

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

**Thiago Majolo Valeretto**

Avaliação da influência de agentes químicos  
previamente à aplicação de sistemas adesivos  
autocondicionantes na resistência adesiva à dentina

BAURU  
2012



**Thiago Majolo Valeretto**

**Avaliação da influência de agentes químicos  
previamente à aplicação de sistemas adesivos  
autocondicionantes na resistência adesiva à dentina**

Dissertação apresentada a Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de mestre em Odontologia.

Área de concentração: Dentística (opção Dentística)

Orientadora: Profa. Dra. Linda Wang  
Co-orientador: Prof. Dr. José Mondelli

**BAURU  
2012**

V236a Valeretto, Thiago Majolo  
Avaliação da influência de agentes químicos  
previamente à aplicação de sistemas adesivos  
autocondicionantes na resistência adesiva à  
dentina

/ Thiago Majolo Valeretto. – Bauru, 2012.  
67 p. : il. ; 31cm.

Dissertação/Mestrado – Faculdade de  
Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo

Orientadora: Profa. Dra. Linda Wang

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

Assinatura:

Data:

---

---

## DEDICATÓRIA / AGRADECIMENTOS

DEDICO ESTE TRABALHO...

*À memória de minha mãe, EDNA, que certamente continua a acompanhar meus passos e, embora hoje distante, é elemento fundamental desta conquista*

*Ao meu pai, GERSON, pelo apoio e compreensão incondicionais, fazendo-me sentir uma pessoa especial e mostrando-me que sempre é possível ir além*

*Ao meus grandes irmãos, LEANDRO E GABRIEL, pela presença em minha vida, pelo apoio e luta*

*À minha avó materna, EMIKO, verdadeiro exemplo a ser seguido e uma grande mãe de todos.*

*A toda minha família, pelo incentivo e por dividirem comigo mais esta conquista.*

AGRADEÇO...

*A Deus,*

*pela constante presença em minha vida, por compreender meus anseios e dar-me força e coragem para alcançar mais este objetivo.*

AGRADEÇO...

*Ao Prof. Dr. José Mondelli,*

*por mostrar-me a estrada a percorrer, orientando o melhor caminho e nunca deixando de ser um grande amigo. Obrigado pela confiança, pelos jogos do grande Palestra e por ser parte da minha família, assim como a dona Marisa.*

---

---



---

---

AGRADEÇO TAMBÉM...

À Direção da Faculdade de Odontologia de Bauru, pela oportunidade;

À CAPES, pela concessão da bolsa de estudo que me deu a oportunidade de cursar a pós-graduação.

Aos Professores da área de Dentística:

Rafael Francisco Lia Mondelli, Eduardo Batista Franco, Sérgio Kiyoshi Ishikiriyama, José Carlos Pereira, Maria Fidela de Lima Navarro, Aquira Ishikiriyama, Carlos Eduardo Francischone, Maria Teresa Atta, Emerson André Carrit Coneglian;

Em especial, minha orientadora Linda Wang.

Aos funcionários e ex-funcionários do Departamento de Dentística e Materiais Odontológicos Clélia Rita C. Capossi dos Santos, Elisabeth dos Santos Cariani, Angela Maria Amantini, Sandrinha, Nelson Queiroz, Benedito Bueno de Moura, Wilson Fiorillo Júnior, Alcides Lourivalda, Zuleica Valderes, Maria, e Mauro pela amizade, pelo carinho com que me receberam e pela disposição em ajudar-me todas as vezes que os solicitei;

A todos os funcionários do Serviço de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de Bauru agradeço pelas orientações precisas e por estarem sempre dispostos a ajudar;

À "turma" de Mestrado e Doutorado da Dentística: Muito obrigado por me acompanhar em esta jornada;

---

---





---

---

*Aos meus amigos, Leonardo Fernandes da Cunha, Víctor Manuel Acosta Servian, Adilson Yoshio Furuse, Renato Cilli, Odirlei Malaspina, Tatiana Salles de Souza Malaspina, Augusto Bodanezi, Etiene Munhoz, Pedro Teixeira Garcia Coesta, Ana Carolina Francischone, Juan Rommel, Jessica Kuchar, além do pessoal da república, do futebol, alunos da graduação e da minha turma de especialização em periodontia do Centrinho;*

*Ao Prof. Dr. José Roberto Pereira Lauris pela análise estatística do trabalho.*

*A todos que de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho;*

*Meus sinceros agradecimentos!!!*

---

---



---

---

*“A dúvida é o princípio da sabedoria.”*

*Aristóteles*

---

---



*Resumo*

---

---



---

---

## RESUMO

Com os sistemas adesivos autocondicionantes, o uso prévio do ácido fosfórico passou a ser dispensado em dentina. Assim, outras soluções foram propostas a fim de se promover uma limpeza da cavidade e otimizar um melhor embricamento do adesivo ao substrato. O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de soluções químicas à adesão à dentina bovina, por meio da resistência ao microcisalhamento, de três sistemas adesivos autocondicionantes em função do tempo. Duzentos e quarenta incisivos bovinos foram incluídos, desgastados e polidos em série com lixas de carbetto de silício, obtendo uma superfície planificada de dentina de 10 mm de diâmetro. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em 4 grupos, de acordo com a solução aplicada: SF- aplicação de soro fisiológico com 0,9% NaCl (grupo controle); HS- desproteínização com hipoclorito de sódio a 5%, por 2 minutos e HSAA- hipoclorito de sódio a 5%, por 2 minutos seguida da aplicação de ácido ascórbico (ascorbato) a 10%, por 1 minuto; CHX- aplicação de solução clorexidina a (2% por 1 minuto). Às superfícies preparadas foram aplicados três sistemas adesivos autocondicionantes, por grupo - Optibond All-in-One (KERR), Filtek P90-System Adhesive (3M-ESPE) e Adper SE (3M-ESPE), todas seguidas da inserção de resina composta (Filtek Z250 ou Filtek P90). Metade dos espécimes de cada grupo foram armazenados por 24 horas e metade por 6 meses. Após esses períodos, os espécimes foram submetidos ao teste de microcisalhamento, em uma máquina de ensaios universal (Emic, na velocidade de 0,5mm/min). Os dados foram avaliados estatisticamente através de análise de variância (ANOVA) a três critérios e testes de comparações múltiplas de Tukey ambos considerando  $\alpha=0,05$ . O adesivo Filtek P90-System Adhesive foi o único que manteve a resistência adesiva após o envelhecimento, porém, os dois tratamentos de superfície contendo hipoclorito de sódio influenciaram negativamente. Já com a clorexidina não houve diferença estatisticamente significativa comparada ao grupo controle. O adesivo OptiBond All-In-One (Kerr) foi influenciado positivamente pelo hipoclorito de sódio e hipoclorito de sódio mais ascorbato, no tempo de 24 horas. Sendo de igual resultado com o envelhecimento em solução aquosa. Adper SE (3M-ESPE) sofreu influência dos tratamentos à base de hipoclorito de sódio. O melhor resultado, comparando dois tratamentos com hipoclorito, após o envelhecimento, foi obtido pelo tratamento com

---

---





---

---

o hipoclorito de sódio mais ascorbato sendo estatisticamente idêntico ao grupo controle. Foi concluído que os tratamentos de superfície influenciam na resistência adesiva dos adesivos testados. A clorexidina possibilitou os melhores resultados em quase todos os testes.

**Palavras-chave:** Adesivos dentinários. Clorexidina. Hipoclorito de sódio.

---

---



# *Abstract*

---

---



---

---

## ABSTRACT

### Evaluation of the influence of chemical agents before applying Self-etching Adhesives on dentin Bond Strength

With the Self-etching adhesives, acid-etching with phosphoric acid has to be dispensed in dentin. Then, other solutions have been proposed in order to promote the cavity cleaner and improvement in bonding effectiveness. The aim of this study was to investigate the microshear bond strength, with the influence of chemical solutions and time, in three adhesive systems used on bovine dentin. Two hundred and forty bovine incisors were included, and the surface was polished in series with silicon carbide paper, getting flattened dentin surface of 10 mm in diameter. The specimens were randomly divided into four groups, according to the applied solution: SF- saline solution with 0.9% NaCl (control group), HS-deproteinization with sodium hypochlorite at 5%, for 2 minutes and HSAA- sodium hypochlorite 5% for 2 minutes followed by the application of ascorbic acid (ascorbate) and 10% for 1 minute; CHX- application of chlorhexidine solution (2% for 1 minute). Were applied to surfaces prepared three adhesive systems, per group - Optibond All-in-One (Kerr), Filtek-P90 System Adhesive (3M-ESPE) and Adper SE (3M-ESPE), all followed by the insertion of composite resin ( Filtek Z250 and Filtek P90). Half of the specimens of each group / treatment were stored for 24 hours and half for six months. After these periods were tested using the microshear in a universal testing machine (Emic, the speed of 0.5 mm / min). Results were submitted to three way ANOVA and TUKEY test multiple comparison both considering  $\alpha = 0.05$ . The adhesive Filtek P90 System Adhesive was the one who kept the bond strength after aging, however, the two surface treatments containing sodium hypochlorite influenced negatively. With chlorhexidine, there was no statistically significant difference compared to the control group. The adhesive OptiBond All-in-One (Kerr) was affected by the sodium hypochlorite, sodium hypochlorite more ascorbate, at 24 hours. As a result of equal with aging in aqueous solution. Adper SE (3M-ESPE) was influenced by the treatments using sodium hypochlorite. The best result, comparing two treatments with hypochlorite, after aging, was obtained by treatment with sodium hypochlorite more ascorbate was statistically identical to the control group. It was concluded that the influence of surface treatments on bond strength of adhesives tested. The chlorhexidine resulted in better results in almost every test.

**Keywords:** Dental bonding adhesives. Chlorhexidine. Sodium hypochlorite.

---

---



---

---

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

### FIGURAS

Figura 4.1 - A-Optibond All-in-One (KERR); B- Filtek P90-System Adhesive (3M ESPE) C- Adper SE (3M ESPE).....	40
Figura 4.2 - Anel de PVC com o dente bovino incluído em resina epóxica.....	40
Figura 4.3 - Matriz de Teflon utilizada para a inserção de resina composta para o preparo dos espécimes para teste de cisalhamento .....	42
Figura 4.4 - Dispositivo tracionando o corpo-de-prova por meio de uma alça feita com fio ortodôntico.....	43

## LISTA DE QUADROS

Quadro 4.1 - Distribuição dos grupos de acordo com a solução química, sistema restaurador adesivo e tempo testados.....	39
---	----





---

---

## LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

SF	Soro fisiológico
HS	Hipoclorito de sódio 5%
HS+AA	Hipoclorito de sódio 5%+ ácido Ascórbico 10%
CHX	Clorexidina 2%



---

---

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>13</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>19</b>
2.1	SISTEMAS ADESIVOS .....	21
2.2	SOLUÇÕES IRRIGADORAS.....	25
2.2.1	HIPOCLORITO DE SÓDIO .....	25
2.2.2	CLOREXIDINA .....	28
<b>3</b>	<b>PROPOSIÇÃO .....</b>	<b>33</b>
<b>4</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>37</b>
<b>5</b>	<b>RESULTADOS .....</b>	<b>45</b>
<b>6</b>	<b>DISCUSSÃO .....</b>	<b>49</b>
<b>7</b>	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>55</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>59</b>

---

---



# *1 Introdução*

---

---



## **1 INTRODUÇÃO**

A evolução da Odontologia restauradora, envolvendo procedimentos que visam a estética associada à função, tem sido significativa e possível desde a introdução de sistemas restauradores adesivos. A aplicabilidade e desenvolvimento desses materiais permitiu que se tornassem indispensáveis nos tratamentos preventivos e terapêuticos atuais (AGACKIRAN et al., 2011).

Um dos aspectos mais relevantes dessa evolução corresponde à maior compreensão sobre os substratos dentários: esmalte dentário, dentina e cimento. Estes tecidos diferem quanto a sua composição, morfologia e, conseqüentemente, em relação à sua interação com os sistemas adesivos (BAXTER et al., 2002). Com este entendimento, estratégias direcionadas a vencer a limitação das diferentes interações aumentou a perspectiva de sucesso clínico.

Desde à introdução dos sistemas adesivos, a presença de esmalte nas margens sempre foi sinônimo de uma adesão eficiente, capaz de oferecer um selamento marginal adequado e seguro (DE MUNCK et al., 2005). Sua natureza rica em minerais, sobretudo de hidroxiapatita altamente organizada, permitia uma interação adequada e estável.

Inevitavelmente, a dentina passou a ser envolvida nos procedimentos adesivos. Porém, suas características particulares, apesar de ser um substrato rico em minerais, demonstrou que a dinâmica exigiria novas abordagens. A dentina é caracterizada como um composto biológico que possui uma matriz de colágeno, preenchida com cristalitos de hidroxiapatita com tamanhos submicrométricos-nanométricos, cálcio-deficientes e ricos em carbonato, dispersos entre cilindros e os paralelos hipermineralizados de tamanho micrométrico, pobre em colágeno (túbulos dentinários contendo dentina peritubular). A composição química da dentina tem aproximadamente 50% de volume mineral, 20% de água e 30% de matriz orgânica. Esta composição pode variar com a posição, alinhamento, oclusão e função do dente e até mesmo dentro de um único dente (NAKABAYASHI, 1992).

---

Desde então, foram desenvolvidas diferentes gerações de sistemas adesivos com o objetivo de promover a união ao remanescente dentinário e também de reduzir o número de passos clínicos durante a aplicação. Os sistemas adesivos convencionais, inicialmente propostos, utilizam o ácido fosfórico como primeira etapa com o intuito de se criar vias de infiltração para os monômeros presentes nos adesivos. Para melhorar essa infiltração, soluções de primer foram introduzidas entre estes dois passos, melhorando o molhamento do substrato dentinário. Posteriormente, esses três passos (condicionamento ácido, primer e adesivo) foram combinados em diversas formas sempre nessa ordem. Assim, além dos sistemas convencionais de condicionamento total, surgiram os sistemas adesivos autocondicionantes. Estes sistemas consistem sempre na mistura de um condicionador com apenas o primer ou ainda envolvendo o agente hidrofóbico, surgindo os autocondicionantes de dois ou um passo, respectivamente. Os primers auto-condicionantes são compostos por monômeros resinosos ácidos, que simultaneamente modificam e removem parcialmente a smear layer além de descalcificar a superfície de dentina e esmalte (CHANG et al., 2003). Como sua acidez é menor do que a apresentada pelo ácido fosfórico, sua dissolução tende a ser autolimitada, uma vez que o ácido é neutralizado em algum momento pelos íons cálcio e fosfato liberados durante a desmineralização (GORDAN et al., 1997). A smear layer é, portanto, incorporada à camada híbrida formando uma camada de integração (CHANG et al., 2003).

Embora testes clínicos e laboratoriais venham comprovando as vantagens dos adesivos autocondicionantes em relação à maior facilidade de aplicação em dentina e menor sensibilidade pós-operatória, quando comparados com os adesivos de condicionamento total ou convencionais, desvantagens também são evidenciadas, destacando-se a resistência de adesão inferior desses sistemas ao esmalte, principalmente quando este não sofre asperização. (PERDIGAO, 2003; KIREMITCI A, 2004). A eficácia imediata dos adesivos contemporâneos é bastante favorável, independentemente da abordagem utilizada. No entanto, a longo prazo, a eficácia da ligação dos adesivos pode reduzir drasticamente prejudicando esta união adesiva entre o dente e a restauração (DE MUNCK J, 2003). A degradação hidrolítica das fibrilas de colágeno mais profundas não são infiltradas pelos

---



monómeros e portanto, pode também ser responsável por esta perda de adesão (PAUL et al., 1999; SANO et al., 1994).

Uma estratégia foi proposta a fim de se minimizar a dissolução das fibrilas de colágeno, tentando resultar em uma melhor difusão dos monômeros e mantendo a resistência adesiva a longo prazo. (CORRER, 2004; PRATI; CHERSONI; PASHLEY, 1999). Assim, o hipoclorito de sódio (NaOCl) seria aplicado após o ataque ácido. Esta solução tem sido utilizada por um longo período na Endodontia como solução irrigadora do canal radicular e agente clareador (HAYWOOD, 1992) em diferentes concentrações, variando de 0,5 a 5,25%. Sua consistente utilização clínica resulta da habilidade em dissolver tecido necrótico e remanescentes orgânicos, na sua atividade antimicrobiana e sua baixa toxicidade em pequenas concentrações (SPANGBERG et al., 1973; BYSTROM; SUNDQVIST, 1983), além de seu efeito como agente de desproteinização (BALOOCH et al., 2008). A dissolução dos tecidos orgânicos pelo NaOCl é baseado na ação do cloro que, agindo sobre as proteínas formam cloroaminas que são hidrosolúveis. Esta reação na dentina solubiliza as fibrilas de colágeno removendo-as (MOORER; WESSELINK, 1982). Entretanto, há de se considerar estudos que apontam que o hipoclorito de sódio produz um efeito negativo para a união adesiva devido à liberação de oxigênio, prejudicando a polimerização subsequente de sistemas adesivos e resina composta (NIKAIDO et al., 1999). Para evitar este efeito negativo e a força de união voltar ao normal, foi sugerido o uso do ascorbato de sódio a 10% por 1 minuto após a lavagem com água, o ascorbato age como um oxidoredutor, minimizando os efeitos do NaOCl (MORRIS et al., 2001).

Mais recentemente, várias evidências sugerem que a solução de clorexidina (CHX) age como um potente inibidor das metaloproteinases (MMP-s) presentes na matriz dentinária (CARRILHO et al., 2007). Esta solução foi notoriamente aplicada como agente antimicrobiano, sendo utilizada após o preparo cavitário como agente de limpeza. Nessa nova proposta, entretanto, sua aplicação após o condicionamento ácido, inibiriam estas MMP-s que são ativadas e poderiam facilitar a degradação das fibrilas de colágeno. Com essa perspectiva, a CHX tem demonstrado a manutenção da estabilidade de adesão se aplicado após o condicionamento ácido; Ainda não existe um consenso em sua utilização com essa finalidade ao ser associada aos

---

sistemas autocondicionantes, uma vez que o passo de condicionamento ácido está incorporado ao menos ao passo do *primer*.

Diferentes formas de se tratar o substrato dentinário podem ser realizadas anteriormente à aplicação de sistemas adesivos autocondicionantes. Diante também de novos conceitos destes sistemas, há a necessidade de se investigar qual ou quais seriam as melhores opções visando uma resistência de união adequada.

## *2 Revisão de Literatura*

---

---



## **2 REVISÃO DA LITERATURA**

### **2.1 Sistemas adesivos**

Em Odontologia, o termo adesão é freqüentemente utilizado para definir o processo que estabelece a união micro mecânica entre os materiais, sobretudo os compósitos de resina e os substratos dentais. Esta união é conseguida pela aplicação de um agente intermediário denominado adesivo ou resina fluida. Em (1955), Buonocore observou o uso de ácido para melhorar a adesão de tintas e resinas a superfícies metálicas no âmbito industrial e, com esse conhecimento, vislumbrou a possibilidade de melhorar a união entre a resina acrílica e a estrutura dentária testando dois ácidos: ácido fosfomolibdato oxálico a 50% e ácido fosfórico a 85% misturado com ácido oxálico a 10%. Além do tratamento com ácido fosfórico ter oferecido melhores resultados, apresentou maior simplicidade de uso, favorecendo a união de agentes resinosos ao esmalte de dentes extraídos para torná-los mais receptivos à adesão.

No ano de (1982), Nakabayashi et al. descreveram a camada híbrida como uma combinação resultante da dentina e polímero, que pode ser definida como a impregnação de um monômero à superfície dentinária desmineralizada por ácidos que promovem a desmineralização seletiva da hidroxiapatita, e possibilitam a manutenção de integridade das fibras de colágeno, formando uma camada ácido-resistente de dentina reforçada por resina.

Devido a ocorrências de sensibilidade pós-operatória em dentes posteriores que passaram a ser significativas, começou-se a investigar quais seriam as possíveis causas dessa sensibilidade. Autores como Eick et al., (1991) explicaram que se os túbulos dentinários expostos pelo condicionamento ácido não forem protegidos pelo sistema adesivo, isto pode ocasionar sensibilidade pós-operatória; além disso, a contração de polimerização das resinas restauradoras era suficiente para romper a ligação adesiva, e contribuir com a sensibilidade.

Estudo feito em (1992) por Kanca, mostrou que era possível promover a adesão de polímeros à dentina. O autor fez testes de cisalhamento para observar a

---

resistência da união adesiva em relação ao substrato e o tratamento. Um único grupo utilizou o esmalte como substrato. Os resultados mostraram que o condicionamento com ácido fosfórico a 37%, por 15 segundos, dentre os grupos em que a dentina era o substrato tratado. Porém, o condicionamento com ácido fosfórico a 35-37%, previamente à aplicação do *primer*, cria uma zona profunda de dentina desmineralizada e aumenta a permeabilidade para a superfície do substrato. Clinicamente, esse evento pode corresponder à nanoinfiltração e/ou sensibilidade pós-operatória (SAKAGUCHI, 1999) causadas pela incompleta penetração do *primer* e do adesivo por toda a área descalcificada durante a formação da camada híbrida e ao passo crítico de secagem da cavidade para se promover a necessária adesão úmida, respectivamente.

A tendência da evolução dos sistemas adesivos tem sido desenvolver produtos com características hidrofílicas, compatíveis com o substrato naturalmente úmido da dentina, pela adição de solventes orgânicos e monômeros hidrofílicos de baixo peso molecular, capazes de se infiltrar pelos espaços interfibrilares da dentina condicionada, se polimerizar e formar a camada híbrida duradoura (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982; CARVALHO et al., 2004). Outra tendência é a diminuição dos passos operatórios, no intuito de minimizar possíveis erros dos cirurgiões dentistas.

Mais recentemente, na tentativa de superar estes problemas, foram desenvolvidos agentes adesivos autocondicionantes, os quais não requerem aplicação prévia de um ácido para produzir retencões no substrato dentário. Em suas fórmulas foram adicionados monômeros resinosos ácidos que desmineralizam e infiltram os tecidos dentários simultaneamente. Como seu PH é maior do que a apresentada pelo ácido fosfórico, sua dissolução tende a ser autolimitada, uma vez que o ácido é neutralizado pelos íons cálcio e fosfato liberados durante a desmineralização do substrato (GORDAN et al., 1997).

O uso de sistemas adesivos autocondicionantes apresenta vantagens em relação aos demais sistemas uma vez que são aplicados de forma simplificada. Além disso, geralmente a técnica para o operante é mais fácil e menos sensível comparada com sistemas que utilizam o prévio condicionamento ácido. O colapso da rede de colágeno ocasionado pela secagem não ocorre, uma vez que a *smear*

---

layer mantida é simultaneamente desmineralizada e polimerizada (NAKABAYASHI; SAIMI, 1996).

Diversos trabalhos foram desenvolvidos com o objetivo de avaliar a qualidade e força da adesão utilizando os adesivos autocondicionantes (VAN MEERBEEK et al., 2003; KIREMITCI; YALCIN; GOKALP, 2004).

Em (2001), Agostini FG; Kaaden C; Powers JM, Com objetivo de avaliar a resistência à tração de três adesivos autocondicionantes. Foram utilizados 40 molares. Foram testados o Prompt L-Pop (LP2, ESPE), Clearfil SE Bond (CSE, Kuraray America), Etch and Prime 3.0 (EP, Degussa) e um adesivo convencional para controle: Prime and Bond NT (NT, Dentsply/Caulk). Os adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Os testes mostraram diferença significativa entre os quatro sistemas e duas superfícies. Para o esmalte, o Prime e o Bond NT tiveram força de adesão significativamente mais altos (25.9 MPa) que quando aderidos com os três primers ácidos Prompt L-Pop (18.5 MPa), Etch and Prime 3.0 (19.3 MPa) e Clearfil SE Bond (18.7 MPa). Ocorreram falhas totais de adesão com o Prompt L-Pop, Etch e Prime 3.0 para a dentina. Com uma média de 39 Mpa, a força de adesão para a dentina, o Clearfil SE Bond foi mais alto que com o Prime e o Bond NT (12.5 MPa). Os resultados deste estudo in vitro mostram que os quatro sistemas adesivos testados foram efetivos ao esmalte de dentes decíduos, mas apenas Clearfil SE Bond alcançou resistência adesiva adequada à dentina.

Ibarra et al. (2002) utilizaram-se de esmalte de dentes bovinos para mensurar a resistência ao cisalhamento de dois sistemas autocondicionantes. O esmalte foi deixado intacto em um dos grupos avaliados, enquanto no outro grupo ele era desgastado superficialmente com pontas diamantadas, além disso um adesivo convencional foi utilizado como controle. Os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento até o momento que ocorresse uma falha adesiva na interface da superfície. Foram utilizados no experimento o Clearfil SE bond (Kuraray), o Prompt L-pop (3M ESPE) e o Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE) e os resultados mostraram não haver diferenças significantes entre os sistemas empregados.

Courson et al. (2005), elaboraram um trabalho comparando a resistência ao cisalhamento de nove sistemas adesivos dentinários de diferentes classes, todos

---

foram testados em dentina. Os resultados demonstraram o melhor comportamento dos adesivos Optibond Solo Plus e o Scotchbond Multipurpose Plus, que utilizam condicionadores ácidos, em dentes decíduos, porém não diferiram estatisticamente dos sistemas adesivos autocondicionantes Clearfil Liner Bond 2 e Clearfil SE Bond.

Nakaoki et al. (2005), avaliaram o efeito da aplicação dupla de adesivos autocondicionantes utilizando o teste de microcisalhamento. Utilizando terceiros molares humanos extraídos e três adesivos comercialmente disponíveis Adper Prompt L-Pop (APL, a 3M ESPE), REACTMER BOND (RB, Shofu), Xeno III (Xeno, Dentsply-Sankin) e recém-desenvolvido OBF-2 (OB2, Tokuyama Dental). Não houve diferenças estatisticamente significativas entre uma aplicação e duas aplicações de adesivo.

Marquezan *et al.* (2008) avaliaram a força de adesão de três sistemas adesivos autocondicionantes e dois sistemas adesivos de condicionamento ácido total ao esmalte e à dentina de dentes decíduos por meio de microtração. Em esmalte, o Clearfil SE Bond (autocondicionante) apresentou os melhores resultados, seguido de Adper Single Bond 2, AdheSE e Adper Scotch Bond Multi Purpose, ambos sistemas convencionais, sem diferença significativa. Os maiores valores em dentina foram obtidos com o Adper Scotch Bond Multi Purpose, sendo que os demais sistemas adesivos não diferiram significativamente deste primeiro, com exceção do Adper Prompt L-Pop (autocondicionante de passo único), que obteve os menores valores de força de adesão em ambos os substratos. Os autores concluíram que os sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos podem atingir valores satisfatórios de força de adesão tanto em esmalte como em dentina de dentes decíduos. Mais recentemente, Loguercio *et al.*, (2011) realizaram um estudo em dentina com 3 diferentes adesivos autocondicionantes, o Adper Prompt L-Pop (3M ESPE), Xeno III (XE-Dentsply Caulk), Clearfil SE Bond (Kuraray). Os autores utilizaram dentes humanos extraídos, fizeram o envelhecimento dos espécimes em água por 3 anos e por meio de testes de microtração; concluíram que houve diferença significativa entre os espécimes testados antes e depois do envelhecimento, com queda substancial da resistência/força de adesão em dentina, em todos os casos, após o envelhecimento. Isto foi reportado em outros trabalhos (BRESCHI et al., 2008; DE MUNCK et al., 2003; CARRILHO et al., 2007).

---



Em todos esses trabalhos, nenhuma solução foi aplicada após o preparo cavitário e lavagem com seringa tríplice.

## **2.2 Soluções químicas**

### **2.2.1 Hipoclorito de sódio**

O hipoclorito de sódio a 0,5% (NaOCl) é amplamente usado como irrigante na prática endodôntica. Seu uso como antisséptico foi proposto por Dakin, em (1915), para tratamento de feridas infectadas. Com o pH extremamente alcalino desta solução faz com que o efeito benéfico antibacteriano seja suplantado pelo efeito de irritação tecidual e agente de limpeza. Assim, com neutralização do pH através da adição de ácido bórico, com a intenção de preparar uma solução que seja não irritante, e que mantem um acentuado poder antibacteriano. Esta substância tornou-se conhecida entre os dentistas como líquido de Dakin.

Estudos vêm abordando os efeitos adversos da irrigação com hipoclorito de sódio na restauração, pós-tratamento endodôntico, com sistemas adesivos (NIKAIDO et al., 1999; ISHIZUKA et al., 2001). Algumas ligações moleculares encontradas no colágeno tipo I e II são rompidas pelo hipoclorito de sódio formando cloraminas e radicais derivados de proteínas (HAWKINS; DAVIES, 1999). A presença destes radicais livres na dentina deve competir com os radicais-livres vinílicos gerados durante a polimerização do adesivo, resultando em um fechamento da cadeia molecular antes do momento certo, gerando uma polimerização incompleta (LAI et al., 2001).

Vargas et al. (1997) avaliaram os os tratamentos com o hipoclorito de sódio após o condicionamento ácido da dentina aumentaram a resistência adesiva de determinados sistemas adesivos, sendo este resultado contrário ao que se procura quando o NaOCl é utilizado antes da aplicação de ácido na dentina, quando e utilizado como agente de irrigação na endodôntia. Estes autores concluíram que a remoção da camada de colágeno, posteriormente ao condicionamento ácido, poderia ser benéfica por criar uma adequada adesão dentinária. Nas observações em microscópio eletrônico de varredura, quando as fibrilas de colágeno

---

desorganizadas eram removidas, havia uma maior penetração do adesivo, o que os fez entender que a camada de colágeno desorganizada poderia interferir na penetração da resina na dentina. Em consequência disso. Foi concluído que a camada de colágeno não contribuía significativamente para a resistência de união resina-dentina e preconizaram a remoção dessa camada para se obter uma maior estabilidade da adesão.

Em (2009), Nikaido e colaboradores avaliaram a força de adesão de três tipos diferentes de sistemas adesivos para dentes preparados para o tratamento endodôntico. Foi realizada a preparo da cavidade e remoção do tecido pulpar de incisivos bovinos. Os canais foram quimicamente irrigados com solução salina (controle), hipoclorito de sódio a 5%, peróxido de hidrogênio a 3% ou combinações de ambos durante 60 segundos. Após o armazenamento em água por 24 horas, a superfície da dentina foi lixada em uma superfície plana com lixas de granulação sequenciais. A área para a adesão foi demarcada com uma fita de vinil (4 mm de diâmetro). Foi utilizado o Clearfil Bond II, Single Bond ou Superbond C&B para os testes de adesão. As forças de adesão foram medidas usando uma máquina de ensaio universal a uma velocidade de 2 mm/min. Dez dentes foram testados para cada grupo. As análises foram realizadas por meio da ANOVA e Teste de Fisher os quais revelaram que o Single Bond e o Superbond C&B tiveram a força de adesão estatisticamente menor pontos ( $p < 0,05$ ) nos grupos de irrigação química em comparação com o grupo controle.

Ishizuka et al. (2001) testaram o hipoclorito de sódio em dentina através de testes de resistência ao cisalhamento. Um sistema adesivo convencional (Single Bond/ 3M) e um sistema adesivo autocondicionante (Clearfil Mega Bond/ Kuraray) foram aplicados sobre a dentina previamente irrigada com a solução de hipoclorito de sódio a 6%. Os autores demonstraram que a irrigação com NaOCl interferiu na resistência de união dente-resina, e com o teste de adaptação marginal, demonstraram maior formação de fendas nas margens quando o sistema adesivo Clearfil foi empregado. Após a solução irrigadora foi aplicada diretamente sobre a dentina, o condicionamento ácido total promovido pelo Single Bond seria capaz de remover toda a dentina modificada pelo hipoclorito de sódio, tendo melhores resultados frente ao sistema autocondicionante.

---

Okino et al. (2004) também estudaram a ação de diferentes soluções químicas sobre o tecido pulpar bovino. As soluções testadas foram o hipoclorito de sódio 0,5%; 1,0%; 2,5%; solução aquosa de clorexidina 2%, gel clorexidina 2% e água destilada. Os autores concluíram que ambas as preparações de clorexidina não possuem capacidade de dissolução de tecido pulpar, enquanto todos os hipocloritos são eficientes em relação a esse procedimento e que só o tempo é que influencia.

Em análise do efeito do hipoclorito de sódio a 5% na resistência de união de quatro sistemas adesivos, Ozturk; Özer (2004) constataram uma redução de 23% na adesividade às paredes laterais da câmara pulpar, o que os fez concluir que tal substância é capaz de afetar adversamente a resistência de união à dentina. Os autores especularam que a remoção das fibrilas de colágeno da superfície dentinária pelo NaOCl impediria a formação de uma camada híbrida consistente, resultando na queda dos valores de resistência adesiva. Dentre os grupos com aplicação de NaOCl, o Clearfil SE Bond apresentou a maior resistência de união, o que indica que os sistemas adesivos autocondicionantes seriam mais apropriados para adesão às paredes da câmara pulpar.

Acreditando ser a ação oxidante do hipoclorito de sódio e do peróxido de hidrogênio a causa da diminuição da resistência de união, Lai *et al.* (2001) tentaram reverter este efeito utilizando o ascorbato de sódio, uma substância de caráter redutor. Dois sistemas adesivos, Single Bond (3M) e Excite (Vivadent), foram aplicados à dentina humana tratada com hipoclorito de sódio ou peróxido de hidrogênio seguidos da aplicação de ascorbato de sódio. Os valores de resistência de união que foram diminuídos pela aplicação das soluções oxidantes voltaram aos padrões normais nos grupos onde se aplicou ascorbato de sódio.

O ácido ascórbico e seu sal, ascorbato de sódio, são antioxidantes potentes, capazes de extinguir os radicais livres nos sistemas biológicos. O aumento observado na resistência de união pode ser explicado pela habilidade deste agente redutor doar dois elétrons de alta energia para alcançar os radicais livres que são formados durante a polimerização da resina (LAI et al., 2001). No contexto da adesão dentinária, é possível que, restaurando o potencial redox do substrato oxidado, o ascorbato de sódio permita que a polimerização dos radicais livres do

---

adesivo ocorra sem a finalização precoce, revertendo assim o comprometimento da adesão causado pela presença de oxigênio residual (MORRIS et al., 2001).

Toledano et al. (1999) elaboraram um trabalho cujo objetivo foi determinar se a remoção das fibrilas de colágeno alteraria rugosidade e molhabilidade na dentina. Os espécimes foram analisados apenas após o condicionamento com ácido por 15 segundos, e após o condicionamento e desproteínização com NaOCl 5% por 2 minutos. Os resultados demonstraram que para a dentina profunda, o colágeno removido não influenciou a rugosidade média, mas resultou em uma proporção significativamente maior de molhabilidade. Foi concluído que o grau de molhabilidade de dentina profunda foi maior que a dentina superficial.

Em 2008 foi publicado um trabalho cuja a intenção era de avaliar o efeito do pré-tratamento com 5.25% de hipoclorito de sódio em diferentes sistemas adesivos. Foram testados os sistemas AdheSE e Excite. Com adesivo AdheSE houve melhoras na adesão. No entanto, não foram encontradas diferenças estatísticas entre os grupos hipoclorito de sódio/Excite AdheSE e o controle. A aplicação de hipoclorito de sódio (5.,25%) influenciou positivamente a resistência adesiva do sistema adesivo auto-condicionante; no entanto, parece não ter efeito no sistema adesivo convencional de dois passos sobre a dentina (FAWZY; AMER et al.,2008).

### **2.2.2 Digluconato de clorexidina**

A queda da resistência/força de adesão em dentina está sendo creditada a dois fatores principais: deterioração dos seus componentes por meio de hidrólise (SANO et al., 1995; PASHLEY et al., 2004) e por um processo de proteólise do colágeno. O processo de degradação da matriz de colágeno ocorre devido à ação das metaloproteínases presentes na própria matriz dentinária. O efeito destas proteases na degradação de fibrilas de colágeno poderia ser indiretamente evidenciado, se de alguma forma a atividade dessas enzimas fosse inibida. O digluconato de clorexidina, empregado usualmente como solução desinfetante de preparos cavitários (DE CASTRO et al., 2003), mostrou ter função antiproteolítica, inibindo de forma inespecífica a ação de metalo-proteínases ou MMP-s (PASHLEY et al., 2004, CARRILHO et al., 2007). Em (1999), Gendron et al., avaliaram por meio de testes o efeito de várias concentrações do digluconato clorexidina na atividade da

---

MMP-s, mais específicas as 2, 8 e a 9. Cada tipo de MMP foi separada e tratada com diferentes concentrações de clorexidina e incubada. Estudos *in vitro* com pó de dentina humana mineralizada, incubado com clorexidina a 0,2% por sessenta segundos, demonstram uma inibição completa da atividade colagenolítica das metaloproteinases da matriz (PASHLEY et al, 2004). Esta substância pode ser como agente de cavidade, aplicado após o condicionamento ácido da dentina, além de agir como um limitante a degradação das fibras de colágeno.

Perdigão; Denehy; Swift, em (1994) realizou um estudo com o objetivo de avaliar os efeitos do digluconato de clorexidina 2% na morfologia da superfície da dentina e mensurar as forças de adesão do sistema adesivo All-Bond 2. Foram utilizados 30 molares humanos divididos em 3 grupos, sendo o primeiro sem clorexidina, o segundo com a aplicação da clorexidina secagem com ar por 1-2 segundos e o terceiro com a aplicação da clorexidina e secagem com compressor de ar por 10 segundos antes da aplicação. A microscopia eletrônica de varredura revelou resíduos da solução de clorexidina depositados na superfície e dentro dos túbulos de dentina, mas a clorexidina não teve nenhum efeito significativo sobre as forças adesão em dentina usando o All-Bond 2.

Carrilho et al., em (2007), com dois trabalhos um *in vitro* e outro *in vivo* demonstraram que a aplicação da solução de clorexidina após o condicionamento da dentina e previamente ao uso dos adesivos convencionais pode desacelerar o processo de degradação das interfaces adesivas, podendo constituir uma ferramenta clínica útil na busca pela maior longevidade das restaurações adesivas.

Em 2010, em outra publicação da autora e colaboradores, foi verificada a substantividade da clorexidina em dentes humanos. Nos testes foram utilizadas as concentrações de 0,2% e 2%, em período de 8 semanas. Os testes foram analisados por meio de espectrofotometria a 260nm. Os resultados demonstraram que a substantividade do digluconato de clorexidina se manteve estável neste período. Os autores concluíram que com a manutenção da concentração do digluconato clorexidina em dentina, inibindo as MMP-s dentinárias, ela poderia prolongar a durabilidade das restaurações adesivas (CARRILHO et al., 2010).

---

Um ano antes, Cadenaro e colaboradores realizaram um estudo analisando o efeito do digluconato de clorexidina sobre o grau de conversão e o módulo de elasticidade de um adesivo em experimento. Foi realizado ensaios com duas concentrações de clorexidina 1% e 5% diluídas em etanol e incorporadas ao adesivo. Com cinco misturas de adesivos experimentais, trabalharam com a hipótese de que a clorexidina atrapalhasse a polimerização. Os adesivos experimentais estavam simulando os principais tipos de adesivos no mercado. Os resultados demonstraram que houve alterações no grau de conversão e no módulo de elasticidade. Com a adição de 1% clorexidina, no limite de solubilidade, o adesivo mais hidrofóbico foi capaz de dissolver a clorexidina e não alterou o grau de conversão ( $p < 0,05$ ), mas aumentou o módulo de elasticidade em 9%. Quando clorexidina a 5% foi adicionado no adesivo que representa o adesivo de dois passos com condicionamento ácido, teve valores menores no grau de conversão ( $p < 0,05$ ) causando uma redução significativa na rigidez. Com os outros grupos não foram obtidos resultados estatisticamente significantes. Foi concluído que a adição de clorexidina nos adesivos por meio do etanol pode permitir maiores concentrações da clorexidina nos adesivos, sem alterações destas propriedades testadas (CADENARO et.al., 2009).

Em outro trabalho indagou se a aplicação de clorexidina em adesivo autocondicionante de dois passos detém um efeito adverso sobre a resistência de união resina-dentina imediata, sendo o digluconato de clorexidina adicionado diretamente ao primer bond Clearfil SE para preparar misturas de quatro diferentes concentrações de clorexidina: 0,05%, 0,1%, 0,5% e 1,0% em peso (ZHOU et.al., 2010). Parte dos grupos foi testado sem as diferentes concentrações de clorexidina e a outra foi adicionada com Clearfil SE Bond possuindo diferentes concentrações de clorexidina. Foi feito o teste de microtração e as fraturas foram examinadas sob microscópio. Os resultados demonstraram não haver diferença significativa de resistência de união resina-dentina entre os grupos controle e qualquer um dos grupos experimentais contendo clorexidina ( $p > 0,05$ ). Foi concluído que a adição de clorexidina a um *primer* do (Clearfil Se Bond) não tem efeito adverso sobre a resistência de união imediata resina-dentina quando a concentração de clorexidina é inferior ou igual a 1,0% em peso.

---

Mehmet Dalli e colaboradores em 2010 realizaram um trabalho onde pretendiam verificar a influência da clorexidina na qualidade de união de dois adesivos Prime & Bond NT (Dentsply Caulk) convencional e o Clearfil S3 Bond (Kuraray) autocondicionante por meio de cisalhamento. Os autores concluíram que não houve diferença estatisticamente significantes entre a adição da clorexidina e o grupo controle (MEHMET DALLI et.al., 2010).

Em 2011 foi publicado um trabalho que avaliou a atividade de MMP-2 e -9 em dentes bovinos e comparando com a de humanos. Fragmentos de dentina de dentes humanos e bovinos foram processados e foi feita a extração das proteínas existentes. Foi realizada por dois protocolos de extração; os resultados demonstraram que MMP-2 e -9 foram detectados em coroa e raiz dentina de dentes bovinos e humanos sem diferenças estatísticas. Os autores concluíram que a dentina bovina era um substrato confiável para estudos envolvendo a atividade o MMP-2 e -9 (KATO et.al., 2011).

---





# *3 Proposição*

---

---



### **3 PROPOSIÇÃO**

O objetivo do presente trabalho foi de avaliar a efetividade de diferentes tratamentos de superfície com soluções químicas na resistência de união por micro-cisalhamento de sistemas adesivos autocondicionantes à dentina bovina, considerando dois tempos.

Foram levantadas as seguintes hipóteses nulas:

- 1- A composição de sistemas adesivos autocondicionantes não influencia na resistência adesiva
  - 2- Os tratamentos da dentina por diferentes soluções químicas não influenciam na resistência adesiva;
  - 3- O tempo (24 horas e 6 meses) não exerce diferença na resistência adesiva após os tratamentos da dentina por diferentes soluções químicas
-



## *4 Material e Métodos*

---

---



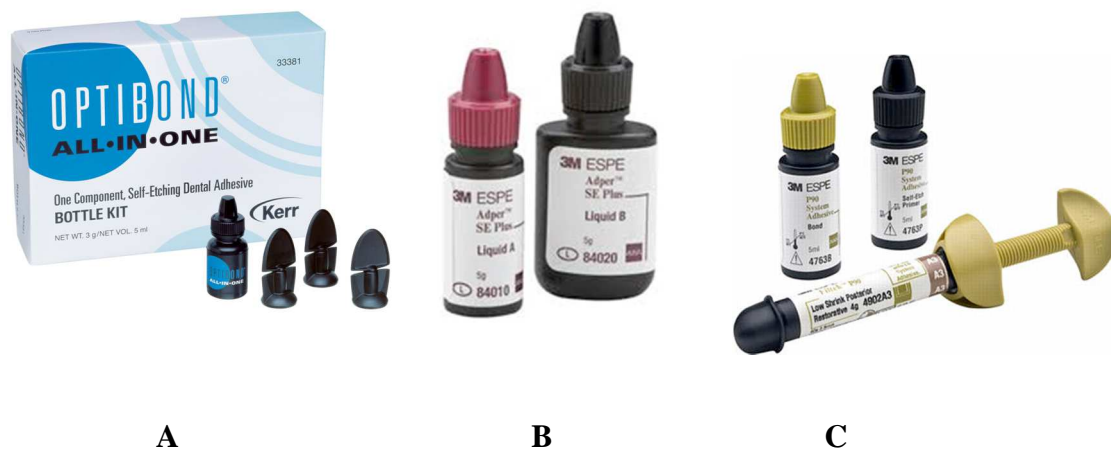
## 4 MATERIAL E MÉTODOS

Todas as amostras foram preparadas e testadas em condições padronizadas, sob temperatura de  $23^{\circ}\text{C} \pm 1$  e umidade relativa  $50 \pm 5\%$ .

Os materiais utilizados no desenvolvimento desta pesquisa estão listados no Quadro 4.1:

Solução química	Sistema restaurador adesivo	Tempo
Soro fisiológico (SF)	Optibond All-in-One (KERR) + Filtek Z250 (3M-ESPE) - (O)	24 horas  6 meses
	Adper SE (3M-ESPE) + Filtek Z250 (3M-ESPE) - (A)	
	Filtek P90-System Adhesive (3M-ESPE) + Filtek P90 (3M-ESPE) - (P)	
Hipoclorito de sódio 5% (HS)	Optibond All-in-One (KERR) + Filtek Z250 (3M-ESPE)	24 horas  6 meses
	Adper SE (3M-ESPE) + Filtek Z250 (3M-ESPE)	
	Filtek P90-System Adhesive (3M-ESPE) + Filtek P90 (3M-ESPE)	
Hipoclorito de sódio 5%+ ácido ascórbico 10% (HSAA)	Optibond All-in-One (KERR) + Filtek Z250 (3M-ESPE)	24 horas  6 meses
	Adper SE (3M-ESPE) + Filtek Z250 (3M-ESPE)	
	Filtek P90-System Adhesive (3M-ESPE) + Filtek P90 (3M-ESPE)	
Clorexidina 2% (CHX)	Optibond All-in-One (KERR) + Filtek Z250 (3M-ESPE)	24 horas  6 meses
	Adper SE (3M-ESPE) + Filtek Z250 (3M-ESPE)	
	Filtek P90-System Adhesive (3M-ESPE) + Filtek P90 (3M-ESPE)	

**Quadro 4.1-** Distribuição dos grupos de acordo com a solução química, sistema restaurador adesivo e tempo testados.



**Figura 4.1:** A-Optibond All-in-One (KERR); B- Adper SE (3M ESPE); C- Filtek P90-System Adhesive (3M-ESPE)

Os dentes bovinos foram previamente lixados utilizando poltriz elétrica, com discos de granulometria sequencial (200, 400, 800, respectivamente), até a exposição de 10 mm de diâmetro de dentina. Foram confeccionadas 240 matrizes com anéis de PVC 3/4, onde foram incluídos os dentes bovinos, com o auxílio de resina epóxica (Figura 4.2).



**Figura 4.2:** Anel de PVC com o dente bovino incluído em resina epóxica.

Os dentes foram divididos em grupos de 80 espécimes, de forma aleatória, conforme o tratamento de superfície: Grupo SF (grupo controle): Aplicação de soro fisiológico com 0,9% de cloreto de sódio - NaCl e secagem com papel absorvente,

---



antes da aplicação do adesivo; Grupo HS: Desproteção com hipoclorito de sódio a 5% por 2 minutos, e lavagem com soro fisiológico por 60 segundos; Grupo HSAA: Desproteção com hipoclorito de sódio a 5% por 2 minutos, lavagem com soro fisiológico por 60 segundos, aplicação de ácido ascórbico (ascorbato) 10% por 1 minuto e secagem com papel absorvente e Grupo CHX: Aplicação de solução clorexidina a 2%(FGM do. Brasil. Joinville - SC) por 60 segundos e secagem com papel absorvente;.

Após a realização dos tratamentos, três diferentes tipos de adesivo foram utilizados (Figura 4.1). O Optibond All-in-One (KERR) corresponde a um adesivo autocondicionante de 1 passo (frasco único). O sistema Adper SE (3M-ESPE) também um sistema autocondicionante de dois passos, contendo o primer ácido no primeiro frasco, seguido de um segundo frasco contendo o adesivo hidrófobo separado. O sistema Filtek P90-System Adhesive (3M-ESPE) é composto por dois frascos, apresentando um Self-etching primer à base de metacrilato que contém monômeros hidrófilos, além da água e do etanol para prover o processo de ionização e formar a base para a união com os tecidos dentais. O segundo frasco é o Self-etching bond também sendo à base de metacrilato, contendo somente monômeros hidrófobos, cuja função é complementar a união com o primer e se unir com o monômero hidrófobo da resina composta à base de silorano (Filtek P90). Dessa forma, a resistência da união entre os tecidos dentários e o sistema restaurador Filtek P90 é assegurada pela reação química das moléculas à base de metacrilato e silorano contidos no sistema adesivo da Filtek P90. Os grupos tratados com os dois primeiros sistemas adesivos foram preparados para com a resina composta microhíbrida Filtek Z250, à base de Bis-EMA e o grupo tratado com o terceiro sistema, foram trabalhados com a resina Filtek P90, à base de silorano, todas na cor A2. Todos os passos de aplicação e fotopolimerização seguiram as recomendações dos fabricantes, totalizando 60 espécimes por tratamento de superfície e 20 por adesivo testado. Os testes foram realizados em dois tempos 24 horas e 6 meses (N=10).

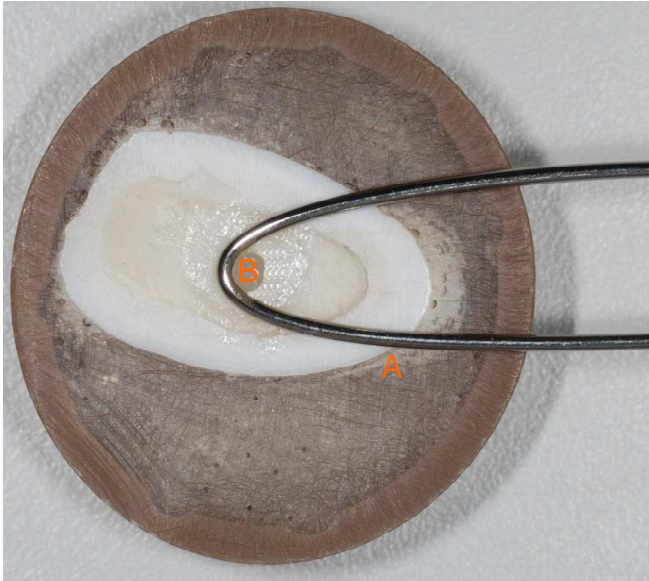
Com uma matriz de teflon de orifício maior que o tamanho do anel de PVC, (onde foi aclopado o anel com o dente incluso) e a cavidade menor de dimensões de 1 mm de diâmetro com 2 mm de altura (figura 4.3) a resina foi inserida e polimerizada de acordo com recomendações dos fabricantes.

---



**Figura 4.3:** Matriz de Teflon utilizada para a inserção de resina composta para o preparo dos espécimes para teste de cisalhamento.

Após a retirada da matriz de Teflon, com o devido cuidado, espécimes foram armazenados em água deionizada em uma estufa com temperatura de 37°C, pelos tempos de 24 horas e de 6 meses. Trocas semanais foram realizadas para a renovação do meio de armazenamento. Após esses períodos os espécimes foram submetidos ao teste de micro-cisalhamento, através de alça de fio ortodôntico 0,6 mm, em uma máquina de ensaios universal (EMIC DL500- São José dos Pinhais-Brasil), a velocidade de 0,5mm/min. Para este teste, os corpos-de-prova foram montados em um dispositivo apropriado e este foi adequadamente fixado à máquina de ensaios (Figura 4.4). Para a realização dos ensaios, utilizou-se um método de tração através de alça feita com fio ortodôntico, passando o mais próximo possível da interface adesiva, gerando estresse de cisalhamento. os valores obtidos em Quilograma Força (kgf) e transformados em em Mega Pascal (MPa).



**Figura 4.4** – Dispositivo tracionando o corpo-de-prova por meio de uma alça feita com fio ortodôntico (A), induzindo esforços de cisalhamento no segundo segmento do espécime (B)

### Planejamento estatístico

Os dados foram submetidos à análise de distribuição normal e homogeneidade. Após a constatação dessa condição, foram analisados por Análise de variância (Anova) a três critérios os teste de comparações múltiplas foi realizada pelo teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).



# 5 Resultados

---

---



## 5 RESULTADOS

A análise estatística revelou haver significância estatística para os fatores sistema adesivo ( $p=0,000$ ), solução química ( $p=0,000$ ) e tempo ( $p=0,000$ ) além da interação entre todos os fatores ( $p=0,003$ ).

Os resultados são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Dados de valores de média (MPa) e desvio padrão dos sistemas adesivos testados associados aos diferentes tratamentos químicos nos tempos de 24 horas e 6 meses.

	Optibond (O)		Adper SE Bond (A)		P90 (P)	
	24h	6m	24h	6m	24h	6m
SF	21,7±11,5 <sup>c,d,e,f,g,h,i</sup>	29,4±9,4 <sup>a,b,c</sup>	50±14,3 <sup>e,f,g,h,i</sup>	34,5±7,4 <sup>b,c,d,e,f,g,h,i</sup>	31,6±14,7 <sup>b,c,d,e,f,g</sup>	40,3±11,2 <sup>b,c,d,e,f,g,h,i</sup>
HS	51,9±16,4 <sup>g,h,i</sup>	39,4±10,6 <sup>b,c,d,e,f,g,h,i</sup>	50,2±8,6 <sup>f,g,h,i</sup>	22,2±13,5 <sup>a,b</sup>	20,4±19,6 <sup>a,b</sup>	28,1±9,5 <sup>a,b,c,d</sup>
HSAA	55,2±21,4 <sup>i</sup>	32,5±14 <sup>b,c,d,e,f,g,h</sup>	48±18,6 <sup>d,e,f,g,h,i</sup>	30,1±11,2 <sup>b,c,d,e,f</sup>	7,3±9,5 <sup>a</sup>	7,2±8,7 <sup>a</sup>
CHX	53,8±14 <sup>h,i</sup>	35,7±10,4 <sup>b,c,d,e,f,g,h,i</sup>	48,2±14 <sup>d,e,f,g,h,i</sup>	48,5±11,2 <sup>d,e,f,g,h,i</sup>	37,5±7,4 <sup>b,c,d,e,f,g,h,i</sup>	45±7,4 <sup>c,d,e,f,g,h,i</sup>

N=10

Os maiores valores foram encontrados quando o sistema adesivo Optibond foi associado ao HSAA com 24 horas, (O+HSAA(24h)) que entretanto não diferiu dos grupos O+CHX(24h), O+HS(24h), A+SF(24h), A+CHX(6m), A+CHX(24h), A+HSAA(24h), P+CHX(6m), O+SF(24h), P+SF(6m), O+HS(6m), P+CHX(24h), O+CHX(6m) e A+SF(6m).

Os menores valores de média foram observados para o sistema P90 foi associado ao hipoclorito de sódio associado ao ácido ascórbico com 24 horas, P+HSAA(24h) e aos 6 meses, P+HSAA(6m), mas que não foram estatisticamente diferentes comparativamente aos grupos P+HSAA(24h), A+HS(6m), O+SF(6m) e P+HS(6m). Os demais tratamentos apresentaram valores intermediários.

Ao analisarmos cada sistema adesivo separadamente, encontramos que para o sistema Optibond All-in-one, os grupos tratados com soro fisiológico encontraram os menores valores, independente do tempo de 24 horas ou 6 meses, entretanto, os

tratamentos com as soluções químicas propostas não foram capazes de melhorar a condição de resistência adesiva.

Para o sistema adesivo Adper SE, no tempo de 24 horas, houve similaridade a todos os tratamentos. Aos 6 meses, os grupos tratados com soro fisiológico e com clorexidina apresentaram valores mais favoráveis.

Quando o sistema P90 foi analisado, verificamos os menores valores de resistência adesiva nos tratamentos com HSAA, seguido de HS. Os grupos tratados com soro fisiológico e com clorexidina apresentaram-se mais favoráveis. Na comparação de cada situação nos dois tempos, nenhuma diferença estatística foi encontrada.



## 6 *Discussão*

---

---



## **6 DISCUSSÃO**

O estudo da durabilidade da união a dentina é um aspecto importante das pesquisas com sistemas adesivos, especialmente devido à perda das uniões adesivas ao longo do tempo (SANO et al., 1994; PAUL et al., 1999; CARRILHO et al., 2007). Entretanto, para a realização dos testes de forças adesivas em dentina são necessários substratos dentários para estudos "in Vitro" (PERDIGÃO; GERALDELI, 2003; REIS et al., 2004; FURUSE et al., 2011). Perante à ausência de convicção se o substrato bovino seria adequado para pesquisas, vários autores (LOPES et al., 2009; YASSEN; PLATT; HARA, 2011; Kato et al., 2011) fizeram teste físicos e químicos comparando o substrato bovino e humano. Foi concluído que o substrato bovino se adequa as necessidades dos pesquisadores para ensaios com adesão.

Utilizando dentina de dentes bovinos foi testada a efetividade de diferentes tratamentos de superfície ao longo de um tempo determinado, com a finalidade de estabilizar a resistência de união adesiva em dentina. Nos adesivos convencionais de 2 passos a água que ocupa os espaços inter-fibrilares é perdida devido à evaporação no processo de condicionamento ácido resultando em colapso das proteínas de ligação (PASHLEY, et al., 2003). Estas mudanças morfológicas podem impactar na penetração do primer e adesivo, todavia, nos adesivos autocondicionantes não ocorre o condicionamento ácido, reduzindo o tempo de manipulação, sensibilidade da técnica e melhorando a adesão (VAN LANDUYT et al., 2006).

O adesivo OptiBond All-In-One não apresentou em nenhuma circunstância, diferenças com a associação a diferentes tratamentos e nem em relação ao tempo. Este desempenho provavelmente decorre do fato de que por se tratar do único sistema adesivo autocondicionante de passo único, demonstre maior fragilidade. Podemos entretanto, observar alguns aspectos interessantes. Com a aplicação prévia da clorexidina (53 Mpa), houve a verificação de melhora nas forças adesivas iniciais (43Mpa) e após 6 meses houve manutenção das forças adesivas (35Mpa); mesmo sendo menores que a inicial, foram melhores que o grupo controle (29Mpa).

---

Na literatura, esta queda a longo prazo pode ser explicada pela diversidade de fatores envolvidos na união adesiva, sendo que a inibição das MMP-s, não seria apenas o único fator decisivo para manutenção da união (De Munck, 2003; Breschi, 2010). Além disso os adesivos autocondicionantes podem aumentar a atividade dos MMP-s devido a conversão durante a desmineralização, assim convertendo os MMPs pró-ativas, para MMP-s solúveis através da divisão de peptídeos de baixo peso molecular (CHAUSSAIN-MILLER et al., 2006).

O Empregando da clorexidina como tratamento de superfície e limpeza cavitária pode reduzir as cáries residuais e sensibilidade pós-operatória. (MEHMET DALLI et al., 2010). No adesivo Adper SE (3M-ESPE) o tratamento com clorexidina inicialmente demonstraram não haver queda de resistência adesiva (Grupo controle: 50Mpa; Clorexidina: 48Mpa), porém, após o envelhecimento o grupo com Clorexidina (48Mpa) foi superior ao grupo controle (34Mpa), embora não houvesse significância estatística. Haveria a necessidade de se prolongar o tempo de análise para se averiguar a real capacidade da clorexidina servir como inibido biológicos teciduais das MMP-s, e impedindo a ação de enzimas proteolíticas, sobretudo as MMP-2 e MMP-9, mesmo em baixas concentrações (CARRILHO et al., 2010).

Empregando a clorexidina como tratamento de superfície, o trabalho demonstrou uma manutenção da adesão nos testes com o adesivo Filtek P90-System Adhesive (3M-ESPE); este resultado está de acordo com trabalhos publicados com adesivos autocondicionantes recentes (TAY et al., 2006; OSORIO et al., 2011).

Quando este adesivo foi associado aos dois tratamentos com o hipoclorito de sódio, constatou-se interferência negativa. Muito provavelmente, pelos estudos apontados na literatura, mesmo o uso do antioxidante possa não ser suficiente na remoção de oxigênio residual que pode interferir no processo de polimerização (LAI et al., 2001).

Pensando em como solucionar este problema, a desproteíntização foi uma estratégia bastante estudada, e o hipoclorito de sódio, foi usado por ser um eficaz agente desproteíntizante, que poderia promover uma degeneração na dentina, pela dissolução do colágeno (ISHIZUKA et al., 2001). Alguns estudos demonstraram que o tratamento da superfície dentinária com hipoclorito de sódio poderia oferecer a

---

resistência de união resina-dentina em adesivos convencionais (WAKABAYASHI et al., 1994; PIOCH et al., 2001), e diminuir a microinfiltração após a desproteinização, sistemas adesivos com solvente acetona (SABOIA; PIMENTA; AMBROSANO, 2002). Os resultados repetiram-se para o adesivo OptiBond All-In-One (Kerr) nas primeiras 24 horas, e mantendo-se com resultados melhores após o envelhecimento (39Mpa) quando comparado ao grupo controle (29Mpa). Entretanto, com os adesivos Filtek P90-System Adhesive e Adper SE (3M-ESPE) a aplicação do hipoclorito de sódio resultou em resultados abaixo do controle, após 6 meses. O mesmo aconteceu com os resultados de Saboia et al., (2008) que utilizaram de 10% NaOCl por 60 segundos, e obtiveram uma redução de 62% nas forças adesivas.

O mecanismo responsável pela redução da força adesiva induzida pelo hipoclorito de sódio seria a liberação de radicais-livres na dentina tratada por hipoclorito de sódio, que devem competir com os radicais-livres vinílicos gerados durante a polimerização do adesivo, resultando em um fechamento prematuro da cadeia e polimerização incompleta (LAI et al., 2001). Além disso, a redução na resistência adesiva também pode ser consequência da presença de resíduos da solução de hipoclorito de sódio na matriz de colágeno e nos túbulos dentinários, que eventualmente se dissociam em oxigênio e água (NIKAIDO et al., 1999). A liberação de oxigênio pode tanto interferir na penetração da resina adesiva na dentina condicionada (TORNECK et al., 1990), quanto inibir a polimerização na interface dentina-resina (NIKAIDO et al., 1988).

Dando credibilidade ao fato da oxidação do substrato ser o principal fator responsável pela interferência do hipoclorito de sódio na resistência de união, Lai et al. (2001) propuseram o uso de um agente antioxidante (ascorbato de sódio) para reverter este possível efeito. Os autores verificaram ainda que a aplicação de ascorbato de sódio em superfícies dentinárias previamente tratadas com hipoclorito de sódio seria capaz de restabelecer os valores médios de resistência de união a níveis compatíveis com os grupos controle, que não entraram em contato com o hipoclorito de sódio. Os resultados dos autores foram bem similares para o adesivo OptiBond All-In-One (Kerr) que obteve bons resultados com os tratamentos de superfície ao longo do tempo, comparados ao grupo controle. Em uma análise da micromorfologia da superfície da dentina, após o tratamento com ascorbato a 10% e hipoclorito de sódio, não revelaram qualquer diferença entre o grupo com

---

apenas com hipoclorito de sódio. No entanto, a superfície ligeiramente mais áspero e fibrilas de colagénio mais claramente visíveis foram observados na área intertubular. Sendo que o pH da solução de ascorbato normalmente é neutra, assim, o aumento da rugosidade da superfície provavelmente é devido ao efeito do enxaque do material (VONGPHAN et al., 2005). Porém, a aplicação do hipoclorito de sódio mais ascorbato não foi efetivo para o adesivo Filtek P90-System Adhesive, que foi influenciado negativamente pelo tratamento de superfície, obtendo os piores resultados.

Mais uma vez, a efetividade do hipoclorito de sódio mais ascorbato foi testada no adesivo Adper SE (3M-ESPE), comprovando a eficácia do tratamento em alguns adesivos; os resultados foram superiores ao grupo do hipoclorito de sódio apenas após 6 meses. Indo de encontro com os autores Morris *et al.* (2001) e Yiu et al. (2002), que também obtiveram com o ascorbato de sódio uma reversão dos danos causados pelo tratamento da dentina com hipoclorito de sódio na união resina-dentina, mais não o bastante para ser melhor que o grupo controle.

Clinicamente, o grande uso de cimentações adesivas está sendo motivada pela melhora das porcelanas odontológicas. A força de união e a durabilidade destas porcelanas estão relacionadas também à estabilidade adesiva da interface dentina/adesivo (PEUMANS et al., 2000), além disso, casos de restaurações diretas, aonde há exposição de cimento, as restaurações realizadas com adesivos autocondicionantes tem sua atividade colagenolítica com maior atividade (Tay *et al.*, 2006), sendo que em ambos os casos e outros diversos na odontologia, Os tratamentos de superfície tornam-se aliados na manutenção desta adesão, porém, no presente trabalho os testes foram realizados *in vitro*, sendo necessários outros trabalhos clínicos para comprovar ou não a eficácia dos tratamentos.

---

# *7 Conclusões*

---

---





## 7 CONCLUSÕES

Baseado nos resultados obtidos, e dentro das limitações de um estudo *in vitro*, pode-se concluir que:

- Os sistemas adesivos demonstraram diferenças de desempenho de acordo com o agente químico e o tempo.
  - envelhecimento em solução aquosa resultou em degradação da união resina-dentina nos adesivos OptiBond All-In-One (Kerr) e Adper SE (3M-ESPE), Entretanto, na presença de clorexidina, os efeitos da degradação sobre a exposição de colágeno foram reduzidos.
  - adesivo Filtek P90-System Adhesive (3M-ESPE) não sofreu queda nas forças adesivas, após o envelhecimento. A clorexidina não interferiu no comportamento adesivo, nos tempos testados para este adesivo.
  - tratamento com o hipoclorito de sódio e hipoclorito de sódio mais ascorbato interferiu negativamente no adesivo Filtek P90-System Adhesive (3M-ESPE) nos tempos testados.
  - adesivo OptiBond All-In-One (Kerr) foi influenciado positivamente pelo hipoclorito de sódio e hipoclorito de sódio mais ascorbato, no tempo de 24 horas. Sendo de igual resultado com o envelhecimento em solução aquosa.
  - Adper SE (3M-ESPE) sofreu influência dos tratamentos à base de hipoclorito de sódio. O melhor resultado, comparando dois tratamentos com hipoclorito, após o envelhecimento, foi obtido pelo tratamento com o hipoclorito de sódio mais ascorbato sendo estatisticamente idêntico ao grupo controle.
-



# *Referências*

---

---



## REFERÊNCIAS

Agackiran E, Tumen EC, Celenk S, Bolgul B, Atakul F. Restoring aesthetics and function in a young boy with hypomature amelogenesis imperfecta: a case report. *ISRN Dent*. 2011;2011:586854.

Agostini FG, Kaaden C, Powers JM. Bond strength of self-etching primers to enamel and dentin of primary teeth. *Pediatr Dent*. 2001 Nov-Dec;23(6):481-6.

Balooch M, Habelitz S, Kinney JH, Marshall SJ, Marshall GW. Mechanical properties of mineralized collagen fibrils as influenced by demineralization. *J Struct Biol*. 2008 Jun;162(3):404-10.

Baxter LC, Frauchiger V, Textor M, ap Gwynn I, Richards RG. Fibroblast and osteoblast adhesion and morphology on calcium phosphate surfaces. *Eur Cell Mater*. 2002 Sep 30;4:1-17.

Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater*. 2008 Jan;24(1):90-101.

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

Bystrom A, Sundqvist G. Bacteriologic evaluation of the effect of 0.5 percent sodium hypochlorite in endodontic therapy. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol*. 1983 Mar;55(3):307-12.

Cadenaro M, Pashley DH, Marchesi G, Carrilho M, Antonioli F, Mazzoni A, et al. Influence of chlorhexidine on the degree of conversion and E-modulus of experimental adhesive blends. *Dent Mater*. 2009 Oct;25(10):1269-74.

Carrilho MR, Carvalho RM, de Goes MF, di Hipolito V, Geraldini S, Tay FR, et al. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *J Dent Res*. 2007 Jan;86(1):90-4.

Carrilho MR, Carvalho RM, Sousa EN, Nicolau J, Breschi L, Mazzoni A, et al. Substantivity of chlorhexidine to human dentin. *Dent Mater*. 2010 Aug;26(8):779-85.

---

Carrilho MR, Geraldeli S, Tay F, de Goes MF, Carvalho RM, Tjaderhane L, et al. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res.* 2007 Jun;86(6):529-33.

Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Silva NR, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine. *J Dent.* 2004 Jan;32(1):55-65.

Chang JC, Hart DA, Estey AW, Chan JT. Tensile bond strengths of five luting agents to two CAD-CAM restorative materials and enamel. *J Prosthet Dent.* 2003 Jul;90(1):18-23.

Chaussain-Miller C, Fioretti F, Goldberg M, Menashi S. The role of matrix metalloproteinases (MMPs) in human caries. *J Dent Res.* 2006 Jan;85(1):22-32.

Correr GM, Puppini-Rontani RM, Correr-Sobrinho L, Sinhoret MA, Consani S. Effect of sodium hypochlorite on dentin bonding in primary teeth. *J Adhes Dent.* 2004 Winter;6(4):307-12.

Courson F, Bouter D, Ruse ND, Degrange M. Bond strengths of nine current dentine adhesive systems to primary and permanent teeth. *J Oral Rehabil.* 2005 Apr;32(4):296-303.

Dakin HD. On the Use of Certain Antiseptic Substances in the Treatment of Infected Wounds. *Br Med J.* 1915 Aug 28;2(2852):318-20.

de Castro FL, de Andrade MF, Duarte Junior SL, Vaz LG, Ahid FJ. Effect of 2% chlorhexidine on microtensile bond strength of composite to dentin. *J Adhes Dent.* 2003 Summer;5(2):129-38.

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 Feb;84(2):118-32.

Eick JD, Cobb CM, Chappell RP, Spencer P, Robinson SJ. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. *Quintessence Int.* 1991 Dec;22(12):967-77.

Fawzy AS, Amer MA, El-Askary FS. Sodium hypochlorite as dentin pretreatment for

---

---

etch-and-rinse single-bottle and two-step self-etching adhesives: atomic force microscope and tensile bond strength evaluation. *J Adhes Dent.* 2008 Feb;10(2):135-44.

Furuse AY, Cunha LF, Moresca R, Paganeli G, Mondelli RF, Mondelli J. Enamel wetness effects on bond strength using different adhesive systems. *Oper Dent.* 2011 May-Jun;36(3):274-80.

Gordan VV, Vargas MA, Cobb DS, Denehy GE. Evaluation of adhesive systems using acidic primers. *Am J Dent.* 1997 Oct;10(5):219-23.

Hawkins CL, Davies MJ. Hypochlorite-induced oxidation of proteins in plasma: formation of chloramines and nitrogen-centred radicals and their role in protein fragmentation. *Biochem J.* 1999 Jun 1;340 ( Pt 2):539-48.

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

Ibarra G, Vargas MA, Armstrong SR, Cobbb DS. Microtensile bond strength of self-etching adhesives to ground and unground enamel. *J Adhes Dent.* 2002 Summer;4(2):115-24.

Ishizuka T, Kataoka H, Yoshioka T, Suda H, Iwasaki N, Takahashi H, et al. Effect of NaClO treatment on bonding to root canal dentin using a new evaluation method. *Dent Mater J.* 2001 Mar;20(1):24-33.

Kanca J, 3rd. Resin bonding to wet substrate. II. Bonding to enamel. *Quintessence Int.* 1992 Sep;23(9):625-7.

Kato MT, Hannas AR, Leite AL, Bolanho A, Zarella BL, Santos J, et al. Activity of Matrix Metalloproteinases in Bovine versus Human Dentine. *Caries Res.* 2011;45(5):429-34.

Kiremitci A, Yalcin F, Gokalp S. Bonding to enamel and dentin using self-etching adhesive systems. *Quintessence Int.* 2004 May;35(5):367-70.

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 Oct;80(10):1919-24.

Loguercio AD, Stanislawczuk R, Mena-Serrano A, Reis A. Effect of 3-year water storage on the performance of one-step self-etch adhesives applied actively on dentine. *J Dent.* 2011 Aug;39(8):578-87.

Lopes MB, Consani S, Gonini-Junior A, Moura SK, McCabe JF. Comparison of microleakage in human and bovine substrates using confocal microscopy. *Bull Tokyo Dent Coll.* 2009 Aug;50(3):111-6.

Marquezan M, da Silveira BL, Burnett LH, Jr., Rodrigues CR, Kramer PF. Microtensile bond strength of contemporary adhesives to primary enamel and dentin. *J Clin Pediatr Dent.* 2008 Winter;32(2):127-32.

Mehmet Dalli, Ertuğrul Ercan, Yahya Orçun Zorba, Bayram İnce, Cafer Şahbaz, Emrullah Bahşi, et al. Effect of 1% chlorhexidine gel on the bonding strength to dentin. *Journal of Dental Sciences.* 2010;5(1):8-13.

Moorer WR, Wesselink PR. Factors promoting the tissue dissolving capability of sodium hypochlorite. *Int Endod J.* 1982 Oct;15(4):187-96.

Morris MD, Lee KW, Agee KA, Bouillaguet S, Pashley DH. Effects of sodium hypochlorite and RC-prep on bond strengths of resin cement to endodontic surfaces. *J Endod.* 2001 Dec;27(12):753-7.

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 Feb;23(2):135-41.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 1982 May;16(3):265-73.

Nakabayashi N, Saimi Y. Bonding to intact dentin. *J Dent Res.* 1996 Sep;75(9):1706-15.

Nakaoki Y, Sasakawa W, Horiuchi S, Nagano F, Ikeda T, Tanaka T, et al. Effect of double-application of all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Dent.* 2005

---

---



Oct;33(9):765-72.

Nikaido T, Ishihara K, Yamamoto T, Kojima M, Nagata K, Nakabayashi N. [Photocurable bonding liner for teeth. Part IV. DSC analysis of photopolymerization]. Shika Zairyo Kikai. 1988 Sep;7(5):841-8.

Nikaido T, Takano Y, Sasafuchi Y, Burrow MF, Tagami J. Bond strengths to endodontically-treated teeth. Am J Dent. 1999 Aug;12(4):177-80.

Okino LA, Siqueira EL, Santos M, Bombana AC, Figueiredo JA. Dissolution of pulp tissue by aqueous solution of chlorhexidine digluconate and chlorhexidine digluconate gel. Int Endod J. 2004 Jan;37(1):38-41.

Osorio R, Yamauti M, Osorio E, Ruiz-Requena ME, Pashley D, Tay F, et al. Effect of dentin etching and chlorhexidine application on metalloproteinase-mediated collagen degradation. Eur J Oral Sci. 2011 Feb;119(1):79-85.

Ozturk B, Ozer F. Effect of NaOCl on bond strengths of bonding agents to pulp chamber lateral walls. J Endod. 2004 May;30(5):362-5.

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

Paul SJ, Welter DA, Ghazi M, Pashley D. Nanoleakage at the dentin adhesive interface vs microtensile bond strength. Oper Dent. 1999 May-Jun;24(3):181-8.

Perdigao J, Denehy GE, Swift EJ, Jr. Effects of chlorhexidine on dentin surfaces and shear bond strengths. Am J Dent. 1994 Apr;7(2):81-4.

Perdigao J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. J Esthet Restor Dent. 2003;15(1):32-41; discussion 2.

Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers: a review of the literature. J Dent. 2000 Mar;28(3):163-77.

Pioch T, Kobaslija S, Huseinbegovic A, Muller K, Dorfer CE. The effect of NaOCl

---

dentin treatment on nanoleakage formation. *J Biomed Mater Res.* 2001 Sep 15;56(4):578-83.

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

Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SR. Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine, and porcine teeth. *J Adhes Dent.* 2004 Summer;6(2):117-21.

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

Saboia VP, Nato F, Mazzoni A, Orsini G, Putignano A, Giannini M, et al. Adhesion of a two-step etch-and-rinse adhesive on collagen-depleted dentin. *J Adhes Dent.* 2008 Dec;10(6):419-22.

Sakaguchi RL. A review of the curing mechanics of composites and their significance in dental applications. *Compend Contin Educ Dent Suppl.* 1999 Nov(25):S16-23; quiz S73.

Sano H, Shono T, Takatsu T, Hosoda H. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. *Oper Dent.* 1994 Mar-Apr;19(2):59-64.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Russell CM, Pashley DH. Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. *J Dent Res.* 1995 Apr;74(4):1093-102.

Spangberg L, Engstrom B, Langeland K. Biologic effects of dental materials. 3. Toxicity and antimicrobial effect of endodontic antiseptics in vitro. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1973 Dec;36(6):856-71.

Tay FR, Pashley DH, Loushine RJ, Weller RN, Monticelli F, Osorio R. Self-etching adhesives increase collagenolytic activity in radicular dentin. *J Endod.* 2006 Sep;32(9):862-8.

Toledano M, Osorio R, Perdigao J, Rosales JI, Thompson JY, Cabrerizo-Vilchez MA. Effect of acid etching and collagen removal on dentin wettability and roughness. *J Biomed Mater Res.* 1999 Nov;47(2):198-203.

---

---

Torneck CD, Titley KC, Smith DC, Adibfar A. The influence of time of hydrogen peroxide exposure on the adhesion of composite resin to bleached bovine enamel. *J Endod.* 1990 Mar;16(3):123-8.

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 Jun;22(6):533-44.

Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent.* 2003 Sep-Oct;28(5):647-60.

Vargas MA, Cobb DS, Armstrong SR. Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybrid layer. *Oper Dent.* 1997 Jul-Aug;22(4):159-66.

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 Sep;33(8):689-95.

Wakabayashi Y, Kondou Y, Suzuki K, Yatani H, Yamashita A. Effect of dissolution of collagen on adhesion to dentin. *Int J Prosthodont.* 1994 Jul-Aug;7(4):302-6.

Yassen GH, Platt JA, Hara AT. Bovine teeth as substitute for human teeth in dental research: a review of literature. *J Oral Sci.* 2011 Sep;53(3):273-82.

Yiu CK, Garcia-Godoy F, Tay FR, Pashley DH, Imazato S, King NM, et al. A nanoleakage perspective on bonding to oxidized dentin. *J Dent Res.* 2002 Sep;81(9):628-32.

Zhou J, Tan J, Yang X, Cheng C, Wang X, Chen L. Effect of chlorhexidine application in a self-etching adhesive on the immediate resin-dentin bond strength. *J Adhes Dent.* 2010 Feb;12(1):27-31.

---