonstram o preparo do dente: (a) inclusão, (b) corte da superfície oclusal e (c) lixamento para exposição de dentina profunda

4. Grupos experimentais

As superfícies dentinárias previamente obtidas foram divididas de forma aleatória em 6 grupos experimentais de acordo com a tabela 2.

Tabela 2: Distribuição dos grupos de estudo

Grupo	Sistema adesivo	Armazenamento / Degradação
G1	Clearfil SE Bond	24 horas / Nenhum Ciclo
G2	Clearfil SE Bond	6 meses / 12.000 Ciclos
G3	Single Bond 2	24 horas / Nenhum Ciclo
G4	Single Bond 2	6 meses / 12.000 Ciclos
G5	XP Bond	24 horas / Nenhum Ciclo
G6	XP Bond	6 meses / 12.000 Ciclos

Figura 4: Imagens representativas da restauração do dente. (a) Dentina profunda exposta e substâncias endodônticas aplicadas. As imagens b, c, d representam a aplicação dos sistemas adesivos *total-etch* Single Bond 2 e XP Bond, onde (b) condicionamento ácido, (c) aplicação do sistema adesivo e (d) fotopolimerização. As figuras e, f, g correspondem a aplicação do sistema adesivo *self-etch* Clearfil SE Bond onde, (e) aplicação do primer ácido, (f) aplicação do adesivo e (g) fotopolimerização. As figuras h, i, j representam a confecção do platô de resina composta.

Posteriormente, os dentes foram colocados em imersão em NaOCl a 2,5% por 30 minutos, e em seguida, imersos em EDTA 17% por 5 minutos afim de simular o tempo que a superfície dentinária permanece em contato com as substâncias endodônticas em um tratamento endodôntico.

Após a aplicação das substâncias irrigadoras endodônticas na superfície dentinária, foi aplicado sobre a mesma, os sistemas adesivos (figura 4). Nos grupos G1 e G2, foi aplicado o sistema adesivo Clearfil SE Bond, iniciando-se pela aplicação do primer com o auxílio de um microbrush, aguardou-se 20 segundos e em seguida foi aplicado o adesivo do sistema, que foi fotopolimerizado (Demetron/Kerr, Dumbury, USA) por 10 segundos. Nos grupos G3 e G4 o sistema adesivo Single Bond 2 foi aplicado, iniciando-se pelo condicionamento com ácido fosfórico 37% por 15 segundos, lavado por 30 segundos, secos com papel absorvente e aplicado o adesivo, que foi fotopolimerizado (Demetron/Kerr, Dumbury, USA) por 10 segundos. Nos grupos G5 e G6 foi empregado o sistema adesivo XP Bond, iniciando-se pelo condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 15 segundos, lavagem por 30 segundos, aplicação do adesivo e polimerização por 10 segundos.

Os dentes foram restaurados com a resina composta Z100 cor A3, sendo confeccionado um platô de resina com 4mm de altura, sendo aplicado em 4 incrementos de 1mm cada, fotopolimerizadas (Demetron/Kerr, Dumbury, USA) por 20 segundos após cada inserção no modo contínuo. Em seguida, permaneceram em estufa a 37°C em água deionizada até o término da degradação para cada grupo.

4.1 Grupos experimentais sem degradação da interface adesiva

Os corpos de prova dos grupos sem degradação foram posicionados em uma cortadora metalográfica (Isomet 1000, Buehler Ltd. Lake Bluff, IL, EUA), com um

disco diamantado 15LC sob constante irrigação à uma velocidade de 250 RPM em ambos os cortes, com um peso de 100g. A secção transversal média dos palitos media aproximadamente 0,8mm (figura 5).

4.2 Grupos experimentais com degradação da interface adesiva

Para a degradação da interface adesiva, os corpos de prova sofreram 12.000 ciclos de termociclagem (Ética Equipamentos Científicos S.A., São Paulo, SP, Brasil), dividida em 500 ciclos por semana no período de 6 meses. Nos intervalos dos ciclos, os corpos de prova permaneceram em estufa a 37°C, imersos em água deionizada, que foi substituída semanalmente.

Ao final da degradação, os corpos de prova foram cortados em palitos como descrito para os grupos acima citados.

5. Ensaio de resistência de união à microtração

Após a medição da área transversal de cada palito com um paquímetro digital (Mitutoyo, Tokyo, Japan), as amostras foram fixadas pelas suas extremidades à máquina de ensaios universal (EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensaio LTDA, São José dos Pinhais, PR, Brasil), por meio de um adesivo à base de cianoacrilato (Super Bonder gel, Henkel Ltda., São Paulo, SP, Brasil).

O teste foi realizado a uma velocidade de 0,5mm/min, utilizando uma célula de carga de 500N. Os valores finais de resistência adesiva foram expressos em MPa, fornecidos pelo computador, calculados pelas secções transversais dos palitos medidos previamente ao ensaio.

Figura 5: Imagem ilustrativa do corte dos espécimes em palitos (a e b), Posicionamento dos espécimes na máquina de ensaio (c) e ensaio realizado (d)

6. Análise do padrão de fratura

Com o intuito de avaliar a interface dentina/resina após o teste de resistência adesiva, os padrões de fratura foram observados em lupa estereoscópica (Leica microsystem LTD, Wetzlar, Germany) em aumento de 10X.

Os tipos de fratura foram classificados em *fratura adesiva* (rompimento na interface dentina/adesivo); *fratura coesiva em dentina* (rompimento da estrutura dentinária); *fratura coesiva em resina* (rompimento da resina); *fratura mista* (presença de fratura em dentina e resina em um mesmo corpo de prova).

Figura 6: Imagens representativas da fratura mista ocorrida nos diferentes grupos estudados, avaliadas por Microscopia Eletrônica de Varredura, onde, a e b, representam o padrão de fratura do palito do sistema adesivo Clearfil SE Bond após 24 horas; c e d, representam a fratura do palito Clearfil SE Bond após 6 meses; e e f representa o sistema adesivo Single Bond 2 após 24 horas; g e h representa o sistema adesivo Single Bond 2 após 6 meses.

Figura 7: Imagens representativas da fratura mista ocorrida nos diferentes grupos estudados, avaliadas por Microscopia Eletrônica de Varredura, onde, a e b, representam o padrão de fratura do palito do sistema adesivo XP Bond após 24 horas; c e d, representam a fratura do palito XP Bond após 6 meses.

7. Avaliação da interface adesiva por microscopia eletrônica de varredura

Para a análise da camada híbrida, foram empregados 3 terceiros molares humanos, que foram restaurados conforme os grupos acima citados. Os dentes foram cortados em lâminas de 2mm cada. Essas lâminas foram incluídas em resina de poliéster e lixadas em uma politriz com lixas d'água com granulação ascen dente, 400, 600, 1200 e polidas com discos de feltro e alumina 3µm (Buehler Ltd. Lake Bluff, IL, EUA).

Após o polimento, as amostras foram fixadas em álcool numa bateria ascendente (25%, 50%, 75%, 90% e Absoluto) por 1 hora em cada álcool, seguido da imersão em HMDS por 10 minutos. Depois da desidratação, os corpos-de-prova foram fixados em

stubs com auxílio de uma fita adesiva dupla-face de carbono (Electron Microscopy Sciences, Washignton, PA 19034, USA) e a cobertura com ouro foi realizada em aparelho de metalização a vácuo (SDC 050, Bal-Tec AG, Balzers, Liechtenstein), com pressão de 0,01mbar, corrente de 40mA, distância de trabalho de 50mm, tempo de cobertura de 100 segundos e espessura média de deposição de 20 a 30nm.

Os *stubs* foram levados ao Microscópio Eletrônico de Varredura (EVO Carl Zeiss, Oberkochen, Baden-Württemberg, Germany) do Centro de Ensino Integrado de Química - Departamento de Química da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto para a obtenção das imagens.

Resultados

RESULTADOS

Quando realizada uma análise geral dos dados, observou-se que para os valores de resistência adesiva, a Análise de Variância ($\alpha = 0,05$) para dois fatores de variação: *Adesivo* e *Degradação da Interface Adesiva*. A análise demonstrou diferença estatisticamente significativa para o fator *Adesivo* (Tabela 3).

Tabela 3: Análise de variância, valores originais.

Fonte de Variação	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrados Médios	(F)	Prob. (H0)
Adesivo	2	1264.328823	632.164412	5.46	0.0069*
Degradação	1	350.900167	350.900167	3.03	0.0874
Interação	2	354.064363	177.032182	1.53	0.2261
Resíduo	54	6254.260520	115.819639		
Variação total	59				

* Significante ao nível de 5%

Uma vez que a distribuição da amostra foi considerada normal e homogênea, os dados foram submetidos à Análise de Variância para dois fatores de variação: *Adesivo* e *Degradação da Interface Adesiva*, posteriormente os dados foram submetidos ao teste de Tukey para verificar as diferenças entre as médias para cada sistema adesivo.

Na análise da resistência adesiva à dentina, ANOVA demonstrou que para o fator *Adesivo* houve diferença estatística significativa ($p < 0,01$) e para os fatores *Degradação da Interface Adesiva* e a *Interação* dos fatores, não houve diferença estatística significativa ($p > 0,05$) (Tabela 2). Após a realização do teste de Tukey (5%), observou-se que, para o fator *Adesivo*, o sistema adesivo XP Bond apresentou menor resistência adesiva (27,09 Mpa após 24 horas e 35,21 Mpa após 6 meses) quando comparado aos sistemas adesivos Clearfil SE Bond (34,34 Mpa após 24 horas e 24,76 Mpa após 6 meses) e Single Bond 2 (43,20 Mpa após 24 horas e 41,17 após 6 meses).

Na análise da degradação da interface adesiva, não foi observada diferença significativa na resistência a microtração das amostras após 24 horas da sua confecção (34,88 MPa $\pm$ 14,38) e aquelas analisadas após 6 meses de armazenamento em água/12.000 ciclos térmicos (39,75 MPa $\pm$ 14,08). As médias e os desvios-padrão estão descritos na tabela 4.

Tabela 4: Médias dos valores de resistência adesiva (Mpa) e os desvios-padrão dos grupos estudados

	24 horas / Nenhum Ciclo	6 meses / 12.000 Ciclos Térmicos
Clearfil SE Bond	34,34 (12,46) ^a	42,76 (15,43) ^a
Single Bond	43,20 (15,00) ^a	41,17 (12,95) ^a
XP Bond	27,09 (15,67) ^b	35,31 (13,86) ^b

Letras iguais indicam similaridade estatística

Os padrões de fratura foram analisados após o teste de microtração e verificou-se um predomínio de fraturas mistas assim distribuídas (Clearfil SE Bond/24 horas: 72,50%; Clearfil SE Bond/6 meses: 60%; Single Bond/24 horas: 75%; Single Bond/6 meses 82,5%; XP Bond/24 horas: 72% e XP Bond/6 meses 80%) (Gráfico 1).

Gráfico 1: Representa os padrões de fratura.

As figuras 6 e 7 representam o padrão de fratura predominante para cada grupo. As imagens foram obtidas por meio de MEV, com o intuito de ilustrar a falha ocorrida.

Análise Morfológica

A análise da interface adesiva foi avaliada (Figura 8) e verificou-se que os sistemas adesivos *total-etch*, apresentaram uma menor espessura de adesivo, no entanto observa-se uma camada híbrida mais profunda, bem como *tags* mais extensos.

Para o sistema adesivo *self-etch* Clearfil SE Bond, foi observada a presença de uma camada de adesivo mais espessa, bem como *tags* menores e mais irregulares, quando comparado aos demais grupos. Fatores esses que não influenciaram na resistência adesiva quando comparado ao sistema adesivo Single Bond 2.

As análises morfológicas dos sistemas adesivos não alteraram o padrão mesmo após 6 meses de ciclagem térmica e degradação em água. Foi observado apenas para o sistema adesivo XP Bond, que as amostras possuíam um *gap*.

Figura 8: Imagens representativas da interface adesiva de cada adesivo, sendo: (a) Clearfil SE Bond após 24 horas/sem ciclagem; (b), Clearfil SE Bond após 6 meses de armazenamento/12.000 ciclos térmicos; (c), Single Bond 2 após 24 horas/sem ciclagem; (d), Single Bond 2 após 6 meses de armazenamento/12.000 ciclos térmicos; (e), XP Bond após 24 horas/sem ciclagem e (f) XP Bond após 6 meses de armazenamento/12.000 ciclos térmicos. R =Resina, D=Dentina, T=Tag, CH=Camada Híbrida, *=Fenda na interface.

Discussão

DISCUSSÃO

O emprego de soluções irrigadoras endodônticas tem por finalidade dissolução de tecido orgânico, atividade antimicrobiana, ajudar no debridamento do sistema de canais e não ser tóxico aos tecidos periapicais (ABOU-RASS E OGLESBY, 1981; CHEUNG e STOCK, 1993; BARBOSA, SAFAVI, SPÅNGBERG, 1994). Entretanto, alguns estudos demonstram que essas substâncias podem interferir na qualidade de adesão do material restaurador à dentina (NIKAIDO *et al.*, 1999; TOLEDANO *et al.*, 2000; SANTOS *et al.*, 2006), principalmente quando do emprego de soluções de maior concentração (SPANÓ *et al.*, 2001).

A importância do selamento coronário para um bom desempenho do tratamento endodôntico tem sido relatada por vários autores (BELLI, 2001; GALVAN, *et al.*, 2002; OZTURK B, ÖZER F, BELLI S, 2004; VONGPHAN *et al.*, 2005). Os materiais restauradores adesivos também têm contribuído para o melhor selamento coronário e maior retenção ao material restaurador (KIJSAMANMITH *et al.*, 2002). Entretanto, as substâncias empregadas na terapia endodôntica promovem uma diminuição na adesão desses materiais (NIKAIDO *et al.*, 1999; SANTOS *et al.*, 2006).

A adesão entre o sistema adesivo e a estrutura dental é avaliada pela medição dos valores de resistência adesiva. Essa avaliação pode ser empregada por diferentes ensaios mecânicos como o teste de cisalhamento (PRATI *et al.*, 1998; CARDOSO, BRAGA, CARRILHO, 1998; CHIBA *et al.*, 2006; PLACIDO *et al.*, 2006; WATANABE *et al.*, 2008), microcisalhamento (TOBA *et al.*, 2003; SASAKAWA *et al.*, 2005; PLACIDO *et al.*, 2006; ISHIKAWA *et al.*, 2007; ANSARI *et al.*, 2008), tração (CARDOSO, BRAGA, CARRILHO, 1998) e microtração (SANO *et al.*, 1994; CARDOSO, BRAGA, CARRILHO, 1998, INAI *et al.*, 1998; PASHLEY *et al.*, 1999;

SHONO *et al.*, 1999; TOLEDANO *et al.*, 2000; BELLI *et al.*, 2001; ISHIKAWA *et al.*, 2007).

Neste estudo foi empregado o teste de microtração, proposto inicialmente por Sano *et al.* (1994), que consiste na relação existente entre a área de superfície para adesão e a resistência adesiva dos materiais. Segundo Sano *et al.* (1994), uma relação inversa entre área e resistência adesiva existe, e devido à reduzida área para adesão do teste de microtração, quando comparado aos testes de cisalhamento e tração, há uma tendência para obtenção de maiores valores adesivos.

Segundo Pashley *et al.* (1999), algumas vantagens do teste de microtração podem ser observadas: menor incorporação de defeitos, diminuindo os centros geradores de tensão e melhor distribuição de tensões. Esses fatores levam à uma menor ocorrência de falhas coesivas, como pode ser observado neste trabalho, onde observamos apenas 15,41% de falhas coesivas. Quando observamos o padrão de falha no gráfico 1, evidenciamos uma maior quantidade de falhas mistas em todos os grupos, que pode ser resultado da boa interação entre o adesivo e o substrato dentinário.

Considerando que o tempo pode exercer um efeito deletério na durabilidade do selamento coronário em restaurações (KATO e NAKABAYASHI, 1998; SHONO *et al.*, 1999; DE MUNCK *et al.*, 2003b; GIANNINI *et al.*, 2003), a realização de estudos que simulem o envelhecimento dessas restaurações poderá auxiliar na escolha de materiais restauradores que proporcionem uma interface adesiva mais homogênea, favorecendo a adesão ao substrato dental.

A cavidade bucal é o meio mais adequado para testar o comportamento dos materiais restauradores, devido aos mesmos serem submetidos às condições reais (SANO *et al.*, 1999; HASHIMOTO *et al.*, 2000). Entretanto, a dificuldade no

acompanhamento dos pacientes e a rápida evolução dos materiais, tornam esses estudos difíceis de serem conduzidos por um período de tempo maior (AMARAL, 2006).

A termociclagem é uma técnica de envelhecimento indicada pela ISO TR11405 (NAKABAYASHI e PASHLEY, 2000), onde os corpos de prova devem ser submetidos à 500 banhos de água entre 5 e 55°C. O envelhecimento por termociclagem ocorre por dois caminhos: a água quente acelera a hidrólise dos componentes da interface adesiva; e aumentam o coeficiente de contração e dilatação dos materiais restauradores gerando um estresse na interface (DE MUNCK *et al.*, 2005). Gale e Darvell (1999) em uma revisão de literatura indicam que 10.000 ciclos corresponderiam à um período equivalente a 1 ano *in vivo*.

O método de degradação empregado neste estudo foi a termociclagem (12.000 ciclos), associado à imersão em água deionizada (6 meses), que segundo Myiasaki *et al.* (1998), tem a finalidade de simular as tensões geradas na cavidade bucal. A termociclagem tem se mostrado um método eficiente para promover um *stress* na interface adesiva (AGUIAR, 2002; BEDRAN-DE-CASTRO, PEREIRA, PIMENTA, 2004; BEDRAN-DE-CASTRO *et al.*, 2004; DOS SANTOS, GARCIA, PALMA-DIBB, 2005) e o armazenamento em água tem demonstrado uma significativa redução dos valores após períodos de tempo curtos (OKUDA *et al.*, 2002). O método de degradação da interface adesiva empregado não interferiu negativamente na resistência adesiva ao longo do tempo. Fator que se deve à boa interação do sistema adesivo e o substrato desmineralizado. Uma vez que a literatura é ausente de trabalhos que avaliem a degradação de superfícies irrigadas com soluções endodônticas, uma análise comparativa torna-se difícil.

Alguns estudos demonstram a diminuição da resistência adesiva à dentina irrigada com hipoclorito de sódio, 5,25% por 30 minutos (SANTOS *et al.*, 2006). Ozturk e Özer (2004), encontraram uma diminuição de 23% dos valores de resistência adesiva após a aplicação de hipoclorito de sódio 5% por 1 minuto. Erdemir *et al.* (2004), também encontraram uma diminuição da resistência adesiva após a aplicação de hipoclorito de sódio a 5%. Assim, tem sido observada diminuição na resistência adesiva com o emprego de hipoclorito a 5%. O emprego de hipoclorito com menor concentração não foi relatado, dificultando a comparação com o presente trabalho.

O sistema adesivo XP Bond apresentou os menores valores de adesão, diferindo estatisticamente dos sistemas adesivos Clearfil SE Bond e Single Bond 2. Um fator que pode estar ligado a isso é a menor quantidade de cálcio presente na dentina após a aplicação do EDTA e hipoclorito de sódio a 2,5%, pois segundo Sayin *et al.* (2007), a aplicação dessas soluções combinadas promove uma grande remoção de cálcio da dentina. Como o sistema adesivo tem em sua formulação o monômero PENTA, que possui grande afinidade com o cálcio, uma menor quantidade de cálcio pode diminuir a resistência de união desse sistema adesivo (INAI *et al.*, 1998, TOLEDANO *et al.*, 2000).

Considerando que Belli *et al.* (2001), não evidenciou diferença na resistência adesiva entre as paredes laterais e o teto da câmara pulpar, esse trabalho se propôs avaliar a resistência adesiva do teto da câmara pulpar. Outro aspecto que dificulta uma análise comparativa é o fato de que a degradação foi realizada no dente previamente a obtenção dos palitos, diferentemente do observado na literatura que realiza a degradação dos palitos (SHONO *et al.*, 1999; HASHIMOTO *et al.*, 2002, TOLEDANO *et al.*, 2007). Esse protocolo foi estabelecido com o intuito de simular as condições bucais.

Na análise da interface adesiva foi observou-se que os sistemas adesivos *total-etch*, apresentaram uma menor espessura de adesivo, no entanto foi verificada uma camada híbrida mais uniforme, bem como *tags* mais extensos. Para o sistema adesivo *self-etch* Clearfil SE Bond, foi observada a presença de uma camada de adesivo mais espessa, bem como *tags* menores e mais irregulares, quando comparado aos demais grupos.

Os resultados de resistência adesiva após a degradação da interface adesiva concordam com os achados morfológicos obtidos na análise das interfaces adesivo/dentina, onde se verificou que a interface resultante da aplicação dos sistemas adesivos Clearfil SE Bond e Single Bond 2 mostraram-se semelhantes antes e após a degradação da interface adesiva, diferentemente do sistema XP Bond, que apresentou *gaps* após a degradação da interface adesiva, embora não tenha apresentados menores valores de resistência adesiva.

Considerando o exposto na literatura consultada e com base nos resultados obtidos no nosso trabalho, podemos afirmar que quando a dentina é irrigada com NaOCl 2,5% e EDTA 17%, não ocorre diminuição na resistência adesiva após 6 meses de termociclagem e degradação da interface adesiva para os sistemas adesivos testados. Entretanto, outros estudos que empregam diferentes soluções utilizadas em endodontia e diferentes sistemas adesivos devem ser realizados.

Conclusão

Conclusão

Considerando a metodologia empregada e dentro das limitações de um estudo *in vitro*, pode-se concluir que:

- A dentina irrigada com NaOCl e EDTA apresentou menor resistência a microtração quando do emprego do sistema adesivo XP Bond.
- A degradação da interface por meio do armazenamento em água e ciclagem térmica não influenciou a resistência de união da dentina, independente do sistema adesivo empregado.
- A análise da interface adesiva evidenciou que os sistemas adesivos não alteraram o padrão de união mesmo após 6 meses de ciclagem térmica e degradação em água, exceto para o sistema adesivo XP Bond.

Referências Bibliográficas

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

1. Abou-Rass M, Oglesby SW. The effects of temperature, concentration, and tissue type on the solvent ability of sodium hypochlorite. *J Endod*. 1981;7(8):376-7.
2. Amaral FLB. Avaliação in vitro da microtração de um sistema Etch & Rinse ao esmalte e à dentina irradiados com laser Er:YAG. Influência da termociclagem e armazenamento em água [dissertação]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo; 2006.
3. Anderson RW, Powell BJ, Pashley DH. Microleakage of three endodontic restorations. *J Endod*. 1988; 14: 497-501.
4. Ansari ZJ, Sadr A, Moezizadeh M, Aminian R, Ghasemi A, Shimada Y, Tagami J, Ansari SJ, Moayed S. Effects of one-year storage in water on bond strength of self-etching adhesives to enamel and dentin. *Dent Mater J*. 2008; 27(2):266-72.
5. Araújo CR, Araújo SS, Albuquerque DS, Lima KS, Caribé SS, Baratto Filho F, Vanni JR, Limongi O. Avaliação In Vitro do Desempenho dos EDTAs Gel e Líquido Pós-preparo do Sistema de Canais Radiculares. *Jornal Brasileiro de Endodontia*. 2003, 13 (4):160-164.
6. Barbosa SV, Safavi KE, Spångberg SW. Influence of sodium hypochlorite on the permeability and structure of cervical human dentine. *Int Endod J*. 1994; 27(6):309-12.
7. Bedran-de-Castro AK, Pereira PN, Pimenta LA, Thompson JY. Effect of thermal and mechanical load cycling on microtensile bond strength of a total-etch adhesive system. *Oper Dent*. 2004; 29(2):150-6.

* De acordo com o estilo *Vancouver*. http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html.
Abreviatura dos periódicos de acordo com Baseline

8. Bedran-De-Castro AK, Pereira PN, Pimenta LA. Long-term bond strength of restorations subjected to thermo-mechanical stresses over time. *Am J Dent*. 2004; 17(5):337-41.
9. Belli S, Zhang Y, Pereira PN, Pashley DH. Adhesive sealing of the pulp chamber. *J Endod*. 2001; 27(8):521-6.
10. Bobotis HG, Anderson RW, Pashley DH. A microleakage study of temporary restorative materials used in endodontics. *J Endod*. 1989; 15: 569-72.
11. Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater*. 1998; 14(6):394-8.
12. Cheung GS, Stock CJ. In vitro cleaning ability of root canal irrigants with and without endosonics. *Int Endod J*. 1993; 26(6):334-43.
13. Chiba Y, Yamaguchi K, Miyazaki M, Tsubota K, Takamizawa T, Moore BK. Effect of air-drying time of single-application self-etch adhesives on dentin bond strength. *Oper Dent*. 2006; 31(2):233-9.
14. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005; 84(2):118-32.
15. De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*. 2003; 82(2):136-40.
16. Dos Santos PA, Garcia PP, Palma-Dibb RG. Shear bond strength of adhesive systems to enamel and dentin. Thermocycling influence. *J Mater Sci Mater Med*. 2005; 16(8):727-32.
17. Erdemir A, Ari H, Güngüneş H, Belli S. Effect of medications for root canal

- treatment on bonding to root canal dentin. *J Endod.* 2004; 30(2):113-6.
18. Estrela C, Estrela CR, Barbin EL, Spanó JC, Marchesan MA, Pécora JD. Mechanism of action of sodium hypochlorite. *Braz Dent J.* 2002; 13(2):113-7.
 19. Ferracane JL, Mitchem JC, Adey JD. Fluoride penetration into the hybrid layer from a dentin adhesive. *Am J Dent.* 1998; 11(1):23-8.
 20. Ferraz CC, Gomes BP, Zaia AA, Teixeira FB, Souza-Filho FJ. In vitro assessment of the antimicrobial action and the mechanical ability of chlorhexidine gel as an endodontic irrigant. *J Endod.* 2001; 27(7):452-5.
 21. Fukushima T, Inoue Y, Miyazaki K, Itoh T. Effect of primers containing N-methylolacrylamide or N-methylolmethacrylamide on dentin bond durability of a resin composite after 5 years. *J Dent.* 2001; 29(3):227-34.
 22. Gale MS e Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999; 27(2):89-99.
 23. Galvan RR Jr, West LA, Liewehr FR, Pashley DH. Coronal microleakage of five materials used to create an intracoronal seal in endodontically treated teeth. *J Endod.* 2002; 28(2):59-61.
 24. Giannini M, Seixas CA, Reis AF, Pimenta LA. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin. *J Esthet Restor Dent.* 2003; 15(1):43-8.
 25. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res.* 2000; 79(6):1385-91.
 26. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Tay FR, Kaga M, Kudou Y, Oguchi H, Araki Y, Kubota M. Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year of water storage. *J Biomed Mater Res.* 2002; 63(3):306-11.
 27. Inai N, Kanemura N, Tagami J, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW.

- Adhesion between collagen depleted dentin and dentin adhesives. *Am J Dent.* 1998; 11(3):123-7.
28. Ishikawa A, Shimada Y, Foxton RM, Tagami J. Micro-tensile and micro-shear bond strengths of current self-etch adhesives to enamel and dentin. *Am J Dent.* 2007; 20(3):161-6.
 29. Kato G, Nakabayashi N. The durability of adhesion to phosphoric acid etched, wet dentin substrates. *Dent Mater.* 1998; 14(5):347-52.
 30. Kijssamanmith K, Timpawat S, Harnirattisai C, Messer HH. Microtensile bond strengths of bonding agents to pulpal floor dentine. *Int Endod J.* 2002; 35: 833-39.
 31. Leonard JE, Gutmann JL, Guo IY. Apical and coronal seal of roots obturated with a dentine bonding agent and resin. *Int Endod J.* 1996; 29(2):76-83.
 32. Li H, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of thermocycling regimens on the nanoleakage of dentin bonding systems. *Dent Mater.* 2002; 18(3):189-96.
 33. Marending M, Luder HU, Brunner TJ, Knecht S, Stark WJ, Zehnder M. Effect of sodium hypochlorite on human root dentine - mechanical, chemical and structural evaluation. *Int Endod J.* 2007; 40(10):786-93.
 34. McDonnell G, Russell AD. Antiseptics and disinfectants: activity, action, and resistance. *Clin Microbiol Rev.* 1999; 12(1):147-79.
 35. Miyazaki M, Sato M, Onose H, Moore BK. Influence of thermal cycling on dentin bond strength of two-step bonding systems. *Am J Dent.* 1998; 11(3):118-22.
 36. Morgano SM, Rodrigues AH, Sabrosa CE. Restoration of endodontically treated teeth. *Dent Clin North Am.* 2004; 48(2):vi, 397-416.
 37. Nakabayashi N, Ashizawa M, Nakamura M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quintessence Int.* 1992; 23(2):135-41.

38. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 1982; 16(3):265-73.
39. Nakabayashi N, Pashley DH. *Hibridization of dental hard tissues.* Tokio: Quintessence Publishing; 2000.
40. Nakabayashi N. The hybrid layer: a resin-dentin composite. *Proc Finn Dent Soc.* 1992;88 Suppl 1:321-9.
41. Nikaido T, Takano Y, Sasafuchi Y, Burrow MF, Tagami J. Bond strengths to endodontically-treated teeth. *Am J Dent.* 1999; 12(4):177-80.
42. Okuda M, Pereira PN, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs. microtensile bond strength. *Oper Dent.* 2002; 27(3):289-96.
43. Ozturk B, Özer F, Belli S. An in vitro comparison of adhesive systems to seal pulp chamber walls. *Int Endod J.* 2004; 37(5):297-306.
44. Ozturk B, Özer F. Effect of NaOCl on bond strengths of bonding agents to pulp chamber lateral walls. *J Endod.* 2004; 30(5):362-5.
45. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent.* 1999; 1(4):299-309.
46. Placido E, Meira JB, Lima RG, Muench A, de Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater.* 2007 Sep;23(9):1086-92. Epub 2006 Nov 22.
47. Prati C, Chersoni S, Mongiorgi R, Pashley DH. Resin-infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. *Oper Dent.* 1998; 23(4):185-94.
48. Regan JD e Fleury AA. Irrigants in non-surgical endodontic treatment. *J Ir Dent*

- Assoc. 2006; 52(2):84-92.
49. Rossomando KJ e Wendt SL Jr. Thermocycling and dwell times in microleakage evaluation for bonded restorations. *Dent Mater.* 1995; 11(1):47-51.
 50. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994; 10(4):236-40.
 51. Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res.* 1999; 78(4):906-11.
 52. Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2001;12(2):136-51.
 53. Santos JN, Carrilho MR, De Goes MF, Zaia AA, Gomes BP, Souza-Filho FJ, Ferraz CC. Effect of chemical irrigants on the bond strength of a self-etching adhesive to pulp chamber dentin. *J Endod.* 2006; 32(11):1088-90.
 54. Sasakawa W, Nakaoki Y, Nagano F, Horiuchi S, Ikeda T, Tanaka T, Noda M, Inoue S, Sano H, Sidhu SK. Micro-shear bond strength of five single-step adhesives to dentin. *Dent Mater J.* 2005; 24(4):617-27.
 55. Sayin TC, Serper A, Cehreli ZC, Kalayci S. Calcium loss from root canal dentin following EDTA, EGTA, EDTAC, and tetracycline-HCl treatment with or without subsequent NaOCl irrigation. *J Endod.* 2007; 33(5):581-4.
 56. Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russell CM, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds. *J Adhes Dent.* 1999; 1(3):211-8.
 57. Silva LA, Leonardo MR, Assed S, Tanomaru Filho M. Histological study of the effect of some irrigating solutions on bacterial endotoxin in dogs. *Braz Dent J.*

- 2004;15(2):109-14.
58. Spanó JC, Barbin EL, Santos TC, Guimarães LF, Pécora JD. Solvent action of sodium hypochlorite on bovine pulp and physico-chemical properties of resulting liquid. *Braz Dent J.* 2001; 12(3):154-7.
 59. Toba S, Veeraprabati W, Shimada Y, Nikaido T, Tagami J. Micro-shear bond strengths of adhesive resins to coronal dentin versus the floor of the pulp chamber. *Am J Dent.* 2003; 16 Spec No:51A-56A.
 60. Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Yamauti M, Pashley DH, Tay F. Effect of bacterial collagenase on resin-dentin bonds degradation. *J Mater Sci Mater Med.* 2007; 18(12):2355-61.
 61. Toledano M, Perdigão J, Osorio R, Osorio E. Effect of dentin deproteinization on microleakage of Class V composite restorations. *Oper Dent.* 2000; 25(6):497-504.
 62. Türkün M, Sevgican F, Aran B. Effect of endodontic irrigants on microleakage of coronal restorations. *Am J Dent.* 2005; 18(5):353-8.
 63. Vongphan N, Senawongse P, Somsiri W, Harnirattisai C. Effects of sodium ascorbate on microtensile bond strength of total-etching adhesive system to NaOCl treated dentine. *J Dent.* 2005; 33(8):689-95.
 64. Watanabe T, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S, Miyazaki M. Effect of prior acid etching on bonding durability of single-step adhesives. *Oper Dent.* 2008; 33(4):426-33.
 65. Webber RT, del Rio CE, Brady JM, Segal RO. Sealing quality of a temporary filling material. *Oral Surg.* 1978; 46: 123-30.
 66. Wolcott JF, Hicks ML, Himel VT. Evaluation of pigmented intraorifice barriers in endodontically treated teeth. *J Endod.* 1999; 25(9): 589-92.
 67. Wu MK, Wesselink PR. Endodontic leakage studies reconsidered. Part I.

- Methodology, application and relevance. *Int Endod J.* 1993; 26(1):37-43.
68. Yamauti M, Hashimoto M, Sano H, Ohno H, Carvalho RM, Kaga M, Tagami J, Oguchi H, Kubota M. Degradation of resin-dentin bonds using NaOCl storage. *Dent Mater.* 2003; 19(5):399-405.
69. Zehnder M. Root canal irrigants. *J Endod.* 2006; 32(5):389-98.

Anexos

Anexo I: Carta do comitê de ética em pesquisa da FORP-USP

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA
Avenida do Café, s/nº - Telefone: (016) 3602-3963
14040-904 - Ribeirão Preto - SP - Brasil
Fax: (016) 3633-0999

OF.CEP/036/FORP

Prezado Senhor,

Ref.: Processo nº 2008.1.157.58.8
CAAE nº 0012.0.138.000-08

A pedido da Profa. Dra. Simone Cecílio Hallak Regalo, Coordenadora do Comitê de Ética em Pesquisa desta Faculdade, informamos que o referido Comitê, em sua 86ª Sessão, realizada no dia 13 de março de 2008, deliberou **aprovar** o Projeto de Pesquisa envolvendo seres humanos, intitulado: **"Efeito do hipoclorito de sódio e EDTA na resistência à união de três sistemas adesivos após degradação marginal"**, a ser desenvolvido por Vossa Senhoria, na Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, devendo o atestado para publicação final ser expedido pelo Comitê de Ética em Pesquisa, após a entrega e aprovação do Relatório Final pelo referido Comitê.

Na oportunidade, lembramos da necessidade de entregar na Secretaria do Comitê, com o formulário preenchido pelo pesquisador responsável, o **Relatório Final** no dia **30 de março de 2009**.

Atenciosamente,

Glaucé Della Rosa
Secretária do Comitê de Ética em Pesquisa

Ilmo. Sr.

PG. DANIEL GALAFASSI

Pós-Graduando do Departamento de Odontologia Restauradora – FORP/USP

GDR/gdr

Anexo 2: Valores do ensaio de microtração após 24 horas

XP Bond 24 hs						
CP ¹	Palito 1	Palito 2	Palito 3	Palito 4	Média ²	Desv. Pad. ³
4	23,26	36,57	67,83	51,3	44,74	19,19
8	22,12	52,04	50,62	31,96	39,185	14,60
14	26,61	30,92	88,06	39,41	46,25	28,38
21	3,7	2,42	48,02	36,2	22,585	23,06
34	3,67	24,82	42,36	12,62	20,8675	16,75
41	27,76	31,51	18,81	36,64	28,68	7,52
52	16,2	10,4	22,87	2,03	12,875	8,84
57	35,18	20,4	35,57	7,86	24,7525	13,29
64	2,28	20,68	23,9	10,53	14,3475	9,86
72	18,77	36,86	9,38	1,65	16,665	15,17

Clearfil SE Bond 24 hs						
CP	Palito 1	Palito 2	Palito 3	Palito 4	Média	Desv. Pad.
3	38,1	66,87	40,76	63,85	52,40	15,06
10	27,62	27,04	32,82	7,09	23,64	11,34
15	44,51	32,05	53,4	37,63	41,90	9,21
19	24,75	62,07	39,64	38,58	41,26	15,44
39	29,02	27,44	54,7	X	37,05	15,30
46	50,62	28,4	23,56	50,62	38,30	14,36
49	34,48	28,52	43,83	32,66	34,87	6,47
59	13,19	24,56	28,77	11,87	19,60	8,36
65	7,1	30,4	29,01	9,34	18,96	12,45
70	26,12	25,53	60,17	29,92	35,44	16,60

Single Bond 24 hs						
CP	Palito 1	Palito 2	Palito 3	Palito 4	Média	Desv. Pad.
1	71,47	54,06	43,77	73,26	60,64	14,19
11	32,8	40,2	64,86	53,09	47,74	14,16
18	52,91	49,04	39,33	60,25	50,38	8,71
22	44,51	50,53	52,19	34,65	45,47	7,93
27	20,06	25,31	14,8	86,06	36,56	33,28
38	35,69	26,69	28,97	31,32	30,67	3,85
44	40,25	5,68	8,17	52,71	26,70	23,42
51	43,31	30,7	50,84	38,99	40,96	8,41
55	55,65	34,11	30,7	25,21	36,42	13,34
63	25,1	57,56	64,16	78,99	56,45	22,74

¹ CP = Corpo de Prova² Média = Média dos valores de microtração obtidos³ Desv. Pad. = Desvio Padrão

Anexo 3: Valores do ensaio de microtração após 6 meses

XP Bond 6 meses degradação						
CP ⁴	Palito 1	Palito 2	Palito 3	Palito 4	Média ⁵	Desv. Pad. ⁶
5	16,8	38,15	43,2	38,58	34,18	11,81
12	15,04	14,8	13,37	45,64	22,21	15,64
23	26,13	48,2	46,8	34,56	38,92	10,50
26	30,91	9,64	15,95	61,81	29,58	23,27
40	54,08	43,86	56,5	49,96	51,10	5,53
45	45,1	50,17	37,07	16,37	37,18	14,88
50	40,29	40,3	13,76	21,86	29,05	13,40
60	26,17	29,63	22,16	56,87	33,71	15,74
62	45,36	27,99	17,23	27,29	29,47	11,68
67	44,53	24,75	58,08	59,53	46,72	16,13

Clearfil SE Bond 6 meses degradação						
CP	Palito 1	Palito 2	Palito 3	Palito 4	Média	Desv. Pad.
2	29,19	9,99	42,78	53,15	33,78	18,65
9	48,68	42,34	48,36	37,84	44,31	5,20
16	51,46	22,26	53,53	55,53	45,70	15,71
20	17,94	19,9	42,5	36,98	29,33	12,26
30	58,8	67,44	26,27	45,5	49,50	17,93
42	21,12	39,84	37,01	44,69	35,67	10,20
43	56,03	27,55	74,53	34,18	48,07	21,43
53	11,45	49,33	44,98	31,06	34,21	17,05
66	69,25	72,95	31,74	40,14	53,52	20,64
69	33,31	65,29	50,19	65,35	53,54	15,25

Single Bond 6 meses degradação						
CP	Palito 1	Palito 2	Palito 3	Palito 4	Média	Desv. Pad.
6	29,03	48,06	39,04	38,35	38,62	7,77
7	68,85	37,96	56,43	35,43	49,67	15,85
17	22,66	23,81	12,85	20,85	20,04	4,95
24	20,57	12,83	35,24	39,67	27,08	12,52
25	20,5	39,77	41,88	12,26	28,60	14,53
48	11,51	54,4	52,7	66,8	46,35	24,06
54	75	47,15	31,63	27,28	45,27	21,58
56	40,26	62,85	57,79	63,04	55,99	10,76
61	36,89	41,89	45,38	47,25	42,85	4,55
68	41,99	52,93	72,48	61,4	57,20	12,92

⁴ CP = Corpo de Prova⁵ Média = Média dos valores de microtração obtidos⁶ Desv. Pad. = Desvio Padrão