

**UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO**

**Marielle Azevedo Sehn da Costa**

**INFLUÊNCIA DO HIPOCLORITO DE  
CÁLCIO SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO  
ENTRE A RESINA COMPOSTA E DENTINA**

**Passo Fundo**

**2012**



**Table 1** – Microtensile bond strength mean values (MPa) and the standard deviations ( $\pm$ ).

Groups	Mean	Standard deviations	p
G1, Control	28.68	12.52	
G2, NaOCl	25.80	11.77	0,05
G3, Ca(OCl) <sub>2</sub>	21.28	9.22	

NaOCl, sodium hypochlorite; Ca(OCl)<sub>2</sub>, calcium hypochlorite.

**Table 2** – Failure mode after microtensile test by fractography method.

Group	Sticks	Failure mode by optical microscopy	Failure mode by scanning electron microscopy
1	1	Adhesive	Cohesive in resin
	2	Adhesive	Adhesive
	3	Cohesive in resin	Cohesive in resin
	4	Adhesive	Cohesive in dentin
	5	Cohesive in resin	Adhesive
2	1	Cohesive in resin	Adhesive
	2	Adhesive	Adhesive
	3	Adhesive	Cohesive in dentin
	4	Cohesive in resin	Cohesive in resin
	5	Cohesive in resin	Cohesive in resin
3	1	Adhesive	Adhesive
	2	Adhesive	Adhesive
	3	Cohesive in resin	Adhesive
	4	Adhesive	Adhesive
	5	Adhesive	Adhesive

Dissertação apresentada para o Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da UPF, para a obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob a orientação do prof. Dr. Bruno Carlini Jr e coorientação do prof. Dr. Álvaro Della Bona.

## INFLUÊNCIA DO HIPOCLORITO DE CÁLCIO SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE RESINA COMPOSTA E DENTINA

Bond strengths to endodontically-treated teeth *American Journal of Dentistry* **12(4)** 177-180.

37. Lai SC, Mak YF, Cheung GS, Osorio R, Toledano M, Carvalho RM, Tay FR & Pashley DH (2001) Reversal of compromised bonding to oxidized etched dentin *Journal of Dental Research* **80(10)** 1919-1924.
38. Farina AP, Cecchin D, Barbizam JV & Carlini-Junior B (2011) Influence of endodontic irrigants on bond strength of a self-etching adhesive. *Australian Endodontic Journal* **37(1)** 26-30.

31. Tay FR, Pashley DH, Kapur RR, Carrilho MR, Hur YB, Garrett LV & Tay KC (2007) Bonding BisGMA to dentin: a proof of concept for hydrophobic dentin bonding. *Journal of Dental Research* **86**(11) 1034–1039.
32. Vargas MA, Cobbs DS & Armstrong SR (1997) Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybrid layer. *Operative Dentistry* **22**(4) 159–166.
33. Estrela C, Estrela CR, Barbin EL, Spanó JC, Marchesan MA & Pécora JD (2002) Mechanism of action of sodium hypochlorite. *Brazilian Dental Journal* **13**(2) 113–117.
34. Saboia Vde P, Pimenta LA & Ambrosano GM (2002) Effect of collagen removal on microleakage of resin composite restorations. *Operative Dentistry* **27**(1) 38–43.
35. Silva EM, Duarte PB, Poskus LT, Barcellos AA & Guimarães JG (2007) Nanoleakage and microshear bond strength in deproteinized human dentin. *Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials* **81**(2) 336–342.
36. Nikaido T, Takano Y, Sasafuchi Y, Burrow MF & Tagami J (1999)

26. Sorsa T, Tjäderhane L & Salo T. Matrix metalloproteinases (MMPs) in oral diseases. *Oral Disease* **10(6)** 311–318.
27. Mazzoni A, Pashley DH, Nishitani Y, Breschi L, Mannello F, Tjäderhane L, Toledano M, Pashley EL & Tay FR (2006) Reactivation of inactivated endogenous proteolytic activities in phosphoric acid-etched dentine by etch-and-rinse adhesives. *Biomaterials* **27(25)** 4470–4476.
28. Tjäderhane L, Larjava H, Sorsa T, Uitto VJ, Larmas M & Salo T (1998) The activation and function of host matrix metalloproteinase in dentin matrix during breakdown in carious lesions. *Journal of Dental Research* **77(8)** 1622–1629.
29. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R & De Stefano Dorigo E (2008) Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dental Materials* **24(1)** 90–101.
30. Prati C, Chersoni S & Pashley DH (1999) Effect of removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding. *Dental Materials* **15(5)** 323–331.

CIP – Catalogação na Publicação

C837i Costa, Marielle Azevedo Sehn da  
Influência do hipoclorito de cálcio sobre a resistência de  
união entre a resina composta e dentina / Marielle Azevedo  
Sehn da costa. – 2012.  
132 f. : il. ; 25 cm.

Orientação: Prof. Dr. Bruno Carlini Jr.  
Coorientação: Prof. Dr. Alvaro Della Bona  
Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Universidade  
de Passo Fundo, 2012.

I. Endodontia. 2. Dentina. 3. Resinas compostas.  
4. Hipoclorito de cálcio. I. Carlini Júnior, Bruno,  
orientador. II. Bona, Alvaro Della, coorientador.  
III. Título

CDU: 616.314-18

Catalogação: Bibliotecária Marciéli de Oliveira - CRB 10/2113

21. dos Santos PH, Sinhoreti MA, Consani S, Sobrinho LC, Adabo GL & Vaz LG (2005) Effect of cyclic compressive loading on the bond strength of an adhesive system to dentin after collagen removal. *The Journal of Adhesive Dentistry* **7(2)** 127-31.

22. da Cunha LF, Furuse AY, Mondelli RF & Mondelli J (2010) Compromised bond strength after root dentin deproteinization reversed with ascorbic acid. *Journal of Endodontics* **36(1)** 130-134.

23. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M & Van Meerbeek B (2005) A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *Journal of Dental Research* **84(2)** 118-132.

24. Cecchin D, de Almeida JF, Gomes BP, Zaia AA & Ferraz CC (2011) Influence of chlorhexidine and ethanol on the bond strength and durability of the adhesion of the fiber posts to root dentin using a total etching adhesive system. *Journal of Endodontics* **37(9)** 1310-1315.

25. Cecchin D, de Almeida JF, Gomes BP, Zaia AA & Ferraz CC (2011) Effect of chlorhexidine and ethanol on the durability of the adhesion of the fiber post relined with resin composite to the root canal.

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus queridos pais, Elizabeth e Nilson, pelo apoio incondicional e confiança depositados em mim.

Obrigada por me incentivarem a lutar pelos meus sonhos e objetivos.

Ao meu marido Rafael, obrigada pelos pequenos e grandes momentos, companheirismo, carinho e compreensão. Obrigada pela paciência, suporte e amor. E, especialmente, à Laura, minha filha, que valorizou todo o esforço e tempo comprometidos neste curso.

## AGRADECIMENTOS

Ao coordenador do mestrado Professor Dr. Álvaro Della Bona por doar-se generosamente à comunidade acadêmica na proposição de um curso de excelência. Agradeço por transmitir força e motivação.

Ao Professor Dr. Bruno Carlini Jr. por compartilhar conosco seus conhecimentos e pela paciente ajuda na organização das minhas idéias nem sempre expressas com clareza. Agradeço por toda atenção e acompanhamento neste trabalho, desde a redação dos artigos, até o momento da qualificação, bem como ao longo do desenvolvimento da monografia.

Aos Professores Dr. Mateus Ericson Flores, agradeço pelas sugestões no momento da qualificação, bem como pela atenção e colaboração durante o mestrado.

Ao Professor Dr. Eduardo Dall Magro por aceitar o convite para participar como suplente na qualificação desse estudo.

A todos os professores doutores do Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Odontologia – Mestrado, pelos conhecimentos transmitidos, pela amizade e pela grande disposição em colaborar.

Ao professor Delton Gobbi, da Faculdade de Química da Universidade de Passo Fundo, pela atenção, dedicação e pelo auxílio na obtenção dos produtos utilizados neste trabalho.

marginal sealing of adhesive restorations. *Operative Dentistry* **32**(2) 261–265.

17. Gonçalves L de S, Consani S, Sinhoreti MA, Schneider LF & Saboia V de P (2009) Effect of storage and compressive cycles on the bond strength after collagen removal. *Operative Dentistry* **34**(6) 681–687.

18. Perdigão J, Thompson JY, Toledano M & Osario R (1999) An ultra-morphological characterization of collagen-depleted etched dentin. *American Journal of Dentistry* **12**(5) 250–255.

19. Sauro S, Mannocci F, Tay FR, Pashley DH, Cook R, Carpenter GH & Watson TF (2009) Deproteinization effects of NaOCl on acid-etched dentin in clinically-relevant vs prolonged periods of application. A confocal and environmental scanning electron microscopy study. *Operative Dentistry* **34**(2) 166–173.

20. Cecchin D, Almeida JF, Gomes BP, Zaia AA & Ferraz CC (2012) Deproteinization technique stabilizes the adhesion of the fiberglass post relined with resin composite to root canal. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials* **100B**(2) 577–583.



aging. *Journal of Dental Research* **83**(3) 216–221.

12. Mazzoni A, Mannello F, Tay FR, Tonti GA, Papa S, Mazzotti G, Di

Lenarda R, Pashley DH & Breschi L (2007) Zymographic analysis and characterization of MMP-2 and -9 forms in human sound dentin. *Journal of Dental Research* **86**(5) 436–440.

13. Martin-De Las Heras S, Valenzuela A & Overall CM (2000) The matrix metalloproteinase gelatinase A in human dentine. *Archives of Oral Biology* **45**(9) 757–765.

14. Sulkala M, Tervahartiala T, Sorsa T, Larmas M, Salo T & Tjäderhane L (2007) Matrix metalloproteinase-8 (MMP-8) is the major collagenase in human dentin. *Archives of Oral Biology* **52**(2) 121–127.

15. Santos J, Carrilho M, Tervahartiala T, Sorsa T, Breschi L, Mazzoni A, Pashley D, Tay F, Ferraz C & Tjäderhane L (2009) Determination of matrix metalloproteinases in human radicular dentin. *Journal of Endodontics* **35**(5) 686–689.

16. Maior JR, Da Figueira MA, Netto AB, de Souza FB, da Silva CH & Tredwin CJ (2007) The importance of dentin collagen fibrils on the

Ao técnico Tiago (laboratório do mestrado) pelo auxílio durante a utilização dos aparelhos do laboratório. Agradeço pela atenção e sua boa vontade em ajudar na resolução das dificuldades.

Às minhas amigas do mestrado Michelli De Conto, Lisiane Dotta, e Audrea Dallazen Nogueira pela preciosa ajuda no desenvolvimento da parte experimental desse estudo. Meu reconhecimento pela generosa doação.

Às minhas amigas Juliana Colpani, e Luana Kuze agradeço muito pela amizade e companheirismo.

Aos funcionários da UPF pelo apoio e amizade durante os anos de pós-graduação, principalmente para a Fabiana Pimentel secretária do mestrado.

Aos meus amigos, Fabrício Baú Branda, Gaspar Girardi e Tiago Lange dos Santos, Letícia Stefenon e Luciana Leal pelo desprendimento e grandeza ao compartilhar suas experiências. Agradeço realmente por toda amizade, companheirismo e por terem sido minha família durante esses dois anos. Não teria sido possível superar tantas adversidades se não os tivesse ao meu lado.

À minha grande amiga Cleusa Silva, sem dúvida uma das melhores pessoas que este curso me possibilitou conviver. É maravilhoso saber que existem pessoas assim!

Ao Nelson Bertoncello, um grande amigo, muito obrigada pela força, disposição e companheirismo nesta jornada.

Aos meus pais, Nilson e Elizabeth que, estiveram sempre ao meu lado, incentivando e apoiando e sendo exemplos de luta e coragem.

Meus sogros, Antônio Carlos e Maria Constância, pela dedicação e disposição em ajudar até mesmo distantes.

Aos meus avós, Nilson e Lélia, que sempre vibraram por mim.

Aos meus irmãos, Sílvia e Felipe, pela compreensão e colaboração em todos os momentos que precisei.

Ao meu marido Rafael Costa que apesar de ser, às vezes, acumulado por tarefas inesperadas, soube compreender e esteve sempre ao meu lado.

À minha Laurinha, companheira inseparável e minha força, nesta difícil jornada. Ela fez tudo valer a pena!

6. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H & Oguchi H (2000) In vivo degradation of resin–dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *Journal of Dental Research* **79(6)** 1385–1391.

7. Carrilho MR, Geraldini S, Tay F, de Goes MF, Carvalho RM, Tjäderhane L, Reis AF, Hebling J, Mazzoni A, Breschi L & Pashley D (2007) In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *Journal of Dental Research* **86(6)** 529–533.

8. Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Yiu C & Pashley DH (2005) Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *American Journal of Dentistry* **18(6)** 315–319.

9. Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, Yiu CK & Carrilho MR (2006) Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dental Materials* **22(10)** 973–980.

10. Wang Y & Spencer P (2003) Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface in wet bonding. *Journal of Dental Research* **82(3)** 141–145.

11. Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM & Ito S (2004) Collagen degradation by host-derived enzymes during

## References

1. Kanca J. Improving bond strength through acid etching of dentin and bonding to wet dentin surfaces (1992) *Journal of American Dental Association* **123**(9) 35–43.
2. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H & Oguchi H (2001) Resin tooth adhesive interfaces after long-term function in humans. *American Journal of Dentistry* **14**(4) 211–215.
3. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M & Oguchi H (2003) In vitro degradation of resin–dentin bonds analyzed by microtensile test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials* **24**(21) 3795–3803.
4. De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P & Vanherle G (2003) Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *Journal of Dental Research* **82**(2) 136–140.
5. Carrilho MR, Carvalho RM, de Goes MF, di Hipoelito V, Geraldeli S, Tay FR, Pashley DH & Tjäderhane L (2007) Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *Journal of Dental Research* **86**(1) 90–94.

## SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS E GRÁFICOS.....	xiii
LISTA DE FIGURAS.....	xiv
LISTA DE ABREVIATURAS.....	xviii
RESUMO.....	21
1 INTRODUÇÃO.....	25
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	29
3 PROPOSIÇÃO.....	59
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	61
4.1 Seleção e limpeza dos dentes.....	61
4.2 Inclusão dos dentes.....	62
4.3 Secção coronária.....	63
4.4 Procedimento adesivo/restaurador.....	64
4.5 Obtenção dos corpos de prova.....	66
4.6 Ensaio de microtração.....	67
4.7. Análise do padrão de fratura em Estereomicroscópio.....	68
4.8. Análise da interface adesiva em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	70
4.9 Delimitação estatístico.....	71

5 RESULTADOS.....	73
6 DISCUSSÃO.....	79
7 CONCLUSÃO .....	89
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	91
APÊNDICES .....	97

showed bond strength comparable with conventional technique (G1) and with NaOCl deproteinization using a total-etch adhesive system (Prime & Bond 2.1). Several aspects, however, need further research. Which time the concentration of Ca(OCl)<sub>2</sub> be used. The biocompatibility of this substance. Its action on the collagen fibrils. Especially, studies on the durability of restorations using Ca(OCl)<sub>2</sub> for desproteinization on *in vitro* and *in vivo* studies.

**Conclusion**

Within the limitations of the present study, the dentin deproteinization using Ca(OCl)<sub>2</sub> showed bond strength comparable with conventional technique (G1) and with NaOCl deproteinization. Therefore, both the substances can be used for the dentin deproteinization.

**Acknowledgements**

The authors deny any financial affiliations related to this study or its sponsors.

adhesive interface.  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  is presented in solid form and concentration 63%, and may be diluted. This study used this product in 10% concentration, with the purpose of standardization with to sodium hypochlorite. The results of this study revealed no statistical difference between techniques deproteinization using  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  and  $\text{NaOCl}$ . Therefore, both  $\text{NaOCl}$  as  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  can be used to deproteinization.

The failure modes in this study followed the fractography principles, allowing to identify the fracture origin. By using a stereomicroscope at x40 magnification, it was difficult to observe the samples. On the other hand, in SEM where the image was made clear, facilitating the surface analysis. There was a discrepancy between the 40% failure modes when comparing the two methods. Due to increased reliability, classification under SEM was chosen to represent the samples. Groups 1 and 2 showed 40% of adhesive failure and 60% of cohesive failures in dentin or resin. The quality of the bonds seemed to be superior because the predominant type of failure was the cohesive. The group 3, showed 100% of adhesive failure, implying that the weak link was the bond between the adhesive and dentin.

In this study, the dentin deproteinization using  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$

## LISTA DE TABELAS E GRÁFICOS

Tabela 1 – Análise de variância dos dados de resistência de união por microtração.....	73
Gráfico 1 – Ilustração por barras dos valores de resistência de união (MPa) por microtração dos grupos avaliados. ....	74
Tabela 2 – Análise das fraturas ocorridas após o ensaio de microtração aplicando princípios de fractografia.....	75

## LISTA DE FIGURAS

accordance with Nikaido et al.<sup>36</sup> the action of NaOCl oxidized some of the dentin matrix components that may interfere with the polymerization initiation of some adhesive systems. Residual free radicals of sodium hypochlorite in dentin may compete with free vinyl radicals generated during adhesive photoactivation, resulting in incomplete polymerization due to a premature terminal of polymeric interactions.<sup>37</sup> Farina and others<sup>38</sup> concluded that NaOCl provides significantly lower bond strength in adhesion to pulp chamber dentin. However, in that study the NaOCl was used with an auxiliary irrigant solution to the endodontic treated. In this article, the NaOCl was used after etching the canal with 37% phosphoric acid in a deproteinization technique to partially remove the fibrils' collagen.

In this study, Ca(OCl)<sub>2</sub> was used to promote the dentin deproteinization due to the possibility of promoting beneficial effects when compared to the NaOCl. Because have calcium ions in their composition does not form undesirable byproducts such as fatty acids and have a wider range of concentration, therefore calcium hypochlorite becomes an alternative. The calcium released can link to the phosphate groups of the tooth and bonding systems, forming crystals compatible with the dental structure, without interfering with the quality of the

Figura 1 – Esquema das áreas de propagação de trincas mostrados pela análise fractográfica.....	69
Figura 2 – Palito fraturado examinado em MEV (140X) sob os princípios da fractografia (flechas evidenciam áreas mirror, mist e hackle). Embora apareçam na imagem dentina (canto superior direito), adesivo e resina composta, a falha não foi classificada como mista, mas como adesiva (entre adesivo e dentina) quando considerada a origem (estrela).....	69
Figura 3 - G1D2 – palito de dentina – fratura classificada como adesiva, sob EM (40X).....	76
Figura 4 - G1D2 – palito de resina – avaliado sob EM (40X) .....	76
Figura 5 - G1D8 – palito de dentina – fratura classificada como coesiva em dentina, quando observada em MEV (400X) .....	76
Figura 6 - G1D8 – palito de resina – observa-se o fragmento de dentina preso à resina em MEV (400X) .....	76
Figura 7 - G2D2 – palito de dentina – observar canaliculos dentinários preenchidos por adesivo (tags) e dentina intertubular com traços de fibrilas colágenas remanescentes e adesivo – fratura classificada como adesiva, sob MEV (6400X).....	76

time-dependent<sup>19</sup> and proportional to the concentration of active chlorine.<sup>33</sup> Sauro and others<sup>19</sup> reported that 10 min of 12% NaOCl application was unable to completely remove the collagen from the porous surface of the intra- and intertubular dentin. In this study, because 10% NaOCl was used for 15 s, it was not possible to completely remove the collagen fibrils (Figure 1F).

However, the deproteinization can increase dentin permeability and the liquid content the surface. Therefore, it is important to use an adhesive system with large capacity for water removal. This study used an adhesive system of acetone based. Acetone is a solvent with a great capacity for wetting and evaporation. Sabóia and others<sup>34</sup> and Silva and others<sup>35</sup> demonstrated that acetone-based adhesives are most effective when combined with deproteinization technique as compared to alcohol-based adhesives. Sabóia and others<sup>34</sup> showed that the use of sodium hypochlorite considerably reduces the bond strength of alcohol-based systems. On the other hand, Cecchin and others<sup>20</sup> using a water-based adhesive system observed that the deproteinization preserved the bond strength for 12 months.

Despite the use of NaOCl shows good results of this study, in

Figura 8 - G2D2 – palito de resina – observar a superfície do adesivo com os resin tags fraturados – fratura de origem adesiva, sob MEV (4000X)..... 76

Figura 9 - G3D5 – palito de dentina – observar dentina sem adesivo na parte superior da imagem. O traçado em linhas hackle indica que a fratura iniciou na dentina (estrela) – fratura classificada como adesiva, sob MEV (400X) ..... 77

Figura 10 - G3D5 – palito de resina – avaliação sob MEV (400X)..... 77

Figura 11 - G3D6 – palito de dentina – observar dentina com traços de fibrilas colágenas (malha de colágeno parcialmente removida), canaliculos dentinários preenchidos por tags de adesivo resinoso – fratura classificada como adesiva, sob MEV (6400X)..... 77

Figura 12 - G3D6 – palito de resina – análise sob MEV (400X)..... 77

Figura 13 - G3D9 – palito de dentina – observar adesivo e resina presos à superfície dentinária – fratura classificada como adesiva, sob MEV (600X)..... 77

Figura 14 - G3D9 – palito de resina – observar as linhas hackle (flecha), indicando o local de origem da falha (estrela) quando avaliado sob MEV (400X)..... 77



chlorhexidine to inhibit the effect of MMPs, the partial removal of the collagen fibrils can be an alternative to avoid degradation of the hybrid layer. The deproteinization technique partially removes the collagen-demineralized network, thereby altering the dentin surface and modifying the hydrophilic properties.<sup>19</sup> This enables the dentin to be more compatible with hydrophobic resins than dentin that is etched by acid alone.<sup>30</sup> For this reason, recent findings have indicated that the more hydrophobic the adhesive blends are, the more stable they are over time.<sup>9,31</sup> This deproteinization also results in enlarged resin tag formation and numerous sidelong resin projections.<sup>32</sup>

The results of this study show that using NaOCl or Ca(OCl)<sub>2</sub> as a pretreatment for the dentin does not interfere with the bond strength of resin composite using total-etching adhesive system Prime & Bond 2.1. Therefore, the hypothesis tested in this study was confirmed. According to Gonçalves and others<sup>17</sup> the use of NaOCl promotes more stable bonding between the composite and the dentin. The partial removal of the previously etched dentin surface collagen via a deproteinization agent can be considered a way to decrease hybrid layer technique sensitivity without compromising the effectiveness of the adhesion. However, the removal of organic materials in the dentin by NaOCl is

## Figuras do Apêndice

<i>Figura 1A - Terceiro molar hígido.....</i>	99
<i>Figura 2A – Limpeza com curetas periodontais.....</i>	99
<i>Figura 3A – Profilaxia.....</i>	99
<i>Figura 4A – Inclusão do dente em cera utilidade perpendicular ao plano horizontal.....</i>	99
<i>Figura 5A – Vista superior da inclusão em cera.....</i>	99
<i>Figura 6A – Anel de PVC fixado concentricamente à raiz.....</i>	99
<i>Figura 7A – Vista lateral da amostra.....</i>	99
<i>Figura 8A – Visão superior da inclusão no anel de PVC.....</i>	99
<i>Figura 9A – Remoção do anel de PVC.....</i>	100
<i>Figura 10A – Amostra posicionada na cortadora metalográfica.....</i>	100
<i>Figura 11A – Remoção porção oclusal.....</i>	100
<i>Figura 12A – Porção oclusal removida.....</i>	100
<i>Figura 13A – Secagem com jato de ar.....</i>	100
<i>Figura 14A – Aplicação ácido fosfórico 35%.....</i>	100
<i>Figura 15A – Lavagem com água.....</i>	100
<i>Figura 16A – Secagem com gaze esterilizada.....</i>	100
<i>Figura 17A – Aplicação substância desproteinizante.....</i>	101
<i>Figura 18A – Fricção sentidos médio-dital e vestibulolingual.....</i>	101
<i>Figura 19A – Lavagem com água.....</i>	101
<i>Figura 20A – Secagem com gaze esterilizada.....</i>	101
<i>Figura 21A – Aplicação Prime &amp; Bond 2.1.....</i>	101



inevitably compromises the durability of the bond.<sup>3,6</sup>

Furthermore the activation of MMP-2, -8, and -9 contributes to the organic matrix degradation along resin-dentin-bonded interfaces.<sup>5,7</sup> MMPs are a class of zinc- and calcium-dependent endopeptidases<sup>26</sup> that are trapped within the mineralized dentin matrix.<sup>15</sup> It has been shown that the simple application of adhesive systems on acid-etched dentin substrate can activate dental MMPs, initiating autolytic phenomena that eventually affects the bond strength of adhesive to dentin.<sup>5,7,27</sup> The etching procedures used in adhesive bonding techniques can eventually activate latent MMPs bound to the dentin matrix because low pH environments induce conformation changes in enzyme molecules, exposing their catalytic domains.<sup>28</sup>

Dentin matrix is mainly composed of type I collagen and noncollagenous proteins.<sup>29</sup> Since these fibrils are intrinsically wet because of their high affinity to water, the adhesive components are more prone to degradation over time as a result of water sorption, resin leaching, and other water-mediated aging phenomena that weaken the polymer structure of the adhesive and lead to the failure of the adhesive interface.<sup>9</sup> Although some authors<sup>5,7,24,25</sup> recommend the use of

<i>Figura 22A – Fotopolimerização do sistema adesivo.....</i>	101
<i>Figura 23A – Radiômetro.....</i>	101
<i>Figura 24A – Inserção da resina composta.....</i>	101
<i>Figura 25A – Primeiro incremento de resina composta.....</i>	102
<i>Figura 26A – Término restauração.....</i>	102
<i>Figura 27A – Início sequência de cortes.....</i>	102
<i>Figura 28A – Sequência de cortes.....</i>	102
<i>Figura 29A – Cortes no sentido vestibulolingual.....</i>	102
<i>Figura 30A – Colocação cera pegajosa.....</i>	102
<i>Figura 31A – Término da segunda sequência de cortes (sentido méseo – distal).....</i>	102
<i>Figura 32A – Amostra em forma de palito.....</i>	102
<i>Figura 33A – Máquina universal de ensaios.....</i>	103
<i>Figura 34A – Teste de microtração.....</i>	103
<i>Figura 35A – Fratura da amostra.....</i>	103
<i>Figura 36A – Amostra fraturada.....</i>	103

versus SEM).

(Table 2)

Analyzed by SEM, it was verified remaining of collagen fibrils, indicating that partial removal of collagen when applied desproteinizantes agents in a concentration of 10% for 15 seconds (Figure 1 F).

(Figure 1)

### **Discussion**

The immediate bond strength values of adhesive systems are satisfactory (23). However, the long-term the bond strength values decrease in coronal dentin (3-8) and also in root dentin.<sup>24,45</sup> Hashimoto and others<sup>6</sup> demonstrated that the adhesion to dentin is susceptible to degradation, with reduction significant of the bond strength values over time. The degradation of hybrid layer may result from exposure to water and/or bacterial enzymes. Water incorporated into the hybrid layer inhibits the polymerization reaction and degrades the resin components. Furthermore, the hydrolysis of collagen fibrils exposed and not hybridized break covalent bonds with the polymer resin, which

## **LJSTA DE ABREVIATURAS**

- μTBS - Resistência de união à microtração
- μSBS - Resistência de união ao microcisalhamento
- AD - Agente desproteinizante
- AB - AdmiraBond
- AgNO<sub>3</sub> - Nitrato de prata
- ANOVA - Análise de variância
- BISGMA - Bisfenol glicidil metacrilato
- CA - Condicionamento ácido
- Ca (OCl)<sub>2</sub> - Hipoclorito de cálcio
- CHX - Clorexidine
- CSEB - Clearfil SE Bond
- CTRL - Controle
- DA - Grupo da dentina profunda via apical
- DBS - Sistema de união à dentina
- DO - Dentina profunda - via oclusal
- DOU - Associação da técnica de desproteinização da dentina com o adesivo autocondicionante
- DPB - Dentina desproteinizada e aplicação do adesivo *Prime & Bond NT*

by one-way ANOVA.

## Results

Table 1 shows the mean values and standard deviations (MPa) of groups tested in this study. Statistical analysis of the data showed no significant differences among groups ( $P > 0.05$ ).

(Table 1)

The failure mode by fractography method in optical microscopy (OM) under X40 magnification revealed a predominance of adhesive for G1 and G3, and a predominance of cohesive failure in resin composite for G2 (Figure 1). There was no cohesive failure in dentin (Table 2).

The fractography method also was applied in the failure mode under scanning electron microscopy (SEM), with increases between x140 and 6.400. The G1 and G2 showed a predominance of cohesive failures in resin or dentin, while G3 had 100% adhesive failures (Figure 1).

It can be observed discrepancies in the classification of the origin of the fracture when comparing the two methods of magnification (Table 2). There was a 40% discrepancy between the methods (OM

EDTA- Ácido etilendiamino tetra-acético
GOB - Gluma One Bond
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> - Ácido fosfórico
HEMA - Hidroxietil metacrilato
HOCl - Ácido cloroso
JAC - Junção ameloementária
JAD - Junção amelodentinária
KHN - Teste de dureza Knoop
LAD - Linha amelodentinária
LB2V - Sistema adesivo autocondicionante
10-MDP - 10-Metacrililoxidecilhidrogenofosfato
NB - Magic Bond
MFA - Microscópio de força atômica
MMPs - Metaloproteínas
MPa - Mega Pascal
MEV - Microscópio eletrônico de varredura
N - Newton
NaOCl - Hipoclorito de sódio
OBS - Sistema adesivo de condicionamento total)
OU - Adesivo autocondicionante One-Up Bond F
PB - Prime e Bond NT
P&B 2.1 - Prime e Bond 2.1
P&B NT - Prime e Bond NT
PENTA - Resina acrílica fosfatada modificada
PVC - Policloreto de Vinila
SA - Sistema adesivo
SB - Single Bond

SE - Clearfil SE Bond

PLP - Prompt L-Pop

SMPP - Scotchbond Multi-Purpose Plus

SBMP - Scotchbond Multi-Purpose Plus

SU - Grupo da dentina superficial

PAS - Ácido fosfórico solução

PAG - Ácido fosfórico gel

pH - Potencial hidrogeniônico

TEGMA - Trietilenoglicol-dimetacrilato

UTS - Resistência à tração

bond strength was calculated in MPa by the following formula:  $Rt = F/A$ , where  $Rt$  is the microtensile bond strength,  $F$  is the force applied and  $A$  is the bond area between the dentine and restorative system.

After the microtensile test, the two parts of five specimens from each group were examined under a microscope at x40 magnification to define the failure modes. Fractography method was used to classify the failure modes. The objective of this procedure was to detect the origin of the fracture. They were classified into: type A, adhesive (the start of failure located between the adhesive and dentin); type B, cohesive failure in dentin; and type C, cohesive failure in resin composite.

For scanning electronic microscopy (SEM) analysis were used five specimens from each group. For dehydration, the specimens were sequentially immersed in ethyl alcohol (25% for 30 minutes, 50% for 30 minutes, 75% for 30 minutes, 95% for 30 minutes and 100% for 30 minutes). Then the sections were maintained for 10 minutes in HMDS solution (Merck KGaA, Darmstadt, Germany) and dried with paper towels. The prepared specimens were gold-sputtered at 10 mA for 1 minute and observed by SEM.

The microtensile bond strengths were determined and analyzed

(Shade A2) were applied on the dentine surface with a #1/2 spatula, reaching a total height of 6 mm. Each increment was light polymerized for 20 s with the Radium device. After this, the specimens were stored in distilled water for 24 h. Then the polymerization was carried to each side for 40 seconds. The specimens were stored for 3 months.

The composite-dentin bonded specimens were sectioned with a water cooled diamond saw (Isomet, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA) in the bucco-lingual and mesio-distal directions perpendicular to the adhesive interface to obtain several beams with cross-sectional areas of  $1.0 \pm 0.1 \text{ mm}^2$  measured with a digital caliper (Vonder Digital Electronic Paquímetro, Curitiba, PR, Brazil) with 0.01 mm of accuracy.

The samples were individually fixed in a metal device with a cyanoacrylate adhesive (Loctite Super Bonder, São Paulo, SP, Brazil) so that the resin/dentine interface remained without any contact, allowing the microtensile test. The metal device was placed in a Universal Testing Machine (Emic DL 2000, São José de Pinhais, PR, Brazil) and the specimens subjected to the microtensile test at a crosshead speed of 0.5 mm min<sup>-1</sup> until fracture. At the moment of fracture, the resistance values were recorded in Newton (N) by computer software. After the test, the

## **Influência do hipoclorito de cálcio sobre a resistência de união entre resina composta e dentina**

**Marielle Sehn da Costa\***

### **RESUMO**

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união por microtração ( $\mu$ TBS) de resina composta à dentina após diferentes tratamentos de superfície, além de avaliar o padrão de fratura sob estereomicroscópio e MEV ( $h_0$ : a média dos valores de resistência de união por microtração para o tratamento de superfície dentinária com  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  a 10% não apresenta diferença das médias dos demais tratamentos ( $\text{NaOCl}$  a 10% e tratamento convencional). Quarenta e cinco terceiros molares humanos foram seccionados expondo superfície plana de dentina oclusal e aleatoriamente divididos em três grupos ( $n=15$ ): G1 (controle): ácido fosfórico à 37% por 15 s (AE) + Prime & Bond 2.1 (PB); G2: AE + hipoclorito de sódio a 10% ( $\text{NaOCl}$ ) por 15 s + PB; G3: AE + hipoclorito de cálcio a 10% ( $\text{CaOCl}$ ) por 15 s + PB. Os dentes foram restaurados com resina composta e seccionados em forma de palitos, com  $1 \text{ mm}^2$  de área em seção transversal. Duas amostras de cada dente ( $n=25$ ) foram selecionadas aleatoriamente para o ensaio de resistência à  $\mu$ TBS, até ocorrer fratura (velocidade: 0,5 mm/min). Os dados (em MPa) foram analisados estatisticamente por ANOVA ( $\alpha=0,05$ ). Foram aplicados princípios de fractografia para examinar

---

\* Aluna do curso de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica da Universidade de Passo Fundo

superfícies fraturadas, de 5 amostras de cada grupo (n=5), em estereomicroscópio (40X) e MEV (140 a 6400X). Os valores médios e desvios padrão foram: G1 = 28,68±12,52<sup>a</sup>, G2 = 25,80±11,77<sup>a</sup>; G3 = 21,28±9,22<sup>a</sup>. Os resultados mostraram não haver diferença estatística significativa entre os grupos, confirmando a hipótese em estudo. Para G3, 100% das fraturas se originaram na interface entre adesivo e dentina, enquanto para G1 e G2, 40% teve origem adesiva e 60% coesiva em resina ou dentina. Foi possível concluir que o tratamento de desproteíneização com CaOCl (G3) mostrou valores médios de  $\mu$ TBS comparáveis aos da técnica convencional (G1) e com o tratamento desproteíneizante com NaOCl (G2).

Palavras-chave: adesão, hipoclorito de cálcio, hipoclorito de sódio, desproteíneização e dentina.

marginal ridge in a metallographic sectioning machine (Struers Minitom; Copenhagen, Denmark) and were polished (Struers Abramin; Copenhagen, Denmark) with successively finer grades of silicon carbide papers (#220 to 400-grit). The samples were washed for 60 s and stored in distilled water for 24 h.

For all groups, the dentin surface was etched using a 37% phosphoric acid gel (Dentsply, York, PA, USA) for 15 seconds, rinsed with water for 30 seconds and gently dried with gauze, leaving a moist surface. The acid was rubbed with a microbrush. For group 1 Prime & Bond 2.1 was applied in accordance with the manufacturer's instructions. For groups 2 and 3, 10% NaOCl solution and 10% Ca(OCl)<sub>2</sub> was applied for 15 seconds, respectively. These solutions were rubbed with a microbrush. Then, the dentin was rinsed with water for 30 seconds and gently dried with gauze. The adhesive system was then applied and light cured for 20 seconds with a halogen light source (Radii device; SDI, São Paulo, SP, Brazil) with 600 mW/cm<sup>2</sup> irradiance, as measured according to a calibrated power meter (LD Maxx – Gnatus – Ribeirão Preto-SP, Brasil).

After hybridization, three increments (~2 mm each) of Opallis

Ca(OCl)<sub>2</sub>. The restorative system was Prime & Bond 2.1 total-etching adhesive (Dentsply Caulk, Milford, DE, USA) and Opallis composite resin (FGM, Joinville, SC, Brazil). The experimental units consisted of slabs of human dentine randomly distributed into the three groups. The response variable was microtensile bond strength evaluated in MPa.

### **Selection of teeth**

Forty-five sound freshly extracted human third molars were used in this study. Teeth were stored 0.5% chloramine solution at 4°C (isso não aconteceu) for 48 h for disinfection. Next, the teeth were cleaned with pumice slurry/water using Robinson brushes (Microdont; Socorro, SP, Brazil) and bicarbonate jet. Were analysed under x10 magnifying glass (Carl Zeiss, Jena, Germany) to exclude those with fracture lines or fissures. The teeth were stored in distilled water.

### **Microtensile test**

One trained operator prepared all teeth. Each tooth was individually embedded in a PVC cylinder (25 mm diameter and 20 mm height) (Tigre; São Paulo, SP, Brazil) using colourless autopolymerising acrylic resin (Jet Clássico; São Paulo, SP, Brazil), so that the occlusal surface faced upwards. The teeth were sectioned 2 mm below the

## **ABSTRACT**

The aim of this study was to evaluate the tensile bond strength ( $\mu$ TBS) of composite to dentin after different surface treatments and the fracture pattern under optical microscope and MEV, testing the hypothesis that mean  $\mu$ TBS values are similar for all dentin surface treatments evaluated. Forty five third human molars were cut to expose a flat occlusal dentin surface. The teeth were randomly divided into three groups (n=15): G1 (control): 37% phosphoric acid for 15s (AE) + Prime & Bond 2.1 (PB); G2: AE + 10% sodium hypochlorite (NaOCl) for 15s + PB; G3: AE + 10% Calcium hypochlorite (CaOCl) for 15 s + PB. Six mm-thick composite resin restorations were built and the teeth were cut in bar-shaped specimens, with a cross-sectional area (A) of about 1mm<sup>2</sup>. Two specimens from each tooth (n=30) were randomly selected for testing in tension ( $\mu$ TBS) until fracture (cross-head speed: 0,5 mm/min). Data (in MPa) were statistically analyzed using Anova ( $\alpha= 0.05$ ). Fractographic principles were applied to examine fractured surfaces of five specimens of each group (n=5) in stereo microscope (40X) and MEV. Mean and standard deviation values were: G1 = 28,68 $\pm$ 12,52a; G2 = 25,80 $\pm$ 11,77a; G3 = 21,28 $\pm$ 9,22a. Results showed no significant differences among experimental groups, confirming the study hypothesis. Group G3 showed that 100% of fractures had originated within the adhesive area, while G1 and G2 had 40% of adhesive failures and 60% cohesive in resin or dentin. It was possible to conclude that the dentin deproteinization treatment using CaOCl (G3) showed mean  $\mu$ TBS

values comparable with conventional technique (G1) and with NaOCl deproteinization treatment (G2).

**Keywords:** adhesion, calcium hypochlorite, sodium hypochlorite, deproteinization and dentin

the wettability of the bonding substrate<sup>16,17</sup> and facilitate inter- and intratubular resin infiltration to minimize the degradation of the denuded collagen matrix.<sup>18</sup> However, this technique is not widely accepted and requires further study. Using confocal and environmental scanning electron microscopy, Sauro and others<sup>19</sup> demonstrated the existence of incompletely removed collagen fibrils after treating dentin with 12% NaOCl for 10 min. Furthermore, while some authors obtained satisfactory results of bond strength using the deproteinization technique,<sup>17,20</sup> others had unfavorable results.<sup>21,22</sup>

Therefore, this study suggested the use of calcium hypochlorite to dentin deproteinization. The aim of this study was to evaluate the bond strength of a total-etching adhesive system to dentin pre-treated with 10% sodium hypochlorite (NaOCl) and 10% calcium hypochlorite  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  by microtensile testing. The hypothesis was that these techniques do not negatively affect the bond strength.

## **Materials and methods**

### **Experimental design**

The factor under study was the desproteinizante solution: G1, without desproteinizante solution (control); G2, 10% NaOCl; G3, 10%



## Introduction

To achieve satisfactory restoration in composite resin, the adhesive system should completely infiltrate the collagen network exposed during dentine acid-etching procedures.<sup>1</sup> Adequate resin infiltration can reduce the degradation of the collagen fibrils within the hybrid layer.<sup>2</sup> However, long-term *in vitro*<sup>3-5</sup> and *in vivo*<sup>6,7</sup> studies have shown that the bond strength of resin-bonded dentin decreased over time due to collagen degradation within the hybrid layer.

Current studies have indicated that the loss of integrity of resin-dentin bonds over time is probably caused by the combined effect of the hydrolytic deterioration of resinous components after water sorption<sup>8,9</sup> and the degradation of denuded collagen fibrils exposed to incompletely infiltrated hybrid layers.<sup>3,10</sup> The latter is attributed to an endogenous proteolytic mechanism involving the activity of matrix metalloproteinases (MMPs)<sup>11</sup> found in the coronal<sup>12-14</sup> and radicular dentin.<sup>15</sup>

Therefore, the removal of the demineralized collagen matrix with sodium hypochlorite (NaOCl) has been proposed as an adjunctive procedure following the etch-and-rinse technique. This would improve

## 1 INTRODUÇÃO

A obtenção de uma camada híbrida resistente com adequado vedamento marginal tem sido o grande desafio da odontologia restauradora na era dos materiais odontológicos adesivos.

A técnica de condicionamento ácido da dentina promove remoção da lama dentinária, aumento da permeabilidade da dentina através da dissolução dos cristais de hidroxiapatita presentes na parede dos túbulos dentinários e desmineralização da dentina intertubular, expondo a malha de colágeno (YAMAZAKI et al., 2008). Esta malha depende de determinada quantidade de água para manter sua forma original, que é obtida por meio de lavagem e métodos de secagem sem desidratação. Estes procedimentos são essenciais para que a malha de colágeno se mantenha permeável aos adesivos (SPAZZIN et al., 2007; SAURO et al., 2009). Quando o colágeno desidratado, contrai e compacta sobre a parte mineral, impedindo a passagem de monômeros resinosos (CORRER et al., 2006; YAMAZAKI et al., 2008; YUI et al., 2009). No entanto, há dificuldade em se atingir a “umidade ideal”, ficando a qualidade da adesão entre monômero resinoso e dentina dependente do operador (DUARTE & SILVA, 2007). Tanto o excesso de água, que pode diluir os monômeros, quanto a falta, que pode

compactar o colágeno, podem levar a incompleta infiltração do monômero resinoso, comprometendo a resistência à união e o selamento marginal (FUENTES et al., 2004; DUARTE & SILVA, 2007).

Quando ocorre uma pobre infiltração do monômero na camada rica em colágeno da dentina desmineralizada há a formação de espaços na camada híbrida, que expostos à água podem ser vulneráveis à degradação (ARIAS et al., 2005). Além disso, tem sido relatado que o colágeno exposto e posteriormente encapsulado por adesivos na camada híbrida é degradado por metaloproteinases endógenas. Este evento estaria relacionado à infiltração marginal e consequente perda de resistência de união (KIM et al., 2010).

Deste modo, a presença da rede de colágeno na dentina desmineralizada pode ser considerada uma barreira de difícil transposição aos adesivos e ser responsável pela dificuldade da técnica adesiva, quando se utiliza sistemas adesivos com condicionamento ácido total (TOLEDANO et al., 2000; YUI et al., 2009).

Prati, em 1995, diante desse questionamento, propôs a técnica da remoção da malha de colágeno, denominada técnica da desproteínezation, utilizando hipoclorito de sódio para esse fim. Esta técnica tem sido avaliada por vários pesquisadores (SABÓIA et al., 2000; DUARTE & SILVA, 2007; ERHARDT et al., 2008; SPAZZIN et al., 2008; NASSIF et al., 2009; SAURO et al., 2009) que relatam vantagens como: melhor penetração da resina, menor dificuldade da técnica e melhor selamento na interface dentina-resina.

A técnica da desproteínezation tem sido desenvolvida com solução de hipoclorito de sódio em diferentes tempos e concentrações. Esta substância é utilizada para a remoção das fibras colágenas após o

cross-sectional areas of  $1.0 \pm 0.1 \text{ mm}^2$  from each tooth. The specimens were submitted to the microtensile test in a Universal Testing Machine at a crosshead speed of 0.5 mm min until fracture. Failure modes were observed, and the bond strength means were analyzed by ANOVA. The means and standard deviations (MPa) were: G1 = 28.68 ( $\pm 12.52$ ); G2 = 25.80 ( $\pm 11.77$ ); G3 = 21.28 ( $\pm 9.22$ ). Results showed no significant differences in the bond strength among all groups. The prevalence of cohesive failure in resin composite was verified in G1 and G2; in the G3, the predominant mode of failure was the adhesive type. It was concluded that the dentin deproteinization using  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  showed bond strength comparable with conventional technique (G1) and with NaOCl deproteinization.

**Keywords:** calcium hypochlorite, dentine-bonding agents, microtensile, sodium hypochlorite

Address requests for reprints to Bruno Carlini-Júnior, Universidade de Passo Fundo, Campus I, Faculdade de Odontologia, □BR 285, Km 171, Bairro São José, Caixa Postal 611, 99052-900, Passo Fundo, Rio Grande do Sul, Brazil (Tel.: +55 54 3316 8402; Fax.: +55 54 3316 8403); e-mail address: [carlini\\_bruno@yahoo.com.br](mailto:carlini_bruno@yahoo.com.br)

### **Clinical Relevance**

The collagen degradation has been regarded as major causes of adhesive-dentin bond failures. Deproteinization before the bonding procedure might increase the durability of the adhesion.

### **Abstract**

The aim of this *in vitro* study was to evaluate the bond strength of a total-etching adhesive system to dentin pre-treated with 10% sodium hypochlorite (NaOCl) and 10% calcium hypochlorite Ca(OCl)<sub>2</sub> by microtensile testing. Forty five human third molars were sectioned 2 mm below the marginal ridge and then randomly divided into three groups after phosphoric acid etching: G1 (control), without irrigant solution; G2, NaOCl for 15 s; G3, Ca(OCl)<sub>2</sub> for 15 s. The specimens received the total-etching adhesive system (Prime & Bond 2.1), were restored with composite resin, and then sectioned to obtain two rectangular sticks with

condicionamento ácido da dentina por ser um agente proteolítico, não específico, capaz de remover matéria orgânica e ainda solubilizar as fibrilas que estão abaixo da matriz mineralizada (SANTOS et al., 2004).

O hipoclorito de sódio apresenta desvantagens como a formação de subprodutos indesejáveis, como exemplo ácidos graxos, criando película viscosa sobre a dentina, que é de difícil remoção. Além disso, esta substância requer tempo de aplicação entre 1 e 2 minutos para completar a remoção do colágeno e tem limite de concentração entre 10 e 12% (BONDAN et al., 2009).

Em determinadas situações, quando a desproteíntização não promove uma melhora significativa no selamento marginal, esta pode promover uma adesão mais estável, pois pode evitar que fibras colágenas não impregnadas sofram hidrólise (TORRES & SILVA, 2006).

Em 2009, Balbinott propôs a utilização do hipoclorito de cálcio como substância alternativa para desproteíntização da dentina de dentes bovinos, concluindo que esta substância resulta em maiores valores de resistência de união em comparação à desproteíntização com hipoclorito de sódio. No mesmo ano, Bondan avaliou a utilização desta substância com ou sem EDTA, verificando que não há necessidade de aplicar esta substância para remoção de resíduos de hipoclorito de cálcio.

Para se verificar a influência do tratamento da superfície da dentina com hipoclorito de cálcio, foi selecionado o ensaio de microtração, por trazer como variável resposta a resistência de união. Esta última é considerada um importante parâmetro para avaliação *in vitro* da capacidade de materiais e técnicas desenvolver interfaces adesivas confiáveis entre adesivo e dentina. Associada a dados mecânicos, é fundamental a análise do padrão de fratura das amostras.

As fraturas têm sido classificadas em falhas coesivas em dentina ou resina, adesivas e mistas. Esta análise demonstra o resultado final da fratura, descrevendo o material remanescente no local da fratura, porém não identifica a sua origem.

Um método para compreensão do comportamento mecânico dos materiais quando submetidos a tensões, além da compreensão do início e da propagação de falhas, é a análise fractográfica. Esta análise permite identificar a origem das falhas visualmente, por meio de estereomicroscópio e microscopia eletrônica de varredura. Caso seja possível correlacionar os achados fractográficos com os valores de tensão obtidos em laboratório, os resultados podem ser validados e melhor compreendidos (BORBA, 2010).

Diante do exposto, foi objetivo deste estudo avaliar a resistência de união por microtração entre resina e substrato dentinário humano desproteínezado com hipoclorito de cálcio, quando comparado com a técnica convencional (controle) e a técnica de desproteínezado com hipoclorito de sódio, além de avaliar a origem das falhas sob estereomicroscópio e microscopia eletrônica de varredura, adotando-se princípios de fractografia.

## **Influence of dentin deproteinization on bond strength of a total-etching adhesive**

### **Enviado à Operative Dentistry**

Marielle Azevedo Sehn da Costa, Michele De Conto Ferreira, Delton

Gobbi, Douglas Cecchin, Álvaro Della Bona, Bruno Carlini-Júnior

---

Marielle Azevedo Sehn da Costa e Michele De Conto Ferreira, DDS, MS student, Department of Restorative Dentistry, University of Passo Fundo, UPF, Passo Fundo, RS, Brazil.

Delton Gobbi, MS, professor, Department of Chemistry, University of Passo Fundo, UPF, Passo Fundo, RS, Brazil.

Douglas Cecchin, DDS, PhD, professor, Department of Restorative Dentistry, University of Passo Fundo, UPF, Passo Fundo, RS, Brazil.

Álvaro Della Bona, PhD, professor, Department of Restorative Dentistry, University of Passo Fundo, UPF, Passo Fundo, RS, Brazil.

Bruno Carlini-Júnior, PhD, professor, Department of Restorative Dentistry, University of Passo Fundo, UPF, Passo Fundo, RS, Brazil.

---

**APÊNDICE 3 – Valores de resistência de união em MPa das amostras de cada grupo, utilizadas para o ensaio de microtração e para a análise estatística.**

G1 - Ctrl	G2 - NaOCl	G3 - Ca(OCl) <sub>2</sub>
21,91	27,47	10,31
13,16	44,42	34,72
25,93	10,45	32,40
10,72	46,04	26,01
36,27	26,87	16,85
45,72	14,10	27,69
45,16	45,10	23,10
42,39	10,73	9,58
11,17	22,84	18,53
17,97	40,12	14,41
20,47	21,62	13,38
40,91	21,86	9,10
27,98	39,10	12,01
16,69	18,17	25,07
36,95	40,25	23,80
22,48	19,79	29,36
35,57	35,06	22,28
18,30	17,75	25,54
30,34	35,21	22,84
37,42	27,50	36,93
40,97	16,48	17,39
35,95	12,15	9,77
8,75	9,10	29,48
36,88	23,31	41,61
52,93	29,14	11,67

**2 REVISÃO DE LITERATURA**

Devido ao elevado potencial de desinfecção, os hipocloritos são conhecidos e empregados em grande escala. De acordo com Tully (1914), um importante agente oxidante e desinfetante para ser usado no tratamento de água é o hipoclorito de cálcio. Em solução aquosa possui a capacidade de formar diversas reações, como por exemplo:  $2\text{Ca}(\text{OCl})_2 = \text{Ca}(\text{OCl})_2 + \text{CaCl}_2$ ,  $\text{Ca}(\text{OCl})_2 + \text{H}_2\text{CO}_3$  (ácido carbônico da água) =  $\text{CaCO}_3$ (carbonato de cálcio) +  $2\text{HOCl}$  (ácido hipocloroso);  $2 \text{HOCl} +$  matéria orgânica =  $2\text{HCl} + \text{O}_2$  (oxigênio nascente); os cloretos tem origem através da reação do HCl com os carbonatos:  $2\text{HCl} + \text{CaCO}_3 = \text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$ . A destruição das bactérias ocorre devido ao oxigênio nascente que age como desinfetante e produz a oxidação. Alguns fatores influenciam na eficácia da solução de hipoclorito de cálcio como desinfetante, dentre eles estão: a quantidade de matéria orgânica presente, tempo de exposição e concentração de cloro disponível na solução.

Segundo Spanó (1999), as soluções de hipoclorito de sódio, em diferentes concentrações, são as mais usadas e mundialmente aceitas pelas suas propriedades de clarificação, dissolução de tecido orgânico, saponificação, transformação de aminas em cloraminas, desodorização e ação antimicrobiana.

Sano et al. (1994) avaliaram a hipótese nula de que a matriz colágena contribui pouco para a resistência à tração da dentina mineralizada. Concluíram que esta é responsável por 30% da resistência de união na interface dentina-resina.

Uno & Finger (1995) investigaram o efeito da dissolução do colágeno após o condicionamento ácido sobre os seguintes fatores: micromorfologia da interface de união, resistência de união e adaptação marginal de restaurações de resina em cavidades em dentina. Utilizaram-se nesse estudo solução de ácido fosfórico 20% (PAS), gel de ácido fosfórico 20% (PAG), NaOCl a 10%, os adesivos Gluma 3 Primer, Gluma 4 Sealer e resina Pekafill. Quinze molares humanos foram divididos em três grupos: G1 (controle - CTRL): PAG + Gluma 3 + Gluma 4 + Pekafill; G2: PAG + NaOCl 10% + Gluma 3; e G3: PAS + NaOCl + Gluma 3. Após 24 h de imersão em água, as amostras foram posicionadas em uma máquina de ensaios, à 1 mm/min de velocidade, para avaliar a resistência ao cisalhamento. Duas amostras foram usadas para investigar o modo de fratura resultante da força de cisalhamento em MEV. Os autores observaram que o tratamento com hipoclorito de sódio resultou em erosão dentinária irregular com muitas aberturas tubulares e formou *tags* de resina que preencheram as ramificações ao longo dos túbulos dentinários. Houve a presença de lacunas para os três grupos. Enquanto os grupos tratados com NaOCl (G2 e G3) não apresentaram diferença significativa, o grupo controle, na margem da restauração, foi significativamente melhor. Portanto, frente ao estresse de contração de polimerização das resinas fotopolimerizáveis agindo em paredes opostas de cavidade, uma zona com flexibilidade é altamente desejável. Nessas condições, a camada de resina impregnada é obviamente capaz de



Figura 33A – Máquina universal de ensaios



Figura 35A – Fratura da amostra

Figura 34A – Teste de microtração

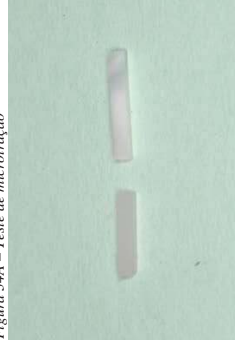


Figura 36A – Amostra fraturada





Figura 25A – Primeiro incremento de resina composta



Figura 27A – Início sequência de cortes



Figura 26A – Término restauração

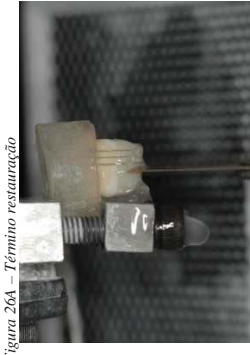


Figura 28A – Sequência de cortes

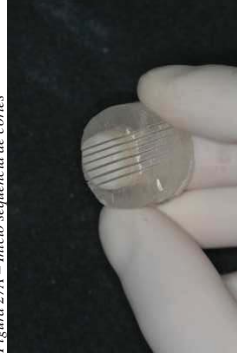


Figura 29A – Cortes no sentido médio-distal



Figura 30A – Colocação cera pesajosa



Figura 31A – Término da segunda sequência de cortes (sentido vestibulo lingual)

exercer esta função. Uma técnica adequada incremental deve ser usada como medida adicional de redução de estresse ao longo das paredes da cavidade. A técnica que se baseia na remoção da malha de colágeno não pode ser recomendada de acordo com os autores.

Barbin, em 1999, estudou in vitro a dissolução do tecido pulpar bovino, realizada através da solução de hipoclorito de sódio nas concentrações de 0,5% - 1,0% - 2,5% e 5,0% com e sem lauril dietilenoglicol éter sulfato de sódio, e analisou também o potencial hidrogeniônico, a tensão superficial, a condutividade iônica e o teor de cloro, antes e após a utilização dessas soluções. Observou que a velocidade de dissolução é diretamente proporcional à concentração da solução de hipoclorito de sódio. Já a redução do pH, entre o início e o final do processo de dissolução pulpar é inversamente proporcional à concentração da solução de hipoclorito de sódio. Também encontrou que a redução da condutividade iônica ocorre da mesma forma nas diferentes concentrações da solução. A variação da tensão superficial, entre o início e o final do processo de dissolução pulpar é diretamente proporcional à concentração da solução de hipoclorito de sódio. Concluiu ainda que os menores teores de cloro remanescente ocorreram com a solução de hipoclorito de sódio a 0,5%. Quanto à combinação com a substância tensoativa, concluiu que resulta em menores teores de cloro após a ação dos produtos.

Um novo mecanismo proposto para retenção micromecânica da resina foi inicialmente realizado por Prati et al. (1995). Caracteriza-se pela aplicação da solução de hipoclorito de sódio logo após a etapa do condicionamento ácido, atingindo uma adesão via formação da “camada híbrida reversa”. Nela o ácido fosfórico remove a lama dentinária e

expõe as fibras colágenas da matriz da dentina e, logo após, a aplicação do NaOCl não remove somente o colágeno exposto, mas também solubiliza as fibrilas localizadas abaixo da matriz mineralizada, criando pequenas canaletas que ficam preparadas para a infiltração da resina.

Perdigão et al. (2000) objetivaram avaliar os efeitos do NaOCl gel à 10% na resistência ao cisalhamento. Oitenta dentes bovinos tiveram suas raízes removidas e a superfície lingual desgastada e foram divididas aleatoriamente em quatro tratamentos: G1- condicionamento ácido (CA) + sistema adesivo Prime& Bond NT (PB); G2- CA + Agente desproteinizante NaOCl 10% (AD) por 15s + PB; G3- semelhante a G2, porém AD por 30s; G4- semelhante a G2, porém AD por 60s; G5- CA + Single Bond (SB); G6- CA + AD por 15s + SB; G7- semelhante a G6, porém AD por 30s; G8- semelhante a G6, porém AD por 60s. As restaurações foram realizadas com as resinas compostas Surefil e Z 100, de acordo com o fabricante do adesivo. As amostras foram termocicladas e a resistência ao cisalhamento foi medida em uma máquina universal de ensaios, à velocidade de 0,5 mm/min. Foi observada diminuição da resistência de união quando se utilizou NaOCl 10% gel para os adesivos Prime & Bond NT e Single Bond. Alguns mecanismos atuando individualmente ou simultaneamente podem influenciar nesta constatação: 1. dissolução parcial do colágeno intertubular: a integridade das fibras colágenas tem sido considerada essencial para obter uma união, confiável e duradoura, à dentina; 2. desestabilização da molécula de colágeno: o colágeno da dentina, após a desmineralização, sofre uma desestabilização e não uma desnaturação; 3. contração volumétrica da dentina tratada com NaOCl; 4. foram observadas mudanças na cristalinidade da apatita da dentina após tratamento com NaOCl: os



Figura 17A – Aplicação substância desproteinizante



Figura 18A – Lavagem com água



Figura 19A – Aplicação Prime & Bond 2.1



Figura 20A – Radímetro



Figura 21A – Fricção sentidos méio-distal e vestibulo-lingual



Figura 22A – Secagem com gaze esterilizada

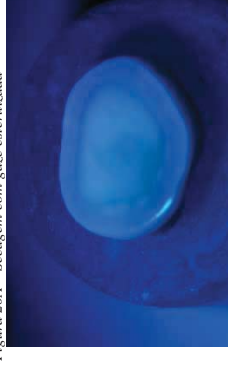


Figura 23A – Fotopolimerização do sistema adesivo



Figura 24A – Inserção resina composta



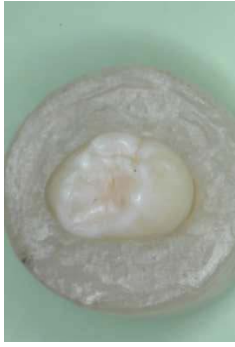


Figura 9A – Remoção do anel de PVC

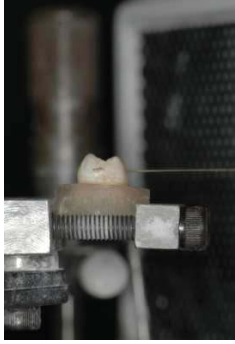


Figura 10A – Amostra posicionada na cortadora metalográfica



Figura 11A – Remoção porção oclusal



Figura 12A – Porção oclusal removida



Figura 13A – Secagem com jato de ar



Figura 14A - Aplicação ácido fosfórico 37%



Figura 15A – Lavagem com água



Figura 16A – Secagem com gaze esterilizada

cristais de apatita podem sofrer substituição de certos íons na rede cristalina. Esta recristalização pode ser responsável por alterações na tensão superficial do substrato, e pode comprometer a capacidade de ligação da superfície dentinária. O aumento no tempo de aplicação do NaOCl resultou numa progressiva diminuição na resistência de união ao cisalhamento para ambos os sistemas adesivos. Para SB , a aplicação do AD gel, durante 60 s, resultou em redução de 38% na resistência de união quando comparado ao grupo controle. Para o PB, a resistência de união diminuiu 31% em relação ao grupo controle. A aplicação de AD gel resultou em morfologia distinta para cada um dos adesivos testados.

Toledano et al. (2000) avaliaram a microinfiltração de restaurações de resina Classe V, quando o ácido fosfórico 36% foi utilizado na superfície dentinária, exclusivamente ou juntamente com o NaOCl 5%, durante 2 min. Dez molares humanos hígidos armazenados em solução salina durante um mês, a 4 ° C foram selecionados para este trabalho. Após os debridamento das superfícies com uma peça de mão, duas cavidades padronizadas foram realizadas nas superfícies vestibular e lingual de cada dente, na junção amelo-cementária (5 mm x 3 mm x 2 mm) com a margem gengival em dentina ou cimento e a oclusal em esmalte. Os dentes foram aleatoriamente divididos em 2 grupos: G1 – controle, técnica convencional; G2 - após realização do condicionamento ácido, foi aplicado NaOCl 5% por 2 min. Todos os dentes receberam sistema adesivo P&B 2.1 e foram restaurados com resina composta. Concluiu-se que ambos os procedimentos não resistiram completamente à microinfiltração nas margens da restauração. Esta infiltração pode ser atribuída à diferença do coeficiente de expansão térmica entre material restaurador e tecidos dentários. Os resultados deste estudo apoiam

descobertas anteriores, reafirmando que o colágeno, em zonas de dentina desmineralizada, não desempenha nenhum papel significativo por si só, em termos de selamento de interface, não contribuindo para a adesão dentinária, e podendo interferir com o mecanismo de união devido a fragilidade das estruturas das fibras colágenas após o condicionamento ácido. Ambos os grupos dessa investigação mostraram maior infiltração nas margens cervicais de restaurações classe V.

Toledano et al. (2002) verificaram que o condicionamento ácido em dentina superficial resultou em um valor estatisticamente maior para a resistência ao cisalhamento do que em dentina profunda. A remoção do colágeno não afetou a resistência ao cisalhamento na dentina superficial, enquanto os valores para a dentina profunda aumentaram. Os autores explicam em sua discussão que existem diferenças morfológicas entre a estrutura de dentina superficial e profunda que representam o comportamento clínico e mecânico destes tecidos: o número relativo de túbulos expostos, a área de dentina peritubular e a área ocupada pela dentina intertubular variam dramaticamente dependendo da profundidade da dentina.

Com a finalidade de confeccionar um gesso dental tipo V com adequada resistência à compressão e tensão e características desinfetantes para evitar a contaminação cruzada, Twomey et al (2003) avaliaram uma solução aquosa de hipoclorito de cálcio nas concentrações de 0 a 1,5% como aditivo desinfetante no gesso dental. As resistências de tensão e compressão do gesso modificado foram medidas em Mpa através de uma Máquina Universal de Testes. O efeito da adição do hipoclorito de cálcio  $\text{Ca(OCl)}_2$  ao gesso foi uma diminuição na resistência, exceto na concentração 0,5%, não havendo diferença

## APÊNDICE 2 – Ilustrações por fotografia digital das etapas laboratoriais para obtenção das amostras para ensaio de microtração



Figura 1A- Terceto molar higienizado



Figura 2A – Limpeza com curetas periodontais



Figura 3A – Profilaxia



Figura 4A – Inclinação do dente em cera utilidade, perpendicular ao plano horizontal



Figura 5A – Vista superior da inclusão em cera



Figura 6A – Anel de PVC fixado concentricamente à raíz



Figura 7A – Vista lateral da amostra



Figura 8A – Vista superior da inclusão no anel de PVC

**APÊNDICE 1 – Aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da  
Universidade de Passo Fundo**



**UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO  
VICE-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA**

**PARECER Nº 051/2011**

O Comitê de Ética em Pesquisa – UPF, em reunião no dia 19/01/11, analisou o protocolo de pesquisa **"Hipoclorito de cálcio como agente desproteinizante da dentina - resistência de união"**, CAAE nº 0317.0.398.000-11 de responsabilidade do pesquisador **Bruno Carlini Junior**.

O projeto tem como objetivo avaliar a resistência de união a microtração do substrato dentinário e resina, com o uso de diferentes soluções irrigadoras desproteinizantes. Além disto, será avaliada a qualidade da interface de união, após o uso da solução de hipoclorito de sódio e hipoclorito de cálcio a 8%, através do ensaio de resistência à microtração. O pesquisador fará um estudo *in vitro* com 45 terceiros molares humanos provenientes do Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia da UPF.

O protocolo foi instruído e apresentado de maneira completa e adequada. Os compromissos do pesquisador e das instituições envolvidas estavam presentes. O projeto foi considerado claro em seus aspectos éticos e metodológicos.

**Diante do exposto, este Comitê, de acordo com as atribuições definidas na Resolução CNS 196/96, manifesta-se pela aprovação do projeto de pesquisa na forma como foi proposto.**

O pesquisador deverá apresentar relatório a este CEP ao final do estudo.

**Situação: PROTOCOLO APROVADO**

Passo Fundo, 25 de janeiro de 2011.

significativa entre 1,5% e o grupo controle. Os autores concluíram que certas concentrações de desinfetante a 0,5% podem reduzir significativamente o número de microorganismos residuais nos modelos de gesso, sem alterar suas propriedades mecânicas de resistência a tensão e compressão.

Uceda-Gomez et al. (2003) estudaram a resistência de união à microtração de um sistema adesivo de frasco único na dentina superficial e profunda após desproteíntização. Dezoito molares humanos foram utilizados. Para 6 dentes (grupo da dentina superficial-SU), o desgaste foi realizado até atingir o esmalte oclusal. Para os outros 6 dentes (dentina profunda via oclusal-DO), a dentina superficial foi removida até atingir a dentina profunda sem penetrar nos cornos pulpares. Os demais 6 dentes remanescentes (grupo da dentina profunda via apical-DA) tiveram suas raízes seccionadas paralelas a superfície oclusal, no centro dos cornos pulpares. Esta superfície foi lixada até a completa eliminação do remanescente pulpar. As amostras dos três grupos foram divididas da seguinte forma: metade de cada grupo (n=3) foi restaurada usando sistema adesivo One-Step, enquanto a outra metade foi condicionada com ácido fósfórico, lavadas e então submetidas ao tratamento com NaOCl solução à 10%. A restauração com resina composta Z 100 foi realizada em camadas de 2 mm sobre a superfície de dentina. Cada camada foi fotopolimerizada durante 40s e com intensidade de 600 mW/cm<sup>2</sup>. As amostras foram armazenadas a 37° C, durante 24 h e após, seccionadas perpendicularmente à interface adesiva, obtendo-se palitos com uma área transversal de aproximadamente 0,8 mm<sup>2</sup>. E então, fixadas com cianocrilato numa máquina universal de testes para realizar o teste de resistência de união à microtração com velocidade de 0,6

mm/min. O tipo de fratura foi analisado num estereomicroscópio e classificado conforme o seguinte critério: fraturas adesivas, coesivas e mistas. A interação dos fatores não foi significativa. Nos resultados observou-se que os valores médios de resistência de união em dentina superficial foram estatisticamente superiores à dentina profunda, embora não foi observada diferença estatisticamente significativa entre as duas vias de acesso à dentina profunda. Isto também foi observado nas amostras preparadas pelo método convencional que apresentaram valor significativamente maior do que as amostras submetidas ao tratamento com hipoclorito de sódio. Vários fatores podem ser responsáveis pela diminuição da força de união observada para os grupos nos quais as superfícies de dentina desmineralizadas foram ainda desproteinizadas antes da aplicação do adesivo. Especula-se que a dissolução parcial das fibrilas de colágeno e/ou desestabilização das moléculas que compõem a estrutura da dentina ocorrem durante a desproteínezização, um fator que possa comprometer a formação de uma interface de ligação resistente. O uso do hipoclorito de sódio ainda é controverso, especialmente pelos resultados da resistência de união serem dependentes do sistema adesivo utilizado. Perdighão et al. (2000) relatam que o oxigênio liberado do hipoclorito de sódio é outro fator que pode justificar a diminuição do valor da resistência de união, pois pode inibir a polimerização do sistema adesivo e ainda comprometer o desempenho mecânico da interface adesiva. O presente estudo também constatou que o substrato possui papel importante na adesão dos sistemas adesivos atuais. Apesar do tratamento de superfície empregados, valores mais baixos de resistência de união foram obtidos em dentina profunda, provavelmente devido à menor quantidade de dentina intertubular neste substrato.

## APÊNDICES

UCEDA-GOMEZ, N.; LOGUERCIO, A. D.; MOURA, S. K.; GRANDE, R. H. M.; ODA, M.; REIS, A. Long-term Bond strength of adhesive system applied to etched and deproteinized dentin. *J Appl Oral Sci*, v. 15, n. 6, p. 475-479, 2007.

UCEDA-GOMEZ, N.; REIS, A.; CARRILHO, M. R. O.; LOGUERCIO, A. D.; RODRIGUES FILHO, L. E. Effect of sodium hypochlorite on the bond strength of na adhesive system to superficial and deep dentin. *J Appl Oral Sci*, v. 11, n. 3, 223-228, 2003.

UNO, S.; FINGER, W. J. Function of the hybrid zone as a stress-absorbing layer in resin-dentin bonding. *Quintessence Int*, v. 26, n. 10, p. 733-738, 1995.

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*, v. 33, n. 8, p. 689-695, 2005.

YAMAZAKI, P. C. N. V.; BEDRAN-RUSSO, A. K. B.; PEREIRA, P. N. R. The effect of load cycling on nanoleakage of deproteinized resin/dentin interfaces as a function of time. *Dent Mater*, v. 24, n. 7, p. 867-873, 2008.

YUI, K. C. K.; CARA ARAÚJO, F. B.; RIBEIRO, C. F.; GONÇALVES, S. E. P.; TORRES, C. R. G. Efeito do tratamento dentinário com hipoclorito de sódio pós condicionamento ácido na resistência de adesiva de restaurações em resina composta. *Revista Odonto*, v. 17, n. 34, p. 13-17, 2009.

Testar a hipótese de que a exsudação da água pode ser detectada por impressões de espécimes armazenados em água, e que o pré-tratamento da dentina pode afetar esse fenômeno, foi alvo de Chersoni et al. (2004). Os autores demonstraram haver formação de gotículas ao longo da camada híbrida/adesivo após a imersão das amostras em água. As gotículas foram observadas somente nas amostras da réplica, e não na amostra original que foi desidratada para observação em MEV. Os autores acreditam que as gotículas foram formadas pela água que fluiu para fora da região adesivo/camada híbrida durante a presa do material de impressão. Entretanto, nenhuma gotícula foi observada nas réplicas obtidas antes da imersão em água das amostras de dentina/resina e que nenhuma gotícula foi observada nas amostras submetidas a desproteíntização com NaOCl, ao contrários do controle (técnica convencional). Essas descobertas sugerem que as gotículas são causadas pela água que foi absorvida pela interface adesivo/camada híbrida durante o armazenamento na água, um processo que deve ser dependente do tempo. O movimento da água dentro da camada híbrida pode ser explicado pelo comportamento hidrogel da resina adesiva e afirmam que camada híbrida parece se comportar de uma forma esponjosa, absorvendo e liberando água. A formação de gotículas de água pode depender da composição química da camada híbrida, uma vez que a remoção das fibras de colágeno pela solução de NaOCl foi eficaz para impedir a formação dessas gotículas.

Fuentes et al. (2004) estudaram os efeitos da desmineralização pelo tratamento com EDTA e desproteíntização com NaOCl sobre a resistência à tração e teste de dureza Knoop em dentina. Demonstraram que a dentina desmineralizada com EDTA ou desproteíntizada com



NaOCl causaram diminuição significativas na resistência de união resina/dentina e nos valores de dureza Knoop, em relação à dentina sem tratamento. Infiltração de resina em substratos tratados com Single Bond não foi capaz de restaurar a resistência de união e a dureza da dentina.

O objetivo do estudo de Ozturk et al. (2004) foi avaliar a resistência de união de quatro sistemas adesivos na parede lateral da câmara pulpar e testar o efeito do NaOCl 5% no pré-tratamento da união dentina-resina. Quarenta terceiros molares inferiores hígidos com rizogênese completa tiveram seus cornos pulpares removidos e o tecido pulpar removido. Todos os dentes receberam condicionamento ácido e foram lavados com água e, destes, vinte adicionalmente irrigados com NaOCl 5%. As amostras de cada tipo de tratamento foram divididas em quatro grupos de cinco elementos. O sistema adesivo foi aplicado nas paredes da câmara pulpar conforme instruções do fabricante. As resinas utilizadas para restauração foram: Filtek Z-250, TPH, Clearfil AP-X, Hytac. Ao término das restaurações, estas foram armazenadas em água à 37°C durante 24h. As raízes foram removidas das coroas com um disco diamantado. Três palitos retangulares foram obtidos a partir da parede mesial da câmara pulpar dos dentes restaurados. Um total de 120 palitos foram obtidos e colocados numa máquina de ensaios, a velocidade de 1mm/min. As fraturas foram analisadas em microscópio óptico e classificadas em três tipos: falha adesiva entre dentina e resina, falha coesiva na dentina ou resina e falha mista. A análise estatística mostrou diferenças significativas entre todos os grupos. O NaOCl reduziu significativamente a resistência de união para os grupos Clearfil SE Bond (CSEB), Prompt L-Pop (PLP), e Scotchbond Multi-Purpose Plus

SILVA, E. M.; DUARTE, P. B. P. G.; POSKUS, L. T.; BARCELLOS, A. A. L.; GUIMARÃES, J. G. A. Nanoleakage and microshear bond strength in deproteinized human dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, v. 81, n. 2, p. 336-342, 2006.

SILVA, G. O.; BARCELLOS, D. C.; PUCCI, C. R.; BORGES, A. B.; TORRES, C. R. G. Longitudinal Bond strength evaluation using the deproteinized dentin technique. *Gent Dent*, v. 57, n. 4, p. 328-333, 2009.

SPANÓ, J. C. E. *Estudo "in vitro" das propriedades físico-químicas das soluções de hipoclorito de sódio, em diferentes concentrações, antes e após a dissolução do tecido pulpar bovino*. 1999. 96 p. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 1999. Disponível em: <<http://www.forp.usp.br/restauradora/Teses/Spino/spanomest.html>> Acesso em 10 nov. 2011.

SPAZZIN, A. O.; GALAFASSI, D.; CECCHIN, D.; LAZZARETTI, D. N.; GONÇALVES, L. S.; CARLINI JÚNIOR, B. Influência da desproteíntização e da umidade sobre o substrato dentinário na microinfiltração em restaurações de resina composta. *RFO*, v. 12, n. 2, p. 46-51, 2007.

TOLEDANO, M.; PERDIGÃO, J.; OSORIO, R.; OSORIO, E. Effect of dentin deproteinization on microleakage of Class V composite restorations. *Oper dent*, v. 25, n. 6, p. 497-504, 2000.

TOLEDANO, M.; PERDIGÃO, J.; OSORIO, E.; OSORIO, R. Influence of NaOCl deproteinization on shear bond strength in function of dentin depth. *Am J Dent*, v. 15, n. 4, p. 252-255, 2002.

TORRES, C. R. G.; SILVA, A. P. Influência do uso de um primer na microinfiltração em dentina desproteíntizada. *Revista de odontologia da UNESP*, v. 35, n. 1, p.7-13, 2006.

TWOMEY, J. O.; ABDELAZIZ, K. M.; COMBE, E. C.; ANDERSON, D. L. Calcium hypochlorite as a disinfecting additive for dental stone. *J Prosthet Dent*, v. 90, n. 3, p. 282-288, 2003.

(SMPP), porém, não reduziu significativamente para o adesivo Prime & Bond NT (PBNT).

Santos et al. (2004) investigaram a resistência de união ao cisalhamento de dois sistemas adesivos dentinários após a remoção da camada de colágeno. Quarenta incisivos bovinos tiveram suas superfícies regularizadas com lixas d'água até expor a camada de dentina. As amostras foram divididas em 4 grupos. G1 e G2: condicionamento com ácido fosfórico 35% (CA) + sistema adesivo (SA) Prime & Bond 2.1 (PB). G3 e G4: CA + SA Gluma One Bond (GOB). Os grupos G2 e G4 receberam NaOCl 10%, durante 1 min após CA. Realizou-se restauração com resina composta Z 100 e o teste de cisalhamento foi executado a velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados mostram que o NaOCl não promoveu diferença estatística para PB, porém para o GOB a aplicação aumentou os valores de resistência de união à dentina.

Para determinar a resistência de união por microtração de sistemas adesivos com condicionamento ácido total da dentina da câmara pulpar, tratada com NaOCl e ascorbato de sódio 10%, Vongphan et al. (2005) utilizaram trinta terceiros molares humanos, seccionados horizontalmente até expor a câmara pulpar e divididos em cinco grupos: G1 – água 10 min; G2 – NaOCl 5,25% 10 min; G3 – NaOCl + água; G4 – NaOCl + ascorbato de sódio 10%, G5 – NaOCl + ascorbato de sódio + água. Os espécimes foram restaurados (Condicionamento ácido + Sistema adesivo Single Bond + Z 250) e seccionados verticalmente em duas placas de 0,8 mm de espessura e desgastados em forma de ampulheta, que foram fixadas em um dispositivo com cianocrilato para o teste de microtração a 1 mm/min (Anova 5%). O padrão de fratura e a

NASSIF, M. S.; EL-KORASHY, D. I. Phosphoric acid/ sodium hypochlorite mixture as dentin conditioner: a new approach. *J Adhes Dentin*, v. 11, n. 6, p. 455-460, 2009.

OZTURK, B.; ÖZER, F. Effect of NaOCl on bond strengths of bonding agents to pulp chamber lateral walls. *J Endod*, v. 30, n. 5 p. 362-365, May, 2004.

PERDIGÃO, J.; LOPES, M.; GERALDELI, S.; LOPES, G. C.; GARCÍA-GODOY, F. Effect of a sodium hypochlorite gel on dentin bonding. *Dent Mater*, v. 16, n. 5, p. 311-323, 2000.

PRATI, C.; CHERSONI, S.; PASHLEY, D. H. Effect of removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding. *Dent Mater*, v. 15, n. 5, p. 323- 331, 1999.

SABOIA, V. P. A.; NATO, F.; MAZZON, A.; ORSINI, G.; PUTIGNANO, A.; GIANNINI, M.; BRESCHI, L. Adhesion of a two-step etch-and-rinse adhesive on collagen depleted dentin. *J Adhes Dentin*, v. 10, n. 6, p. 419-422, 2008.

SANO, H.; CIUCCHI, B.; MATTHEWS, W. G.; PASHLEY, D. H. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res*, v. 73, n. 6, p. 1205-1211, 1994.

SATO, H.; MIYAZAKI, M.; MOORE, B. K. Influence of NaOCl treatment of etched and dried dentin surface on bond strength and resin infiltration. *Oper Dent*, v. 30, n. 3, p. 353-358, 2005.

SAURO, S.; MANNOCCI, F.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H.; COOK, R.; CARPENTER, G. H.; WATSON, T. F. Deproteinization effects of NaOCl on acid-etched dentin in clinically-relevant vs prolonged periods of application. A confocal and environmental scanning electron microscopy study. *Oper Dent*, v. 34, n. 2, p. 166-173, 2009a.

SAURO, S.; MANNOCCI, F.; TOLEDANO, M.; OSÓRIO, R.; PASHLEY, D. H.; WATSON, T. F. EDTA or H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>/NaOCl dentine treatments may increase hybrid layer's resistance to degradation: A microtensile bond strength and confocal- micropermeability study. *J Dent*, v. 37, n. 4, p. 279 - 288, 2009b.

observação morfológica foram avaliados em MEV. O uso do ascorbato de sódio a 10% após o NaOCl aumentou significativamente a resistência adesiva. Explicam que o ácido ascórbico e seu sal de sódio são potentes antioxidantes, isso porque o ascorbato de sódio tem potencial para alterar os agentes oxidantes através de reação redox no substrato tratado.

Sato et al. (2005) avaliaram o efeito do NaOCl sobre a resistência de união à dentina e o grau de penetração do monômero de resina, usando o microscópio a laser. Utilizaram o sistema adesivo Single Bond. Incisivos inferiores tiveram suas raízes e polpas removidas. Foram condicionados e submetidos ao NaOCl nos tempos: 0, 30 e 120 segundos. O ensaio foi conduzido a velocidade de 1 mm/min e o modo de fratura observado em microscópio óptico. Três espécimes adicionais por grupo foram preparados e analisados em microscópio a Laser. A espessura da dentina desmineralizada foi menor com o aumento do tempo de aplicação do NaOCl. A resistência de união diminuiu frente ao tratamento com NaOCl, quando comparado com dentina condicionada e seca. O tratamento do colágeno com NaOCl resultou em penetração mais profunda da resina adesiva apesar da diminuição da resistência de união. Estudos morfológicos sugerem que a remoção do colágeno exposto permite melhor penetração do monômero da resina nos túbulos dentinários. Presume-se que a camada de dentina infiltrada por resina tem menor módulo de elasticidade do que a resina, assim, agindo como uma camada elástica que irá minimizar a tensão de contração durante a polimerização da resina. A ausência dessa camada poderia resultar em elevado estresse na interface de união entre dentina desproteïnizada e resina.

CORRER, G. M.; ALONSO, R. C. B.; GRANDO, M. F.; BORGES, A. F. S.; PUPPIN-RONTANI, R. M. Effect of sodium hypochlorite on primary dentin - A scanning electron microscopy (SEM) evaluation. *J Dent*, v. 34, n. 7, p. 454-459, 2006.

DE MUNK, J.; ERMIS, R. B.; KOSHIRO, K.; INOVE, S.; IKEDA, T.; SANO, H.; VAN LANDUYT, K. L.; VAN MEERBEEK, B. NaOCl degradation of a HEMA-free all-in-one adhesive bonded to enamel and dentin following two air-blowing techniques. *J Dent*, v. 35, n. 1, p. 74-83, 2007.

DUARTE, P. B. P. G.; SILVA, E. M. Nanoleakage phenomenon on desproteïnized human dentin. *J Appl oral sci*, v. 15, n. 4, p. 285-291, 2007.

ERHARDT, M. C.; OSORIO, E.; AGUILERA, F. S.; PROENÇA, J. P.; OSORIO, R.; TOLEDANO, M. Influence of dentin acid-etching and NaOCl - treatment on Bond strengths of self-etching adhesives. *Am J Dent*, v. 21, n. 1, p. 44-48, 2008.

FUENTES, V.; CEBALLOS, L.; OSORIO, R.; TOLEDANO, M.; CARVALHO, R. M.; PASHLEY, D. H. Tensile strength and microhardness of treated human dentin. *Dent Mater*, v. 20, n. 6, p. 522-529, 2004.

KIM, J.; UCHIYAMAB, T.; CARRILHOC, M.; AGEED, A. K.; MAZZONIE, A.; BRESCHIF, L.; CARVALHO, R. M.; TJÄDERHANEH, L.; LOONEY, S.; WIMMER, C.; TEZVERGIL-MUTLUAYI, A.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Chlorhexidine binding to mineralized versus demineralized dentin powder. *Dent Mater*, v. 26, n. 8, p. 771-778, 2010.

KUNAWATORE, S.; NAKAJIMA, M.; SHIDA, K.; KITASAKO, Y.; FOXTON, R. M.; TAGAMI, J. Effect of dentin pretreatment with mild acidic HOCl solution on microtensile bond strength and surface pH. *J Dent*, v. 38, n. 3, p. 261-268, 2010.

MONTICELLI, F.; TOLEDANO, M.; SILVA, A. S.; OSÓRIO, E.; OSÓRIO, R. Sealing effectiveness of etch-and-rise VS self-etching adhesives after water aging: influence of acid etching and NaOCl dentin pretreatment. *J Adhes Dent*, v. 10, n. 3, p. 183-188, 2008.



BONDAN, C. F. *Influência do EDTA sobre a resistência à união entre resina e dentina após a remoção do colágeno com hipoclorito de cálcio*. 2009. Monografia (Especialização em Dentística) – Faculdade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2009.

BORBA, M. *Comportamento mecânico de cerâmicas utilizadas na confecção de próteses parciais fixas*. 2010, 170p. Dissertação (Doutorado em Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010. Disponível em: <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/23/23140> Acesso em: 20 jan. 2012.

BRAZ, R.; CAMPOS, G. B.; MARTINS, M. S.; RIBEIRO, A. I. A. M.; GUÊNES, G. M. T.; DANTAS, D. C. R. E.; CAVALCANTI, A. L. Influência da remoção de colágeno sobre a resistência de união de adesivos autocondicionantes. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr*, v. 9, n. 1, p. 49-54, 2009.

CAMARGO, M. A.; SILVEIRA, B. L.; DELFINO, C. S.; ZARONI, W. C. S.; MATOS, A. B. Ensaio de microtração: uma revisão crítica da literatura. *Rev Inst Ciênc Saúde*, v. 25, n. 3, p. 313-318, 2007.

CAMPOS, E. A.; CORRER, G. M.; LEONARDI, D. P.; PIZZATO, E.; MORAIS, E. C. Influence of chlorhexidine concentration on microtensile bond strength of contemporary adhesive systems. *Braz Oral Res*, v. 23, n. 3, p. 340-345, 2009.

CECCHIN, D.; FARINA, A. P.; GALAFASSI, D.; BARBIZAM, J. V.; CORONA, S. A.; CARLINI-JUNIOR, B. Influence of sodium hypochlorite and edta on the microtensile bond strength of a self-etching adhesive system. *J Appl Oral Sci*, v. 18, n. 4, p. 385-389, 2010.

CHERSONI, S.; SUPPA, P.; BRESCHI, L.; FERRARI, M.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H.; PRATI, C. Water movements in the hybrid layer after different dentin treatments. *Dent Mater*, v. 20, n. 9, p. 796-803, 2004.

CORNIATI, F. A.; RODRIGUES, J. R.; TORRES, C. R. G. Influência do tipo de sistema adesivo na resistência de união à dentina desproteínizada. *Revista de odontologia da UNESP*, v. 35, n. 3, p.113-118, 2006.

Arias et al. (2005) investigaram o efeito de dois sistemas de veiculação do hipoclorito de sódio (solução e gel) na resistência de união de quatro sistemas adesivos, um a base de H<sub>2</sub>O e etanol e três a base de acetona, utilizaram cento e oitenta incisivos bovinos que foram seccionados na face coronária e vestibular; lixados para expor a dentina e polidos. Os espécimes foram divididos em doze grupos, todos condicionados com ácido fosfórico a 36% por 20 s e após: G1: Gluma One Bond (GOB); G2: NaOCl gel + GOB; G3: NaOCl solução + GOB; G4: P&B 2.1 (PB); G5: NaOCl gel + PB; G6: NaOCl sol + PB; G7: PB NT (NT); G8: NaOCl gel + NT; G9: NaOCl solução + NT; G10: Single Bond (SB); G11: NaOCl gel + SB; G12: NaOCl sol + SB. Os espécimes foram restaurados com resina Z 100. G8 teve o maior valor de resistência de união com diferença estatística apenas para o G1. Com o gel de NaOCl à 10% algumas fibrilas colágenas da superfície de dentina permitem a formação de áreas de camada híbrida gerando valores intermediários de resistência de união. A relação de sistemas adesivos a base de acetona, e o aumento da resistência adesiva na dentina desmineralizada e desproteínizada são controversos e baseados no sistema adesivo usado. A desproteínização da dentina condicionada tem sido avaliada como alternativa à técnica adesiva convencional.

Corniati et al. (2006) tiveram como objetivo avaliar a interação entre os sistemas adesivos convencionais e os autocondicionantes com a dentina desproteínizada por meio da mensuração da resistência adesiva. Foram selecionados 60 incisivos bovinos, seccionados no terço médio da coroa com disco de carborundum. O tecido pulpar foi removido pelo acesso coronário. Os espécimes foram embutidos em resina acrílica, sendo posicionados com a face vestibular para cima e paralela ao plano

horizontal. O esmalte vestibular foi removido expondo dentina. As amostras foram divididas em quatro grupos de acordo com o tratamento de superfície e o sistema adesivo aplicado: Grupo OU - adesivo autocondicionante One-Up Bond F; Grupo PB - aplicação do sistema adesivo Prime & Bond NT; Grupo DOU - NaOCl 10% + One-Up. Grupo DPB – semelhante ao grupo DOU, porém adesivo Prime & Bond NT. Os espécimes foram identificados, imersos em água destilada e armazenados em estufa a 37 °C por 24 horas. Em seguida, foram submetidos ao teste mecânico, para avaliação da resistência ao cisalhamento, a velocidade de 1,0 mm/min. Os grupos PB, DOU e OU não apresentaram diferenças significativas entre si.

A avaliação da micromorfologia da dentina frente à aplicação da solução de hipoclorito de sódio, em dentes decíduos, em diferentes concentrações e tempos de aplicação, foi objetivo do estudo de Correr et al, em 2006. Quarenta dentes decíduos anteriores tiveram a superfície dentinária exposta na face vestibular. As amostras foram aleatoriamente divididas em oito grupos de cinco dentes, de acordo com o tratamento do substrato (aplicação de NaOCl a 5% ou 10% e tempos de aplicação de 0, 30, 60 e 120 s). Três imagens foram obtidas de cada amostra, quinze por grupo. Cada fotomicrografia foi analisada por um único examinador, duas vezes, com um intervalo de uma semana. As fotomicrografias foram classificadas de acordo com a presença ou ausência de *smear layer* e características da rede de fibras colágenas: 0 – presença de *smear layer*; 1 – ausência de *smear layer* e sem alteração nas fibras colágenas; 2 – ausência de *smear layer* e leve alteração das fibras colágenas; 3 – ausência de *smear layer* e severa alteração na rede de fibras colágenas; 4 – ausência de *smear layer* e completa remoção da rede de fibras

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALBALADEJO, A.; OSORIO, R.; TOLEDANO, M.; FERRARI, M. Hybrid layers of etch-and-rinse versus self-etching adhesive systems. *Med Oral Patol Oral CirBucal*, v. 15, n. 1, p. e112-118, 2010.
- ARIAS, V. G.; BEDRAN-DE-CASTRO, A. K. B.; PIMENTA, L. A. Effects of sodium hypochlorite gel and sodium hypochlorite solution on dentin bond strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, v. 72, n. 2, p. 339-344, 2005.
- BALBINOTT, M. M. *Resistência à união entre resina e dentina desproteïnizada com substâncias oxidantes*. 2009. Monografia (Especialização em Dentística) – Faculdade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2009.
- BARBIN, E. L. *Estudo “in vitro” do efeito da adição do lauril dietilenoglicol éter sulfato de sódio nas soluções de hipoclorito de sódio sobre suas propriedades físico-químicas anteriores e posteriores à dissolução do tecido pulpar bovino*. 1999. 108 f. Dissertação (Mestrado em Odontologia)– Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999. Disponível em: < [http://www.forp.usp.br/restauradora/Teses/barbin/mestrado\\_barbin.html](http://www.forp.usp.br/restauradora/Teses/barbin/mestrado_barbin.html). > Acesso em: 07 nov. 2011.
- BASEGGIO, N.; CONSOLMAGNO, E. C.; CARVALHO, F. L. N.; UEDA, J. K.; SCHMITT, V. L.; FORMIGHIERI, L. A.; NAUFEK, F. S. Effect of desproteinization and tubular occlusion on microtensile Bond strength and marginal microleakage of resin composite restorations. *J Appl Oral Sci*, v. 17, n. 5, p. 462-466, 2008.

colágenas. Todos os grupos tratados com NaOCl foram significativamente diferentes dos grupos onde o colágeno foi mantido. O colágeno foi completamente removido somente quando o NaOCl 5% foi aplicado durante 120 s e o NaOCl 10% durante 30, 60 e 120 s. A dissolução das fibras colágenas pela solução de NaOCl promoveu um aumento na dureza, módulo de elasticidade, molhabilidade e permeabilidade da dentina. Essas alterações poderiam facilitar a penetração da resina adesiva no substrato. No entanto, a remoção completa das fibras de colágeno expostas devem ser alcançados, a fim de obter estas características vantajosas. O restante das fibras de colágeno alteradas podem levar a efeitos inesperados e/ou deletérios sobre a interação entre resina adesiva e substrato dentinário. Verificou-se significativos efeitos na micromorfologia de dentes deciduos com a aplicação da solução de hipoclorito de sódio após a desmineralização dentinária. O diâmetro tubular do substrato desproteínezado aumentou e apresentou a configuração de funil. Essas alterações são dependentes da concentração e tempo de aplicação do hipoclorito de sódio. Uma alta concentração da solução de NaOCl requer um menor tempo de aplicação e vice-versa. A desproteínezado produziu um padrão ultramorfológico complexo de dentina que poderia ser considerado uma transição entre o condicionamento ácido e a dentina intacta. O NaOCl é muito instável, especialmente em forma de gel. A desproteínezado depende da concentração do cloro ativo e do tempo de aplicação.

Silva et al. (2006) avaliaram os efeitos da desproteínezado da dentina com NaOCl a 10% sobre a resistência de união ao microisalhamento e padrões de nanoinfiltração de três sistemas de união hidrofílicos, além de análise em MEV. Os sistemas de união

utilizados neste estudo foram: Prime e Bond NT (PB), Clearfil SE Bond (SE) e Scotchbond MP Plus (SBMP). Concluíram que para o PB a  $\mu$ SBS foi significativamente maior que os demais adesivos e que não apresentou deposição de prata quando o NaOCl 10% foi aplicado na superfície dentinária. A presença de acetona nesse agente de união poderia contribuir para esse resultado. A alta difusão desse solvente orgânico juntamente com a alta capacidade de deslocar a água, poderia resultar num melhor contato do PB com a dentina desproteïnizada. Nesse estudo, o PB foi o único agente de união que não tinha HEMA na sua composição. Também pode ser considerado que o PB possui Penta na sua composição, monômero capaz de estabilizar alguns tipos de interação com os íons cálcio.

Torres & Silva (2006) testaram a hipótese nula de que o primer não teria influência na microinfiltração marginal quando aplicado sobre a dentina desproteïnizada. Utilizaram 60 dentes bovinos divididos em dois grupos: Grupo C – técnica convencional; Grupo H – hipoclorito de sódio 10% por 1 min. Cada grupo foi subdividido em três grupos de dez amostras. No subgrupo PA utilizou-se adesivo Scotchbond Multipurpose Plus (SBMP), servindo como CONTROLE. No subgrupo A apenas o adesivo do SBMP e no subgrupo MB, adesivo Magic Bond. Realizou-se ciclagem térmica dos espécimes (500 ciclos de 5° C à 55° C) e imersão em nitrato de prata 50%. Nos resultados observou-se que houveram diferenças estatísticas apenas para o fator tipo de adesivo: Magic Bond apresentou os melhores valores com diferença estatística para SBMP. Dessa forma, pode-se concluir que o uso do primer sobre o substrato dentinário desproteïnizado melhorou o selamento marginal e que a

## 7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo, considerando os tempos de aplicação e concentrações utilizados para as substâncias desproteïnizantes, foi possível concluir que:

- Não houve diferença nos valores de resistência à união entre as substâncias hipoclorito de sódio e hipoclorito de cálcio quando utilizadas como desproteïnizantes da dentina, nem destas em relação à técnica de hibridização convencional, confirmando a hipótese nula deste estudo;
- Quando aplicado o princípio da fractografia em MEV, foi possível identificar a origem das falhas, sendo para hipoclorito de cálcio 100% do tipo adesiva e para hipoclorito de sódio e técnica convencional 60 % do tipo coesiva;
- Hipoclorito de cálcio a 10% pode ser utilizado para o protocolo de desproteïnização da dentina previamente à aplicação do sistema adesivo.

orgânico, quer necrótico ou não (SPANÓ, 1999). Neste estudo empregou-se o veículo solução pela sua melhor estabilidade (ARIAS et al., 2005; CORRER et al., 2006). Perdígão et al. (2000) observaram que o uso do hipoclorito de sódio gel, em diferentes tempos de aplicação, diminuiu a resistência de união.

A tentativa de tornar esta técnica uma realidade clínica é desafiadora, porém, não deve ser ignorada. A análise dos resultados apresentados nesta pesquisa, somada a diversidade de informações conflitantes na literatura, evidencia a necessidade de novas pesquisas utilizando a técnica da desproteimização em dentes humanos, com a finalidade de complementar os trabalhos realizados e com o intuito de aperfeiçoar os protocolos de adesão.

desproteimização não influenciou nos valores de microinfiltração marginal.

De Munk et al. (2007) estudaram o efeito da forte insuflação de ar na resistência de união do adesivo autocondicionante livre de HEMA, frasco único, em esmalte e cavidades classe I em dentina, após tratamento com NaOCl 10%. Adesivo foi aplicado sobre dentina humana sob insuflação de ar com uma pressão de 1,0 bar. O padrão de fratura foi analisado em um estereomicroscópio. O NaOCl dissolveu preferencialmente a camada de colágeno da dentina, principalmente para a técnica de forte insuflação de ar. Essa técnica pode resultar numa camada híbrida mais resistente, de modo que se pode concluir que o adesivo sob forte insuflação de ar melhora a remoção do solvente (água-acetona). Menos solvente significa mais resina e uma melhor taxa de polimerização, uma camada híbrida mais forte e impermeável. A reduzida quantidade de gotículas fortifica a camada híbrida, e isto deverá explicar o aumento no valor da resistência de união á microtração após exposição ao NaOCl e insuflação de ar.

Com a finalidade de avaliar a influência do NaOCl 10% no fenômeno da nanoinfiltração, Duarte & Silva (2007) utilizaram doze molares humanos e realizaram cavidades classe V com margem cervical em dentina (2 mm x 2mm x 2 mm), nas faces vestibular e lingual, e dividiram em dois grupos: G1: condicionamento ácido, G2: condicionamento ácido + NaOCl 10%, (gel). Aplicou-se o sistema adesivo conforme instruções do fabricante Clearfil SE Bond(SE), Prime Bond NT(PB) e Scotchbond Multi Purpose (SBMP). Após foram imersas em nitrato de prata, durante 24h, e expostas à luz fluorescente por 8h. As amostras foram observadas em MEV. A influência do NaOCl



foi dependente da formulação do sistema adesivo utilizado e da interação com o substrato. O sistema adesivo a base de acetona foi o único que mostrou resultados benéficos quando usado em associação com o agente desproteinizante. A presença de acetona como solvente orgânico pode contribuir para o comportamento do PB.

Camargo et al. (2007) defendem o ensaio de microtração para avaliação da resistência de união resina e dentina. Concluíram em seus estudos que existe uma relação inversa entre a área de adesão e a resistência adesiva. Pode-se dizer que quanto maiores os valores de resistência adesiva, menores serão as áreas de adesão. Além disso, afirmam que a dimensão reduzida dos espécimes facilita a análise das fraturas em microscopia eletrônica de varredura ou transmissão.

Spazzin et al. (2007) estudaram a remoção da camada de colágeno exposta pelo ácido fosfórico 37%, através do hipoclorito de sódio, em dentina úmida ou seca, verificando a microinfiltração marginal de restaurações classe V de resina composta. Foram utilizados quarenta terceiros molares humanos onde se confeccionou cavidades classe V. Estes foram divididos em quatro grupos: G1 – (CTRL) Sistema adesivo (SA) Prime & Bond aplicado à dentina úmida, G2 – SA aplicado à dentina seca, G3 – NaOCl 10%, 60 s + SA (dentina úmida), G4 – NaOCl 10%, 60 s + SA (dentina seca). Após restauração com resina composta Z 250, imersão em corante, inclusão em resina acrílica, estes foram seccionados no sentido ocluso-gengival. Para a análise das secções foi utilizado microscópio óptico. Os resultados mostraram que houve diferença estatística entre G3 e G4, sendo que G4 apresentou os melhores resultados. Concluíram que a remoção da camada de colágeno e a técnica de secagem têm influência na infiltração marginal.

cálcio após diluição e inibição da polimerização do sistema adesivo pela presença de oxigênio livre (UCEDA-GOMEZ et al., 2003; SABÓIA et al., 2008; MONTICELLI et al., 2008; UCEDA-GOMEZ et al., 2007). Para sanar esta questão, Vongphan et al. (2005) propõem a utilização de ascorbato de sódio após o hipoclorito de sódio, potente antioxidante. Já Uno & Finger (1995) e Sato et al. (2005) criticam a remoção do colágeno das paredes da cavidade de dentina por diminuir a flexibilidade da interface adesiva. Uceda-Gomez et al. (2003), Perdigão et al. (2005) e Uceda-Gomez et al. (2007) não recomendam a desproteimização com hipoclorito de sódio, pois consideram a camada de colágeno importante para a adesão e ainda relatam que os cristais de hidroxiapatita da dentina tratada com hipoclorito de sódio sofrem um processo de recristalização. Yamazaki et al. (2008) verificaram que tanto amostras com camada híbrida convencional quanto amostras desproteinizadas apresentaram infiltração de nitrato de prata e que, para ambas, o envelhecimento por imersão em água e fadiga mecânica apresentou maior infiltração de corante. Para os autores, a degradação do colágeno pode não ser o único fator que explica a deterioração da camada híbrida. Para Kumawarote et al. (2010), o hipoclorito de sódio pode penetrar em microporosidades, deixando resíduos que prejudicam a adesão e a polimerização de adesivos e explicam, ainda, que podem formar cloraminas, que seriam tóxicas aos tecidos orgânicos vivos.

A eficácia das substâncias para remoção do colágeno pode ser relacionada também pelo veículo utilizado, gel ou solução, tipo de substrato (SAURO et al., 2009), concentração de cloro ativo presente na solução (CORRER, et al., 2006; SAURO et al., 2009), do tempo de aplicação (CORRER et al., 2006) e da sua capacidade de dissolver tecido

De Munck et al. (2007) concluíram que a forte insuflação de ar em sistemas adesivos aplicados à dentina desproteïnizada contribui para uma camada híbrida mais resistente, pois melhora a remoção do solvente (acetona) e da água residual. Ao contrário de De Munck et al. (2007) e Balbinott et al. (2009), não foi realizada a insuflação de ar, nem antes nem após a aplicação do sistema adesivo em dentina desproteïnizada, o que pode ter contribuído para os valores obtidos de resistência de união.

A análise do padrão de fratura deste estudo seguiu os princípios da fractografia, permitindo identificar a origem da fratura. Ao utilizar estereomicroscópio em aumento de 40X, houve dificuldade na observação das amostras. Ao contrário, em microscopia eletrônica de varredura, mesmo com aumentos mínimos (140X), a imagem formada era muito nítida, facilitando a análise de superfície. Foi possível verificar discrepância de 40% entre os padrões de fratura, quando comparados os dois métodos. Devido à maior confiabilidade, a classificação sob microscopia eletrônica foi a escolhida para representar as amostras. Os grupos 1 e 2 apresentaram 40% de fraturas adesivas e 60% de fraturas coesivas em dentina ou resina, o que levanta a hipótese de uma interface mais resistente. Já o grupo 3, apresentou 100% de falhas do tipo adesiva, indicando que o elo fraco possivelmente estava na interface adesivo e dentina desproteïnizada com hipoclorito de cálcio.

Por se tratar de novo produto para desproteïnização, a sua concentração, apresentação química e protocolo de aplicação não estão definidos, o que demandará maior número de trabalhos a respeito destes fatores antes de se propor a utilização clínica do hipoclorito de cálcio.

Outros fatores relacionados às substâncias desproteïnizantes deverão ser sanados, como a instabilidade dos hipocloritos de sódio e

Uceda-Gomez et al. (2007) propuseram avaliar, *in vitro*, a força de união à microtração, inicial e nos primeiros doze meses, de um sistema adesivo de duas etapas aplicados para condicionar, ou condicionar e desproteïnizar a dentina. Dois sistemas adesivos foram usados: um a base de água e etanol (Single Bond) e outro a base de acetona (One Step). O uso do NaOCl 10% por 1 min na dentina desmineralizada não melhorou a resistência de união nem imediatamente, e nem após o período de um ano. A presença residual de radicais livres como resultado da ação oxidante do NaOCl pode concorrer com a fotopolimerização do adesivo, portanto o uso dessa técnica deve ser evitada na clínica, pois há pouca evidência de sua eficácia.

Yamazaki et al. (2008) desenvolveram estudo como o objetivo de avaliar a nanoinfiltração após a remoção do colágeno, através de carga mecânica cíclica, para mensurar a penetração de nitrato de prata na interface resina/dentina. A solução NaOCl a 5% foi utilizada por 2 minutos. Quatro sistemas adesivos foram empregados, dois a base de etanol e dois a base de acetona (Single Bond, Scotchbond Multi-Purpose e All-Bond 2, One-Step Plus, respectivamente). Todos os adesivos tiveram penetração do nitrato de prata e a aplicação da ciclagem mecânica aumentou o depósito de prata na dentina. O aumento do depósito de prata pode ser devido à deterioração da interface adesiva após o estresse mecânico, incompleta remoção de água ou sorção de água ao longo do tempo de armazenamento. É importante notar que essa combinação também foi observada quando a camada híbrida não esteve presente, o que pode indicar que a degradação da interface não depende da presença do colágeno. Os autores afirmam que mais pesquisas são necessárias

para esclarecer o mecanismo de degradação dentina/resina ao longo do tempo.

Baseggio et al.(2008) avaliaram a técnica de desproteíneização por meio de ensaio de resistência à microtração e microinfiltração marginal em dentes humanos. A combinação de desproteíneização e oclusão tubular resultou em significativa redução da  $\mu$ TBS em comparação com o tratamento convencional (ácido fosfórico 35% e adesivo dentinário). A dentina tratada com ácido fosfórico 35% + ácido oxálico + NaOCl 60s + adesivo resultou no menor valor para  $\mu$ TBS. Entretanto, quando a dentina foi tratada com ácido fosfórico 35% + ácido oxálico + adesivo, os valores para resistência de união não foram afetados, não apresentando diferença estatística quando comparado com a técnica convencional. A desproteíneização da dentina com NaOCl 10% durante 60 s aumentou significativamente a microinfiltração das margens da dentina. A combinação da desproteíneização e da oclusão tubular da dentina também aumentou a microinfiltração. O uso do ácido oxálico reduziu a microinfiltração na interface da restauração. Portanto, a oclusão tubular parece ser uma técnica útil para reduzir a microinfiltração marginal sem interferência na resistência de união à microtração. Esses cristais reduzem a condutividade hidráulica da dentina promovendo um melhor controle de umidade durante a aplicação do sistema adesivo. Assim forma-se uma interface adesiva com baixa incorporação de H<sub>2</sub>O e baixa taxa de microinfiltração.

Erhardt et al (2008) utilizaram a solução desproteínezante juntamente com o ácido fosfórico na etapa de condicionamento ácido da dentina, avaliando a resistência de união à microtração de sistemas adesivos autocondicionantes. 1) CSEB – clearfil SE Bond, 2)

provavelmente devido ao menor tempo de aplicação, 15 segundos para os produtos desproteínezantes, sensivelmente menor que o tempo utilizado em outros estudos. Para o produto hipoclorito de sódio, estes achados corroboram com os trabalhos de Arias et al. (2005), Corniati et al. (2006), Santos et al. (2004) e Uceda-Gomez et al. (2007). Embora os tempos de aplicação do hipoclorito de sódio destes estudos variarem entre 1 e 2 minutos, a concentração utilizada era de 1%. Neste trabalho, por ser utilizada a concentração de 10% para o hipoclorito de sódio, pode ter havido compensação em relação à diminuição do tempo de aplicação, 15 segundos.

Em 2002, Toledano et al. demonstraram que a remoção do colágeno em dentina profunda pode resultar em valores superiores à técnica convencional, porém, não encontrou diferença para dentina superficial. Neste trabalho foi utilizada apenas dentina superficial, o que corrobora com os resultados de Toledano et al. (2002).

Quando comparados os métodos de desproteíneização, também não houve diferença estatística. Balbinott (2009), utilizando dentes bovinos, demonstrou que a desmineralização com hipoclorito de cálcio apresentou valores superiores ao hipoclorito de sódio, mas sem diferença estatística em relação ao grupo controle. Os autores utilizaram uma concentração maior de hipoclorito de cálcio, 20%. Neste trabalho foi utilizada a concentração de 10% de hipoclorito de cálcio, pelo tempo de 15 segundos, o que pode ter sido responsável pela suave diminuição nos valores médios deste grupo. O tempo de aplicação da substância desproteínezante é um fator que possui relação direta com a capacidade de dissolução dos tecidos orgânicos (BARBIN et al., 1999).



pois maior efetividade com tempos menores, entre 15 e 30 segundos, são viáveis clinicamente.

Neste estudo, uma substância alternativa, hipoclorito de cálcio, foi utilizada para promover a desproteínez da dentina, devido à possibilidade de promover efeitos benéficos quando comparado ao hipoclorito de sódio.

O hipoclorito de cálcio foi proposto como substância desinfetante para águas desde o início do século passado por Tully (1914). Na odontologia, foi utilizado pela primeira vez por Twomey et al. (2003), como substância para desinfecção de modelos de gesso. O seu uso como modificador de superfície dentinária para adesão, especificamente, desproteínez da dentina, foi proposto pela primeira vez, em 2009, por Balbinott.

Por possuir íons cálcio na sua composição, não formar subprodutos indesejáveis como ácidos graxos e ter maior amplitude de concentração, o hipoclorito de cálcio surge como boa alternativa. O cálcio liberado pode se unir aos grupos fosfatos do dente e dos sistemas adesivos, formando cristais compatíveis com a estrutura dental, sem interferência na qualidade da interface. O  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  apresenta-se na forma sólida na concentração 63%, podendo ser diluído. Foi utilizado este produto na concentração de 10%, com o objetivo de padronização em relação ao hipoclorito de sódio.

Os resultados desta pesquisa revelaram não haver diferença estatística entre as técnicas de desproteínez e o grupo controle, o que torna promissora a técnica da desproteínez, tanto com hipoclorito de cálcio quanto de sódio. Numericamente, houve pequeno decréscimo nos valores médios dos grupos experimentais em relação ao controle,

RESULCIN, 3) ONE UP BOND F, 4) ETCHED E PRIMER. Estes foram aplicados conforme instruções do fabricante, condicionamento ácido  $\text{H}_3\text{PO}_4$  a 35% (15 s) e condicionamento ácido  $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{NaOCl}$  10% (líquido). Lavados com água destilada, secos e restaurados com resina Tetric Ceram as amostras foram formando palitos ( $1\text{mm}^2$ ) e submetidos ao teste de microtração (0,5 mm/ min). Os resultados evidenciaram um aumento da resistência de união a microtração para o CSEB com monômero hidrofílico que melhora a umidade da superfície dentária.

Saboia et al. (2008) avaliaram a resistência de união do XP Bond na dentina desproteínezada, logo após a restauração ou seis meses depois, e analisaram a evolução da nanoinfiltração na interface. Vinte terceiros molares humanos armazenados em timol 0,1%, a  $4^\circ\text{C}$  tiveram suas coroas niveladas com discos diamantados em baixa rotação; nelas aplicou-se: G1 - ácido fosfórico 35% (gel) + NaOCl durante 60 segundos + XP Bond; G2 - (CTRL - conforme o fabricante). Foram restaurados com resina fotopolimerizável Z 250 e seccionadas em feixes de 1 mm de espessura, e colocadas num dispositivo que avalia a microtração com velocidade de 1 mm/min. Um estereomicroscópio foi usado para análise do padrão de fratura. Oito dentes adicionais (n=4 por grupo) foram preparados para a avaliação da nanoinfiltração interfacial. O pré-tratamento com NaOCl diminuiu a qualidade adesiva na interface criada pelo X Bond na dentina e aumentou a nanoinfiltração interfacial. Os autores explicam que o oxigênio residual pode interferir com o processo de polimerização que poderia afetar a resistência de união dos adesivos dentinários.

A avaliação da infiltração marginal de diferentes sistemas adesivos, nas margens de esmalte e dentina, de restaurações classe V, após desproteção e armazenamento em 24 meses, foi objetivo de Monticelli et al. (2008). O estudo revelou que a habilidade de selamento dos sistemas adesivos nas margens de esmalte e dentina diminui com o tempo. O resultado da avaliação da microinfiltração indica que o condicionamento com ácido fosfórico pode ter um efeito adverso em alguns adesivos autocondicionantes. Não é possível tirar conclusões quanto à preferência e/ou necessidade de condicionamento ácido ou tratamento com NaOCl em situações clínicas. O uso de substâncias fortes para melhorar a união a substratos dentais tem uma validade questionável e pode estar relacionada com a composição específica de cada sistema adesivo. Ambas as propriedades dos adesivos e os protocolos originais para a manipulação dos materiais devem ser devidamente considerados antes da adoção de novas metodologias.

Balbinott (2009) avaliou a aplicação de hipoclorito de sódio a 5% e hipoclorito de cálcio a 10% como substâncias desproteinizantes da dentina, durante 15 s. Vinte dentes bovinos seccionados 1 mm acima da LAC foram incluídos em resina acrílica e polidos com lixas d'água até obter superfície de dentina sadia. As amostras foram condicionadas com ácido fosfórico 35%, 15 s e divididas em 4 grupos: G1- (controle negativo) padrão ouro - técnica adesiva convencional seguindo orientações do fabricante; G2 - (controle positivo) – NaOCl 1%, 1 min e sistema adesivo (SA); G3 – NaOCl 5% 15 s e SA; G4: Ca (OCl)<sub>2</sub> 10% 15 s e SA. As superfícies tratadas foram restauradas com resina composta e após foram seccionadas em forma de palitos com área de 1 mm<sup>2</sup>. O teste de microtração foi realizado em máquina universal de

A micromorfologia da dentina e da camada híbrida também sofre alterações. Correr et al. (2006) observaram que a dissolução das fibras colágenas pela solução de NaOCl promoveu aumento na dureza, módulo de elasticidade, molhabilidade e permeabilidade da dentina. A desproteção produziu padrão ultramorfológico complexo de dentina que poderia ser considerado uma transição entre o condicionamento ácido e a dentina intacta. Afirmam ainda que essas alterações podem facilitar a penetração do monômero resinoso no substrato dentinário.

Com relação à capacidade de remoção da matriz colágena, Sauro et al. (2009b) observaram que só foi possível atingi-la no intervalo de tempo de 10 à 45 minutos, tornando esta prática inviável clinicamente. Segundo o autor, para hipoclorito de sódio a 12%, tempos abaixo de 10 minutos resultaram em desproteção parcial, pois em microscopia seria possível observar fibrilas de colágeno na superfície, embora o emaranhado formado pela rede espessa de colágeno seja removido. Já para Correr et al. (2006), que utilizaram hipoclorito de sódio a 5 e 10%, em dentina de decíduos, o tempo mínimo para desproteção total é 120 segundos para concentração de 5% e 30 segundos para 10%. Considerando o tempo utilizado neste estudo, de 15 segundos de aplicação, podemos supor que a desproteção tenha sido parcial e não total. Este fato é perfeitamente aceitável, uma vez que pequenas fibrilas remanescentes na superfície da dentina intertubular não configuram uma barreira à penetração dos sistemas adesivos. Além disso, no estudo de Sauro et al. (2009a) foi utilizado hipoclorito de sódio a 1%, o que pode demandar maior tempo para a remoção do colágeno. A busca pela melhor relação tempo e concentração, motivou a diminuição do tempo e, ao mesmo tempo, a elevação da concentração para 10%,

associados. Já Arias et al. (2005) não encontraram diferença estatística entre desproteção com hipoclorito de sódio e técnica convencional. Vongphan et al. (2005) analisaram o uso do ascorbato de sódio 10%, após o uso do NaOCl 5,25%, na dentina da câmara pulpar, e verificaram significativo aumento na resistência adesiva. Sauro et al. (2009b) encontraram bons resultados quando associaram hipoclorito de sódio ao EDTA antes da aplicação de adesivo dentinário. Cecchin et al. (2010) não encontraram diferença estatística entre o uso de NaOCl 1% isolado ou associado com EDTA 17%, nem em relação ao grupo controle. Bassegio et al. (2008), verificaram que o hipoclorito de sódio isolado ou em associação com ácido ascórbico reduz a infiltração marginal, embora não influencie nos resultados de resistência adesiva à microtração. Embora Uceda-Gomez et al. (2007) não tenham encontrado diferença na resistência à união entre grupos desproteinizados e técnica convencional, não recomendam a utilização do hipoclorito de sódio previamente aos sistemas adesivos. Por outro lado, Uceda-Gomez et al. (2003), Perdigão et al. (2000) e Kunawarote et al. (2010) concluíram que o NaOCl com concentrações de 1, 6 e 10%, respectivamente, diminui a resistência à união por microtração, pois o NaOCl residual, especialmente cloraminas, ficam retidas nas porosidades da estrutura desmineralizada prejudicando a união à dentina.

Em relação à formação de gotículas de água na interface camada híbrida e adesivo, Chersoni et al. (2004) verificaram que a desproteção com hipoclorito de sódio foi capaz de prevenir a formação destas “árvores de água”, tendo efeito positivo sobre a preservação da camada híbrida.

ensaios EMIC com velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados parciais revelaram que o G4 apresentou os maiores valores para a resistência de união, sem diferença estatística ao G1.

Bondan (2009) verificou a influência do EDTA sobre a resistência de união da interface resina/dentina após tratamento com hipoclorito de cálcio  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ . Para isso dez incisivos inferiores bovinos foram cortados perpendicularmente ao seu longo eixo, 2 mm acima da JAC, expondo superfícies de dentina. As amostras foram divididas em 2 grupos: G1: condicionamento ácido fosfórico 35% (CA), 15 s + Ca  $(\text{OCl})_2$  20% (D), 15 s + EDTA 17% + SA (sistema adesivo Prime & Bond 2.1), G2: CA + D + SA. Em seguida, foram restauradas com resina composta Tetric Ceram e seccionadas na forma de palitos de  $\pm 1 \text{ mm}^2$ . Realizou-se o teste de microtração a 0,5 mm/min, até ocorrer fratura. Os resultados não demonstraram diferença estatística entre G1 e G2. Portanto, concluiu-se que o uso do EDTA após a aplicação do Ca  $(\text{OCl})_2$  não aumenta a resistência adesiva das restaurações, portanto, não precisa ser utilizado no protocolo adesivo.

Para Braz et al. (2009), a camada de colágeno é uma barreira a ser transposta, e sua remoção proporcionaria uma melhor adesão na interface dentina e resina.

De acordo com Campos et al. (2009), o uso de soluções desinfetantes, como a cloroxidina (CHX), hipoclorito de sódio, soluções de flúor, é uma alternativa para reduzir ou eliminar bactérias da cavidade. Verificou-se que a cloroxidina é capaz de aumentar a resistência de união devido a sua interação com as fibras colágenas expostas, pois possui a capacidade de inibir as metaloproteinases (MMPs) que atuam na

degradação do colágeno, logo esse fenômeno poderia ser interessante para a manutenção e durabilidade da união à dentina.

Sauro et al. (2009a) avaliaram dois tipos de procedimentos para o condicionamento da dentina (EDTA e  $H_3PO_4$ /NaOCl), a fim de melhorar a resistência de união da interface resina - dentina. Os resultados para a resistência de união à microtração revelaram que os adesivos utilizados têm elevada resistência de união na dentina condicionada, mas que os valores diminuíram após a aplicação do NaOCl à 12%. Em contraste, quando o EDTA ou  $H_3PO_4$ /NaOCl foram usados para condicionar a superfície dentinária antes dos procedimentos de união, os resultados da resistência de união não foram diferentes para os sistemas adesivos, e não reduziu a resistência de união observada quando essas amostras foram tratadas com NaOCl 12%. O pré-tratamento da dentina usando EDTA/NaOCl resultou em significativa redução da resistência de união. O uso do EDTA e  $H_3PO_4$ /NaOCl na dentina podem fornecer alternativas de pré-tratamento antes de aplicar o sistema adesivo, a fim de melhorar a resistência da camada híbrida à degradação química.

Sauro et al. (2009b) avaliaram a eficácia da solução de NaOCl (12%) para a completa remoção da matriz colágena exposta da superfície de dentina, condicionada com ácido em um curto período de 120 s, usando uma microscopia confocal de imunofluorescência/reflexão e microscopia eletrônica de varredura ambiental. Trinta terceiros molares humanos armazenados em solução salina tamponada de fosfato (pH = 7,4), à 4° C. As análises revelaram que as três técnicas microscópicas mostraram uma diferença significativa na eficácia da remoção de colágeno entre 2 e 10 min de aplicação do NaOCl. Uma limitação

importante utilizar um sistema adesivo com grande capacidade de remoção de água. Neste estudo foi utilizado um sistema adesivo a base de acetona. A acetona é um solvente com grande capacidade de molhamento e volatilização. Sabóia et al. (2003), Silva et al. (2006) e Duarte & Silva (2007) demonstraram que adesivos a base de acetona são mais eficientes quando associados à técnica de desproteíneização em comparação aos adesivos a base de álcool. Fuentes et al. (2004) e Sabóia et al. (2008) demonstraram que o uso de hipoclorito de sódio diminuiu sensivelmente a resistência à união de sistemas a base de álcool, mesmo quando aplicado EDTA após o hipoclorito (SAURO et al., 2009b).

A técnica de desproteíneização com hipoclorito de sódio tem sido avaliada desde 1995, quando Prati propôs este procedimento com objetivo de melhorar a qualidade da interface adesiva. Este produto tem propriedades como clarificação, dissolução de tecido orgânico, saponificação, transformação de aminas em cloraminas, desodorização e ação antimicrobiana. Pode ser utilizado em várias concentrações, individualmente e em associação com outras substâncias. Dependendo da metodologia testada e composição do sistema adesivo, a aplicação do NaOCl pode aumentar, diminuir ou não ter efeito sobre a resistência à união. Silva et al. (2006) encontraram valores superiores de resistência à união quando utilizou desproteíneização associada a sistema adesivo a base de acetona, mas não obteve diferença em relação à técnica convencional ao utilizar adesivos a base de álcool. Com sistemas autocondicionantes, os mesmos observaram redução dos valores de resistência à união. Nassif et al. (2009) e Silva et al. (2009) encontraram valores superiores após desproteíneização da dentina, tanto com ácido fosfórico e hipoclorito de sódio aplicados separadamente quanto

De acordo com Braz et al. (2009) a camada de colágeno pode ser considerada uma barreira a ser transposta. Sua remoção promoveria uma adesão mais duradoura, por ser realizada em contato direto com a hidroxiapatita da dentina parcialmente desmineralizada, obtendo-se uma morfologia dentinária que proporcionaria uma boa adesão, além de eliminar os riscos de colapamento do colágeno e a influência do fator operador (ARIAS et al., 2005); (BASEGGIO et al., 2008). Toledano et al. (2000) afirmam que o colágeno não tem papel importante na qualidade do selamento marginal, bem como na adesão entre resina e dentina. Reforçando esta idéia, Albaladejo et al. (2010) afirmam que a dentina intertubular possui papel importante na adesão dos sistemas adesivos, e que valores mais baixos de resistência de união são obtidos em dentina profunda, provavelmente devido à menor quantidade desta dentina, bem como da maior quantidade de água e de colágeno. Outro fator relevante diz respeito à degradação do colágeno encapsulado pelos adesivos, pois está sujeito à ação das metaloproteinases endógenas (KIM et al., 2010). Embora Campos et al. (2009) e Kim et al. (2010) recomendem o uso de clorexidina para bloquear o efeito das MMPs, a remoção do colágeno pode ser uma adequada alternativa para evitar esta degradação. A eliminação do colágeno exposto pelo ácido fosfórico da área de dentina intertubular proporciona contato direto entre adesivo e cristais de hidroxiapatita parcialmente dissolvidos, fator que pode contribuir para a durabilidade da união à dentina, uma vez que elimina o risco da inadequada impregnação do colágeno pelo adesivo (BALBINOTT et al., 2009).

Entretanto, este procedimento pode aumentar a permeabilidade da dentina, aumentando o conteúdo líquido na superfície. Deste modo, é

potencial do microscópio confocal e microscópio eletrônico de varredura de baixo vácuo foi a dificuldade de visualizar a morfologia das fibrilas colágenas. A eficácia da remoção de colágeno pode ser explicada pelo veículo empregado de utilização do NaOCl (gel ou solução), o cloro ativo presente na solução e o tipo de substrato. A completa remoção do colágeno em dentina condicionada com ácido foi somente obtida entre 10 e 45 min de tratamento com NaOCl, nenhum sinal de reflexão, sinal de imunofluorescência poderiam ser detectadas na dentina. Considerando que a completa remoção da matriz colágena desmineralizada com NaOCl à 12%, em dentina condicionada, somente foi alcançada usando um tempo de aplicação superior a 10 min, podendo concluir que a desproteção com NaOCl da dentina condicionada com ácido não pode ser alcançada na realidade clínica devido ao tempo necessário.

Nassif et al. (2009) avaliaram o efeito da mistura de ácido fosfórico e NaOCl, como condicionador da dentina, sobre a resistência de união à dentina humana, além de avaliação das fraturas em MEV. Concluíram que o tratamento da dentina com NaOCl após o condicionamento ácido, ou aplicado na mistura com o ácido fosfórico, melhorou a resistência de união com a interface dentina/resina. A aplicação da mistura permite simultaneamente desmineralização e desproteção da superfície de colágeno. A aplicação da mistura por 15 segundos é recomendada por que aumenta a resistência de união e mostra pouco efeito agressivo na dentina. A reação entre o NaOCl 5,25% e ácido fosfórico 37% resultou em ácido hipocloroso, fosfato de sódio dihidrogenados e ácido fosfórico não reativo. O ácido hipocloroso remanescente tem um rápido efeito desproteção e ao mesmo tempo



o ácido fosfórico não reativo mantém a capacidade desmineralizadora da mistura, aperfeiçoando simultaneamente o condicionamento e a desproteíneização. O NaOCl sozinho remove totalmente a camada de colágeno exposta, enquanto a associação modifica o colágeno exposto, removendo o colágeno da camada híbrida.

Silva et al. (2009) realizaram um estudo longitudinal em laboratório que procurou avaliar a resistência de união de sistema adesivo à dentina e verificar se a utilização de NaOCl 10% para a desproteíneização produziu um resultado semelhante ao de amostras que não foram tratadas com NaOCl. Foram utilizados 72 molares humanos hígidos que foram seccionados separando as faces vestibular e lingual e divididos em 12 grupos: G1: TASTIC UNO (TU); G2: Prime & Bond NT (PB); G3: Adper Single Bond (SB); Grupo 4: TA +NaOCl 10%, 60s; G5: PB + NaOCl 10%, 60s; G6: SB + NaOCl 10%, 60s. As amostras foram submetidas ao teste de resistência ao cisalhamento, a velocidade de 1 mm/ min. Após a fratura foram analisadas em microscópio óptico e classificadas em quatro tipos: fratura coesiva em resina composta, fratura coesiva em dentina, fratura adesiva em dentina ou resina e uma combinação de fraturas coesivas e adesivas. Observaram que a velocidade de difusão dos adesivos é um importante fator na permeabilidade do monômero da resina. Sistemas adesivos contendo Bisgma e Tegdma tem baixa velocidade de difusão (hidrofóbicos). Sistemas adesivos em dentinas desproteínezadas com NaOCl 10% apresentaram alta resistência de união, em relação aos que não usaram o NaOCl, com exceção do adesivo TU. Para os 3 sistemas adesivos utilizados, a resistência de união 6 meses após foi significativamente menor do que a avaliada em 24 h.

## 6 DISCUSSÃO

A técnica adesiva à estrutura dentinária tem sido alvo de inúmeros estudos na odontologia restauradora, devido à dificuldade em se obter selamento marginal e resistência à união duradouros (ARIAS et al., 2005). Um dos métodos utilizados com a finalidade de avaliar a resistência à união, o ensaio de microtração, foi proposto por Sano et al. (1994). Este teste permite avaliar de forma mais precisa a interface adesiva, o que possibilita diminuição significativa do número de falhas coesivas e permite analisar diferentes regiões de um mesmo dente, como dentina normal e afetada por cárie. A obtenção de um grande número de amostras a partir de um elemento dentário pode reduzir o coeficiente de variação do método em relação aos testes de tração e cisalhamento, além de diminuir o número de molares humanos provenientes de banco de dentes. Além disso, a dimensão reduzida dos espécimes facilita a análise das fraturas em microscopia eletrônica de varredura ou transmissão (CAMARGO et al., 2007).

Neste estudo foram adotados os princípios da fractografia para análise das amostras após fratura. Segundo Borba, em 2010, este método permite avaliar a origem e a propagação das fraturas, sendo um método mais consistente para revelar o comportamento mecânico de materiais odontológicos.

O objetivo da pesquisa realizada por Yui et al. (2009) foi avaliar a resistência adesiva de restaurações de resina composta, mediante a remoção ou não do colágeno dentinário e a aplicação de um adesivo autocondicionante. Vinte e quatro dentes bovinos foram incluídos em resina acrílica, para secção, exposição dentinária e divisão em: G1: CTRL Adper Prompt L-Pop (PLP), seguindo orientações do fabricante e G2: NaOCl 10%, 60s e PLP. Foi executado ensaio de cisalhamento a velocidade de 0,5 mm/min. Concluíram que a remoção do colágeno diminui a resistência adesiva para o sistema adesivo empregado.

Segundo Albaladejo et al. (2010), a retenção micromecânica é o mecanismo principal de união entre resina e dentina. E a penetração da resina na dentina intertubular é o fator de maior influência para a resistência de união.

Cecchin et al. (2010) avaliaram a resistência de união à microtração utilizando sistema adesivo autocondicionante em dentina desmineralizada e irrigada com NaOCl 1% e EDTA 17% + NaOCl 1%. Os resultados demonstraram que houve diferença estatística significativa entre as soluções irrigantes. O uso de NaOCl 1% por si só resultou em maior resistência à microtração do sistema adesivo autocondicionante à dentina, e que não houve diferença estatística significativa entre o uso de NaOCl 1% combinado com EDTA 17% e o grupo controle (sem tratamento).

Kim et al. (2010) tiveram como objetivo testar a hipótese nula de que a clorexidina (CHX) na união à dentina desmineralizada versus dentina mineralizada não é diferente, e que uma vez absorvida, a CHX não é removida por HEMA, etanol, ou 0,5 M NaCl. Portanto, pode-se observar que a incorporação de clorexidina (CHX) em torno da resina

adesiva pode fornecer um reservatório de CHX que pode contribuir para inibição mais duradoura das MMPs. Estas possuem a capacidade de degradar o colágeno e a clorexidina é capaz de inibir esta atividade enzimática.

Kunawarote et al. (2010) avaliaram o efeito do pré-tratamento da dentina com soluções aquosas de HOCl e NaOCl sobre a resistência de união à microtração ( $\mu$ TBS) de adesivo dentinário autocondicionante de dois passos e as alterações do pH da dentina resultantes destes tratamentos. Trinta e nove molares humanos foram seccionados horizontalmente até atingir dentina e divididos em treze grupos: Grupo 1- (CTRL) H<sub>2</sub>O - 30 s; Grupos 2 a 4 - NaOCl 6%- 5, 15, 30 s; Grupos 5 a 13 - 50, 100 ou 200 ppm HOCl pelos tempos de 5, 15 e 30 s (Comfossy). Após o pré-tratamento, o substrato foi lavado em água corrente por 30 s, e seco com ar por 15 s. Os espécimes foram restaurados com sistema adesivo Clearfil SE Bond + resina composta Clearfil APX e seccionados em quatro ou cinco fatias de 0,7 mm de espessura. As amostras foram submetidas ao ensaio de microtração à 1 mm/min. O padrão de fratura foi avaliado em MEV, e a avaliação do pH da superfície em SCHEM-100. O pré-tratamento com NaOCl 6% por 30 segundos causou significativa redução na resistência de união à microtração quando comparado com os demais grupos; o ácido hipocloroso Comfossy em alta concentração, e em maior tempo de aplicação também diminuiu a resistência de união à microtração ( $\mu$ TBS). O padrão de fratura observado foi misto. A média de pH dos grupos que utilizaram NaOCl 6%, 15 e 30 segundos foi significativamente maior em relação aos demais. Os autores explicam que a diminuição da  $\mu$ TBS da dentina tratada com NaOCl pode ser devido ao mecanismo de ação

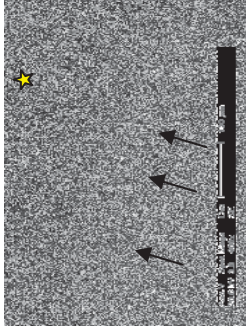


Figura 9 - G3D5 – palito de dentina – observar dentina sem adesivo na parte superior da imagem. O traçado em linhas hackle indica que a fratura iniciou na dentina (estrela) – fratura classificada como adesiva, sob MEV (400X)

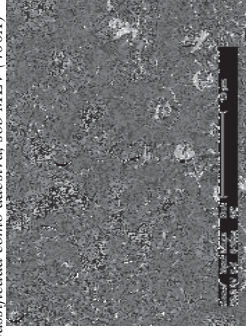


Figura 11 - G3D6 – palito de dentina – observar dentina com traços de fibras colágenas (malha de colágeno parcialmente removido), canalículos dentinários preenchidos por tags de adesivo resinoso – fratura classificada como adesiva, sob MEV (6400X)

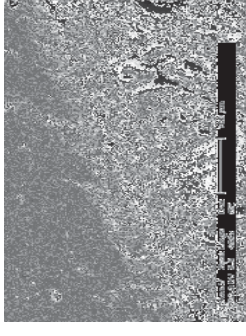


Figura 10 - G3D5 – palito de resina – avaliação sob MEV (400X)

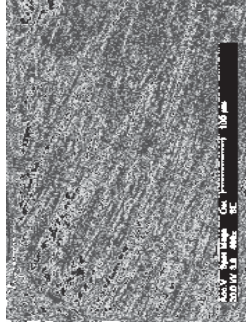


Figura 12 - G3D6 – palito de resina – análise sob MEV (400X)

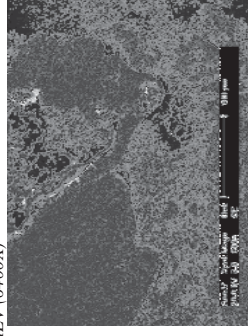


Figura 13 - G3D9 – palito de dentina – observar adesivo e resina presos à superfície dentinária – fratura classificada como adesiva, sob MEV (600X)

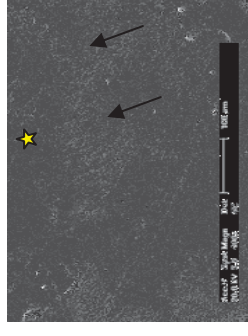


Figura 14 - G3D9 – palito de resina – observar as linhas hackle (flecha), indicando o local de origem da falha (estrela) quando avaliado sob MEV (400X)





Figura 3 - G1D2 – palito de dentina –fratura classificada como coesiva em dentina, sob EM (40X)



Figura 4 - G1D2 – palito de resina – avaliado sob EM (40X)

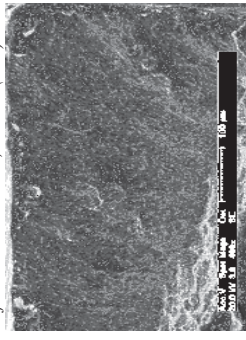


Figura 5 - G1D8 – palito de dentina – fratura classificada como coesiva em dentina, quando observada em MEV (400X)

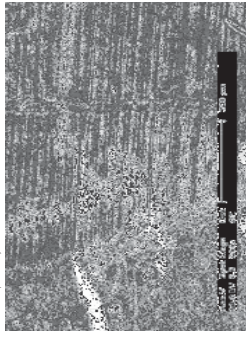


Figura 6 - G1D8 – palito de resina – observa-se o fragmento de dentina preso à resina em MEV (400X)

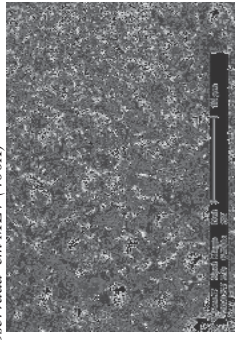


Figura 7 - G2D2 – palito de dentina – observar canaliculos dentinários preenchidos por adesivo (tags) e dentina inerteubular com traços de fibras colágenas remanescentes e adesivo – fratura classificada como adesiva, sob MEV (6400X)

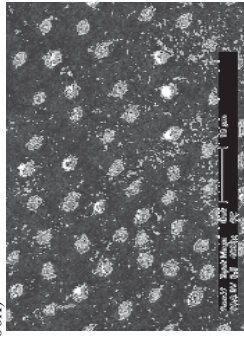


Figura 8 - G2D2 – palito de resina – observar a superfície do adesivo com os resin tags fraturados – fratura de origem adesiva, sob MEV (4000X)

oxidante que gera a formação de radicais derivados de cloramina, retida nos poros da estrutura mineralizada da dentina. O aumento do pH da superfície indica um aumento na quantidade de íons  $\text{OH}^-$  dentro das fases mineral e orgânica da dentina. A solução levemente ácida de HOCI parece ser potencialmente segura e efetiva, sem causar efeito adverso na união da dentina.

Borba (2010) avaliou o comportamento mecânico de cerâmicas de subestrutura segundo os princípios da fractografia. Afirma que a interpretação das diferentes áreas de superfície (*mirror, mist and hackle*) permite identificar a origem e a propagação da falha de materiais submetidos a tensões mecânicas que excedem o seu ponto crítico e levam à ruptura. Dentre as conclusões do estudo, afirma que as informações obtidas através de teste *in vitro* podem ser validadas pela análise fractográfica.

*Tabela 2 – Análise das fraturas ocorridas após o ensaio de microtração aplicando princípios de fractografia.*

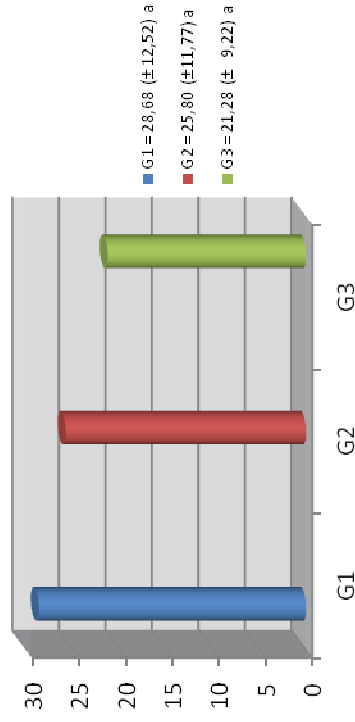
GRUPOS	DENTES	PALITOS	CLASSIFICAÇÃO DA ORIGEM DA FRATURA (Estereomicroscópio 40X)	CLASSIFICAÇÃO DA ORIGEM DA FRATURA (MEV (140 A 6.400x))
<b>GRUPO 1</b>	DENTE 2	PALITO 7	<b>ADESIVA</b>	<b>COESIVA EM RESINA*</b>
<b>GRUPO 1</b>	DENTE 3	PALITO 8	ADESIVA	ADESIVA
<b>GRUPO 1</b>	DENTE 5	PALITO 5	COESIVA EM RESINA	COESIVA EM RESINA
<b>GRUPO 1</b>	DENTE 8	PALITO 8	ADESIVA	COESIVA EM DENTINA
<b>GRUPO 1</b>	DENTE 13	PALITO 9	COESIVA EM RESINA	ADESIVA
<b>GRUPO 2</b>	DENTE 1	PALITO 7	COESIVA EM RESINA	ADESIVA
<b>GRUPO 2</b>	DENTE 2	PALITO 5	ADESIVA	ADESIVA
<b>GRUPO 2</b>	DENTE 7	PALITO 6	ADESIVA	COESIVA EM DENTINA
<b>GRUPO 2</b>	DENTE 9	PALITO 7	COESIVA EM RESINA	COESIVA EM RESINA
<b>GRUPO 2</b>	DENTE 14	PALITO 8	COESIVA EM RESINA	COESIVA EM RESINA
<b>GRUPO 3</b>	DENTE 5	PALITO 10	ADESIVA	ADESIVA
<b>GRUPO 3</b>	DENTE 6	PALITO 10	ADESIVA	ADESIVA
<b>GRUPO 3</b>	DENTE 8	PALITO 5	COESIVA EM RESINA	ADESIVA
<b>GRUPO 3</b>	DENTE 9	PALITO 7	ADESIVA	ADESIVA
<b>GRUPO 3</b>	DENTE 12	PALITO 8	ADESIVA	ADESIVA

\*Em negrito destacam-se as discordâncias entre os dois métodos de análise do padrão de fratura

Na avaliação por microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi possível verificar remanescentes esparsos de fibrilas colágenas, indicando que ocorreu remoção parcial da malha de colágeno, quando aplicados os agentes desproteinizantes em concentração de 10% e pelo tempo de 15 segundos.

Nas figuras 3 a 14 são apresentadas imagens dos palitos fraturados, tanto a extremidade da dentina quanto da resina composta.

Gráfico 1 – Ilustração por barras dos valores de resistência de união (MPa) por microtração dos grupos avaliados.



A análise do padrão de fratura pelo método da fractografia em microscopia ótica, sob aumento de 40X, revelou predomínio de fraturas adesivas (Figuras 3 e 4) para os grupos 1 e 3, e predomínio de fraturas coesivas em resina composta para o grupo 2. Não houve fratura coesiva em dentina nos palitos analisados (Tabela 2.5).

Os princípios da fractografia também foram aplicados na análise do padrão de fratura sob microscopia eletrônica de varredura, com aumentos entre 140 e 6.400X, revelando que os grupos 1 e 2 apresentaram 60% de fraturas coesivas em resina composta ou dentina, enquanto o grupo 3 apresentou 100% de falhas adesivas.

Podem-se observar discrepâncias na classificação da origem da fratura quando comparados os dois métodos de magnificação (tabela 2.5). Houve 40% de discrepância entre os métodos aplicados (EM versus MEV).

### 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar *in vitro* tratamentos superficiais para desproteinizar a dentina na interface dente/restauração por meio de resistência à união por microtração e analisar a origem da fratura em estereomicroscópio e MEV.

## 5 RESULTADOS

Os dados de resistência à fratura de amostras submetidas ao ensaio de microtração para avaliar o efeito da remoção do colágeno sobre a adesão entre resina composta e dentina com diferentes substâncias proteolíticas foram submetidos à Análise de Variância ao nível de 5% de significância (tabela 1.5). Os grupos avaliados não apresentaram diferença estatística entre si ( $p=0,0694$ ), conforme evidenciado no gráfico 1.

A técnica de desproteínição, tanto com hipoclorito de sódio quanto de cálcio, dentro dos tempos, concentrações e técnicas utilizados neste estudo, não apresentou diferença em relação ao grupo controle quando avaliada a união à estrutura dentinária.

*Tabela 1 – Análise de variância dos dados de resistência de união por microtração.*

FONTES DE VARIACÃO	GL	SQ	QM	F	p
Tratamentos	2	695.707	347.853	2.7425	0,0694
Erro	72	91.3 e+02	126.840		
SOMA	75				
CV				42%	

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Seleção e limpeza dos dentes

Todas as fases da etapa laboratorial foram desenvolvidas no laboratório de pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo (FO-UPF). Após aprovação no Comitê de Ética em Pesquisa da FO – UPF (Apêndice 1; pg. 100), quarenta e cinco terceiros molares humanos hígidos foram obtidos no Banco de Dentes da FO-UPF, limpos através de curetas periodontais (#11 e 12, Gracey/Neumar – São Paulo, SP, Brasil) e profilaxia com escova Robbinson e pedrapomes. Após, foram submetidos ao jateamento com bicarbonato de sódio e água (Figuras 1A a 3A/Apêndice 2; pg. 101), com a finalidade de remover quaisquer resíduos orgânicos ou minerais ainda presentes na superfície dentária. Dentes com cáries, trincas e fraturas foram excluídos e substituídos. Os dentes selecionados foram armazenados em água destilada até o término da fase laboratorial.

#### 4.2 Inclusão dos dentes

Os dentes foram incluídos em resina acrílica autopolimerizável incolor( JET/ Clássico/São Paulo/SP, Brasil). Para execução deste procedimento, os dentes foram medidos por meio de paquímetro digital e marcados sobre a superfície radicular com caneta de ponta fina para retroprojetor 1,0 mm abaixo do limite amelocementário. Em seguida, foram fixados a placas de cera utilidade até que a marcação anteriormente citada coincidissem com a parte superior da placa, o longo eixo dos dentes foram posicionados perpendicularmente ao plano horizontal da placa de cera com o ápice radicular voltado para cima. A cera ao redor do dente foi fluidificada por meio de espátula aquecida para haver selamento em relação à parte externa da raiz (Figuras 4A e 5A/ Apêndice 2).

Cilindros de PVC com 25 mm de diâmetro e 20 mm de altura foram posicionados concentricamente em relação à raiz (Figura 6A/Apêndice 2) e foram fixados às placas por meio de cera aquecida e espátula metálica (Espátula de cera #7/ SS White-Duflex/Rio de Janeiro, RJ, Brasil). Resina acrílica autopolimerizável incolor foi proporcionada em Becker de vidro, na relação 1:1 de pó (polímero) e líquido (metacrilato) e, ainda na forma líquida, vertida no interior do anel de PVC, até cobrir completamente a raiz do dente. Ao atingir a fase borrachóide, o conjunto cera/dente/acrílico foi imerso em água à temperatura ambiente para evitar aquecimento dos dentes. Ao final da polimerização do acrílico, a cera foi removida e os dentes limpos com água aquecida a 45° C e gaze umedecida. Os canos de PVC foram

#### 4.9 Delineamento estatístico

O estudo foi delineado numa estrutura de blocos completos aleatorizados, com seqüência de grupos randomizados dentro de cada bloco.

A hipótese nula em estudo foi:  $H_0$  – A média dos valores de resistência à microtração para o tratamento de superfície dentinário com  $Ca(OCl)_2$  a 10% não apresenta diferença das médias dos demais tratamentos (NaOCl a 10% e tratamento convencional).

Aos dados foi aplicada análise de variância ao nível de 5% de significância. Os valores médios de resistência à união das amostras de cada grupo estão expostos no Apêndice 3 (pg.106).

Após a realização da pesquisa os dentes utilizados foram devolvidos ao Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo.

#### 4.8. Análise da interface adesiva em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para a análise morfológica em MEV foram utilizadas as mesmas 5 amostras de cada grupo, anteriormente submetidas à análise em EM (40X). Os mesmos princípios de fractografia descritos no item 4.7 foram adotados para análise sob MEV.

Após este procedimento, as amostras foram desidratadas em graus ascendentes de etanol: 25% (30 min), 50% (30 min), 75% (30 min), 95% (30 min) e 100% (60 min). Para finalizar, as secções foram mantidas por mais 10 minutos em solução HMDS (Merck KGaA, Darmstadt, Alemanha) e secas com papel absorvente.

Posteriormente, foram fixadas em *stubs*, identificadas e metalizadas por meio de pulverização com ouro.

As amostras, especificamente nas áreas fraturadas, foram examinadas inicialmente a 140X de aumento, para localização do início da fratura, segundo os princípios da fractografia. Após a localização da provável origem da fratura, foram visualizadas em aumentos que variaram entre 300 e 6.400X para identificação da superfície (dentina, adesivo ou resina). A análise do padrão de fratura foi visual e qualitativa, não sendo submetida à análise estatística.

Apesar de não ser objetivo deste estudo, os métodos de magnificação para análise e classificação das falhas foram comparados.

removidos e os dentes armazenados em água destilada a temperatura ambiente por 24 horas (Figuras 7A a 9A/ Apêndice 2).

#### 4.3 Secção coronária

Após a inclusão, a superfície oclusal dos dentes foi seccionada, com o objetivo de expor superfície plana de dentina, 2,0 mm abaixo da crista marginal. Como referência, esta distância foi medida com paquímetro digital (Digital Caliper, Cosa/ China) e marcada com caneta para retroprojektor. Os dentes foram posicionados em cortadora metalográfica (Struers Minitom – Copenhagen, Dinamarca), perpendicularmente ao disco diamantado de dupla face (EXTEC/Extec Corp., Enfield, EUA) para corte da porção coronária, a velocidade de 3,5 rotações por segundo, sob irrigação de água (Figuras 10A a 12A/ Apêndice 2).

Em seguida, os dentes foram abrasionados em discos de lixa de granulção 220 e 400 (Atlas/Esteio, RS, Brasil) em máquina politriz (Abramin-Struers/ Copenhagen, Dinamarca). Após este procedimento, todos os dentes tiveram a sua superfície de corte avaliada a olho nu, mediante secagem com jatos de ar (Figura 13A/ Apêndice 2). As superfícies deveriam conter esmalte apenas nas margens. Quando encontrado resíduo de esmalte na região de sulcos, os dentes eram novamente lixados. Alguns dentes tiveram cornos pulparex expostos e, por este motivo, foram substituídos. Após o período de 24 horas, iniciou-se o procedimento restaurador.



#### 4.4 Procedimento adesivo/restaurador

Após a secção da coroa, os dentes foram divididos aleatoriamente em três grupos e as superfícies dentinárias foram tratadas em uma estrutura de blocos. Cada bloco continha uma amostra de cada grupo, totalizando 15 blocos.

Todos os dentes foram lavados por 5 segundos com jatos de ar/água, por meio de seringa tríplice e, em seguida, secados com jatos de ar. Após este procedimento, receberam os seguintes tratamentos:

G1 (controle) - as superfícies dentinárias foram condicionadas com solução aquosa de ácido fosfórico a 37%, em duas gotas dispensadas com pipeta e friccionada com pincel de aplicação (Microbrush Co. USA), pelo tempo de 15 segundos (CA), cronometrados em relógio digital, sendo metade do tempo movimentado no sentido médio-distal e metade no sentido vestibulo-lingual. Imediatamente lavadas com jatos de água por 30 segundos (LAV) e secadas suavemente com gaze esterilizada, posicionada sem fricção sobre a superfície de dentina pelo tempo de 5 segundos (SEC);

G2 - procedimentos de CA, LAV, SEC e aplicação de solução aquosa desproteinizante de hipoclorito de sódio (NaOCl) 10%, em duas gotas dispensadas com pipeta, friccionada com pincel durante 15 segundos (DES), dividindo o tempo entre os sentidos médio-distal e vestibulo-lingual. Em seguida foram lavadas com jatos de água por 30s e secadas com gaze esterilizada, sem fricção, durante 5 segundos (Figuras 13A a 20A/ Apêndice 2);

G3 - procedimentos CA, LAV, SEC e DES com solução aquosa desproteinizante de hipoclorito de cálcio  $\text{Ca(OCl)}_2$  10%.

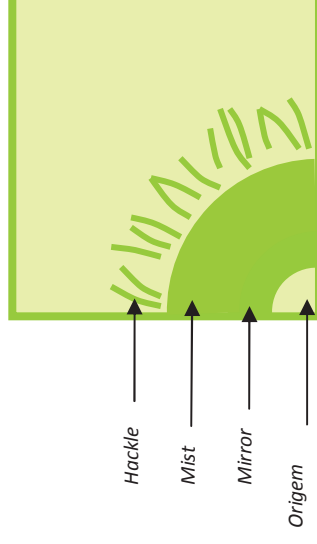


Figura 1 – Esquema das áreas de propagação de trincas mostrados pela análise fractográfica:

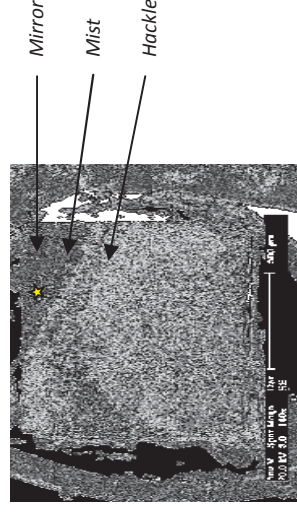


Figura 2 – Palito fraturado examinado em MEV (140X) sob os princípios da fractografia (flechas evidenciam áreas mirror, mist e hackle). Embora apareçam na imagem dentina (canto superior direito), adesivo e resina composta, a falha não foi classificada como mista, mas como adesiva (entre adesivo e dentina) quando considerada a origem (estrela).



paquímetro digital, nos sentidos mesiodistal e vestibulolingual para cálculo da área, em mm<sup>2</sup>. (Figuras 35A e 36A/ Apêndice 2). Os dados foram tabulados e a resistência à fratura de cada espécime foi calculada através da fórmula (1), em que T corresponde à tensão, F à força e A à área:

$$T \text{ (MPa)} = F(N) / A(\text{mm}^2) \quad (1)$$

#### 4.7. Análise do padrão de fratura em Estereomicroscópio

O padrão de fratura foi analisado em amostragem de 5 palitos para cada grupo, tanto na superfície do palito de resina quanto no palito de dentina. Para este procedimento foi utilizado um estereomicroscópio (EM) ao aumento de 40X. Todas as imagens foram analisadas pelo mesmo examinador calibrado. Fotografias digitais foram registradas por meio de máquina fotográfica a 7,2 megapixels (Cyber-shot - SONY, Japão). Princípios de fractografia foram utilizados para classificação do padrão de fratura. A fractografia mostra três regiões para identificação da possível origem da falha: área lisa (*mirror*), área fibrosa ou nebulosa (*mist*) e área de linhas paralelas ou radiais (*hackle*). Estas últimas são radiais e convergem para a origem da falha ou fratura (Figuras 1 e 2). O objetivo deste procedimento foi detectar a origem da fratura, que foi classificada como: 1. Fratura adesiva (início da fratura na camada de adesivo); 2. Coesiva em resina composta; 3. Coesiva em dentina. Esta análise foi visual e qualitativa, não sendo submetida à análise estatística.

As substâncias condicionantes e desproteinizantes foram manipuladas por única operadora, no setor de química da Universidade de Passo Fundo, 24 horas antes dos procedimentos descritos.

Após o tratamento do substrato de acordo com os grupos supracitados, foi aplicado o adesivo a base de acetona Prime & Bond 2.1 (Caulk Dentsply, York, EUA), friccionando com pincel de aplicação pelo tempo de 20 segundos seguidos de jatos de ar por 5 segundos. Em seguida foi realizada a reaplicação do adesivo pelo mesmo período de tempo, seguido de jato de ar durante 5 segundos e fotopolimerização (Fotopolimerizador LED - Radii - SDI, Austrália) a 3 mm de distância por 20 segundos (Figuras 21A e 22A/ Apêndice 2).

Com o objetivo de construir um bloco de resina na forma cilíndrica, cobrindo toda a área de dentina oclusal, foram aplicados sobre a camada de adesivo três incrementos de resina composta (Opallis FGM - Joinville, Brasil), na cor A2, com aproximadamente 2 mm de altura cada camada, com auxílio de uma espátula Duflex ½ (Duflex/SS White - Rio de Janeiro, Brasil), totalizando 6 mm de altura. Cada incremento foi fotopolimerizado inicialmente a uma distância de 1 cm por 10 segundos, seguido de 10 segundos para dissipação de tensões e, após, aproximou-se o aparelho fotopolimerizador aplicando-se a luz por mais 20 segundos. Com o término da aplicação das três camadas de resina, procedeu-se a fotopolimerização final de cada face do platô por 40 segundos. A intensidade de luz foi monitorada com um radiômetro (LD Maxx - Gnatus - Ribeirão Preto-SP, Brasil) a cada grupo de dentes, marcando em média 960 mW/cm<sup>2</sup> (Figuras 23A a 26A/ Apêndice 2).

Ao final desta etapa as amostras foram armazenadas em água destilada a temperatura ambiente pelo período de 3 meses.

#### 4.5 Obtenção dos corpos de prova

Após o período de armazenagem, os dentes restaurados foram seccionados na forma de palitos com 1 mm<sup>2</sup> de área na seção transversal. Para isto, as amostras foram aparafusadas ao suporte metálico da cortadora metalográfica anteriormente citada, de modo que o dente restaurado ficasse com seu longo eixo paralelo ao disco de corte. Para início das seções, foi tomada como referência a face mesial dos dentes. Quando estas faces tocavam suavemente a parte lateral do disco diamantado, girava-se o parafuso micrométrico em 1 volta (correspondente a 1,0 mm) e mais 0,4 mm, para compensação da espessura do disco. Os cortes foram executados a velocidade de 3,5 rotações por segundo, sob irrigação com água destilada. Este procedimento foi adotado em todos os cortes, gerando placas de 1,0 mm de espessura, no sentido mesio-distal de cada dente. A primeira e a última placa geradas pelo corte (fatias) foram desprezadas, uma vez que continham esmalte na interface adesiva (Figuras 27A a 29A/ Apêndice 2). Em seguida, as placas foram unidas com cera pegajosa (ASFER – São Caetano do Sul – SP / Brasil), aquecida sobre a parte ativa de espátula metálica para cera por meio de lamparina. A cera foi fixada aos dentes para que, durante os cortes no sentido vestibulolingual, não houvesse trepidação e geração de tensões que pudessem resultar em fratura dos palitos (Figura 30A/ Apêndice 2).

As amostras foram novamente posicionadas no suporte metálico da cortadora metalográfica, de modo que os cortes anteriores ficassem perpendiculares ao disco de corte. Os cortes sequenciais no sentido vestibulo-lingual dos dentes geraram palitos com aproximadamente 1,0

mm<sup>2</sup> de área. Estes palitos permaneceram presos a raiz dos dentes até que se procedesse a última seção, rente à base de acrílico, para separação dos palitos. Em média, foram obtidos 6 palitos por dente (Figuras 31A e 32A/ Apêndice 2). Destes, foram selecionados 4 palitos, 2 para ensaio de microtração após armazenamento de 3 meses e 2 para ensaio após envelhecimento de 1 ano e 3 meses, resultando em trinta amostras por grupo (n=30). Os palitos armazenados para envelhecimento de 1 ano e 3 meses não serão apresentados neste trabalho de dissertação, sendo apresentados apenas os valores do ensaio imediato (Figuras 27A a 32A/ Apêndice 2).

Os cortes foram realizados em 5 dias consecutivos de trabalho. Após o período de 48 horas, foram submetidos ao ensaio mecânico.

#### 4.6 Ensaio de microtração

Os corpos de prova foram fixados a um dispositivo metálico em forma de guilhotina, especialmente desenvolvido para ensaios de microtração pelo departamento de engenharia mecânica da Universidade de Passo Fundo. Este dispositivo foi fixado a uma máquina universal de ensaios (EMIC DL 2000 – São José dos Pinhais, Brasil). Os palitos foram aderidos individualmente, através de um adesivo de cianacrilato (Superbond – 3M, Sumaré-SP, Brasil) no longo eixo do dispositivo metálico (Figuras 33A e 34A /Apêndice 2). O ensaio de microtração foi conduzido à velocidade de 0,5 mm/min, até ocorrer fratura. No momento da fratura, os valores de força foram registrados através de um computador, em Newton (N). Cada palito foi medido por meio de um