



LUCIANO DE SOUZA GONÇALVES

Cirurgião Dentista



RESISTÊNCIA DA UNIÃO À MICROTRAÇÃO DE SISTEMAS ADESIVOS EM FUNÇÃO DA REMOÇÃO DE COLÁGENO EM DENTES BOVINOS

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para a obtenção do Título de Mestre em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Simonides Consani

**PIRACICABA
2007**

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**
Bibliotecário: Marilene Girello – CRB-8^a. / 6159

G586r	<p>Gonçalves, Luciano de Souza. Resistência da união à microtração de sistemas adesivos em função da remoção de colágeno em dentes bovinos. / Luciano de Souza Gonçalves. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2007.</p> <p style="text-align: center;">Orientador: Simonides Consani. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p style="text-align: center;">1. Resistência dos materiais. 2. Materiais dentários. I. Consani, Simonides. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.</p> <p style="text-align: right;">(mg/fop)</p>
-------	--

Título em Inglês: Microtensile bond strength of adhesive systems as a function of collagen removal in bovine teeth

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Tensile strength. 2. Dental materials

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Simonides Consani, Eduardo Dall’Magro, Lourenço Correr Sobrinho

Data da Defesa: 27-02-2007

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 27 de Fevereiro de 2007, considerou o candidato LUCIANO DE SOUZA GONÇALVES aprovado.

PROF. DR. SIMONIDES CONSANI

PROF. DR. EDUARDO DALL' MAGRO

PROF. DR. LOURENÇO CORNER SOBRINHO

Dedico esse trabalho:

Aos meus pais, **Jorge** e **Joice**, que além de não pouparem esforços para me conduzir até aqui, são meus exemplos de que a dedicação e a honestidade são virtudes que sempre acompanham os vencedores.

Ao meu irmão **Juliano**, que esteve e continua sempre presente com sua alegria e amizade, mesmo quando a distância nesses dias tentava nos afastar.

A minha namorada **Regiane**, que no momento certo soube me fortalecer com seu carinho e compreensão.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao **Prof. Dr. Simonides Consani**, Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, que de maneira insubstituível contribuiu para o meu crescimento científico e humano com sua sabedoria, amizade e dedicação. Obrigado pelas palavras amigas nas horas de dificuldade e pela orientação, mostrando sempre o melhor caminho com simplicidade e experiência.

AGRADECIMENTOS

À direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas na pessoa do seu **Diretor Prof. Dr. Francisco Haiter Neto** e do Diretor Associado **Prof. Dr. Marcelo de Castro Meneghim**.

Ao **Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**, Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, Coordenador Geral de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pela sua dedicação durante o curso e a contribuição para a realização desse trabalho. Obrigado também pela amizade demonstrada no dia a dia e nos momentos de lazer.

À **Prof. Dra. Regina Maria Puppim Rontani** Titular da Área Odontopediatria, Departamento de Odontologia Infantil, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, Coordenadora do Programa de Pós-graduação em Materiais Dentários, pela amizade e paciência, além do convívio engrandecedor durante nosso curso.

Ao **Prof. Doutor Mario Fernando de Goes**, Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas cujo conhecimento e dedicação foram de fundamental importância para minha formação.

Ao **Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**, Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, por todo o conhecimento transmitido e juntamente com todos os seus familiares preocupação

e os agradáveis momentos de descontração em sua casa me acolheram deixando a sensação de estar em família.

À **Profa. Doutora Marcela Rocha de Oliveira Carrilho**, professora da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pelas palavras de incentivo.

Aos Professores Doutores que participaram da banca do exame de qualificação **Regina Maria Puppim Rontani, Mário Alexandre Coelho Sinhoreti e Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo**, pela contribuição no aprimoramento do trabalho.

Ao **Prof. Doutor Eduardo Dall' Magro**, professor da disciplina de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo, o primeiro a acreditar em meu trabalho, agradeço pelo incentivo, confiança e a amizade que me ajudaram a chegar até aqui.

Ao **Prof. Doutor Bruno Carlini Júnior**, professor da disciplina de Dentística da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo, pela amizade e apoio durante o curso e após o curso de graduação.

Ao **Engenheiro Mecânico Marcos Blanco Cangiani**, pela prestatividade, colaboração nos momentos difíceis, e a descontração, tornando o laboratório um ambiente sempre agradável.

À funcionária **Selma Segalla**, pela ajuda imprescindível em todos os momentos que era solicitada.

Ao amigo e colega **William Cunha Brandt**, com o qual tive o prazer de morar por dois anos e a quem agradeço pelo companheirismo nos bons e

maus momentos, mas que valeram a pena para provar que nessas horas que os verdadeiros amigos mostram seu valor.

Aos amigos **Rafael Moraes, Hugo Carlo, Rodrigo Fonseca, Felipe Schneider, Murilo Lopes, Ricardo Vaz, Alberto Antunes, Júlio Almeida, Marcelo Marques, Larissa Cavalcante, Fabiola Galbiatti, Mônica Aratami e Suzana de Fúcio** por estarem presentes em meus melhores momentos, tornando as coisas mais fáceis e deixando a certeza de que jamais serão esquecidos.

Aos **colegas de mestrado e doutorado** deste e de outros programas.

Aos ex-colegas de graduação e eternamente amigos, **Angela Rizzardo, Ellen Muller, Leandro Hilgert, Marcos Boeira, Vinícius Graff e Vinícius Possamai**, que mesmo de longe sempre deixaram clara sua torcida. Vocês estiveram sempre presentes.

A todos os meus **tios e tias, primos e primas**, que acompanharam minha trajetória desde os primeiros passos.

Aos Funcionários **Selma Domingues** (limpeza), **Adriano Martins** (patologia) pelo auxílio e companheirismo e meu professor de Inglês **Jorge Valério** pela ajuda indispensável e amizade.

À **CAPES** pelo auxílio financeiro na concessão da bolsa.

*“Não me entrego sem lutar -
Tenho ainda coração.
Não aprendi a me render:
Que caia o inimigo então”*

Renato Russo

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar dois sistemas adesivos (Prime & Bond 2.1 – PB2.1 e Prime & Bond NT – PBNT) aplicados sobre a dentina de dentes bovinos com prévia aplicação de solução de hipoclorito de sódio (NaOCl) a 10% por um minuto, por meio do teste de resistência de união a microtração em corpos-de-prova submetidos ou não à ciclagem mecânica e degradação hídrica. Quarenta incisivos centrais bovinos tiveram as coroas seccionadas e aleatoriamente separados em oito grupos. O desgaste da área a ser unida foi feito com lixas de granulação 600 e as amostras incluídas em cilindros de PVC. Nos grupos submetidos à ciclagem mecânica, a simulação do ligamento periodontal foi feita com elastômero à base de poliéter. As coroas foram confeccionadas com o compósito TPH Spectrum em incrementos de aproximadamente 2mm de espessura, com fotoativação de 20s por incremento, até completar 5,0mm de altura, sendo os grupos sem ciclagem mecânica: G1 – sistema adesivo PB2.1, G2 – sistema adesivo PBNT, G3 – sistema adesivo PB2.1 após tratamento com hipoclorito de sódio 10% por 60s e lavagem com água por 30s, e G4 – sistema adesivo PBNT após tratamento com hipoclorito de sódio 10% por 60s e lavagem com água por 30s. O mesmo tratamento foi realizado nos dentes dos grupos G5, G6, G7 e G8, submetidos a 50.000 ciclos mecânicos, após armazenagem por 24 horas. As amostras foram armazenadas por 24 horas em ambiente a 37°C com umidade relativa de 100% e depois seccionados para a obtenção dos palitos, com secção lateral de 0,8mm. O ensaio foi realizado numa máquina universal. Metade dos palitos de cada amostra foi armazenada por 60 dias em água destilada a 37°C, para observação dos efeitos da degradação hídrica. Os padrões de fratura foram observados em Microscópio Eletrônico de Varredura (110x). Os resultados obtidos (MPa) foram: G1a - 29,69 (6,63), G2a - 47,82 (4,70); G3a - 50,66 (9,14); G4a - 52,42 (11,82); G5a - 31,79 (10,73); G6a - 32,74 (9,62); G7a - 42,56 (7,52) e G8a - 43,34 (16,75) para os grupos ensaiados após 24 horas. Para os grupos após 60 dias, os resultados foram: G1b - 11,49 (4,22); G2b - 31,49 (5,76); G3b - 46,50

(13,66); G4b - 48,78 (7,73); G5b - 15,05 (6,85); G6b - 17,05 (7,18); G7b - 43,36 (7,26) e G8b 48,83 (12,22). Os valores foram submetidos à análise estatística. O tratamento com hipoclorito de sódio mostrou valores estatisticamente semelhantes para o teste de resistência de união à microtração com ambos adesivos, quando os tempos 24 horas e 60 dias foram comparados, nos grupos ciclados ou não. Os grupos não tratados com NaOCl apresentaram valores estatisticamente inferiores após o armazenamento por 60 dias, quando comparado com os grupos após 24 horas. Dentro das limitações do estudo foi possível concluir que o tratamento com NaOCl aumentou os valores de resistência da união dos adesivos PB2.1 e PBNT testados 24 horas após a confecção das restaurações. Os grupos desproteinizados apresentaram-se menos susceptíveis a degradação hídrica quando comparados aos grupos restaurados com a técnica adesiva convencional.

Palavras-chave: Resistência da união, microtração, sistema adesivo, remoção de colágeno

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the microtensile bond strength of two adhesive systems (Prime & Bond 2.1 – PB2.1 and Prime & Bond NT – PBNT) applied to bovine dentin previously treated with 10% sodium hypochlorite (NaOCl) solution. Specimens were submitted or not to mechanical cycling and hydrolytic degradation. Crowns of forty central incisors were sectioned and were randomly assigned to eight groups. Surface flattening of the area to be bonded was performed with 600-grit silicon carbide paper, and teeth were then embedded in PVC cylinders. For mechanical cycling groups, simulation of periodontal ligament was carried out with polyether-based elastomeric impression material. A 5-mm layer of resin was build up on the flattened surface using TPH Spectrum composite, adding 2-mm increments at a time, photocured for 20s. Groups not submitted to mechanical cycling: G1 – PB2.1; G2 – PBNT; G3 – PB2.1 after treatment with 10% NaOCl for 60s and rinsing with water for 30s; and G4 – PBNT after treatment with 10% NaOCl for 60s and rinsing with water for 30s. The same was conducted in groups G5, G6, G7 and G8, which were submitted to 50,000 mechanical cycles 24h after restorative procedures. After cycling, the specimens were stored at 37° C for 24h, and 100% relative humidity, and then sectioned to obtain 0.8mm-thick beams. Instron machine was used to test microtensile bond strength, at a cross-head speed of 0.5mm/min. Half of the beams were stored at 37° C for 60 days in distilled water, which was changed every week, to observe hydrolytic degradation effects. Fracture patterns were observed under scanning electron microscopy (110x). Results for the bond strength (MPa) at 24h were G1a – 29.69 (6.63), G2a – 47.82 (4.70); G3a – 50.66 (9.14); G4a – 52.42 (11.82); G5a – 31.79 (10.73); G6a – 32.74 (9.62); G7a – 42.56 (7.52) e G8a – 43.34 (16.75). For the groups tested after 60 days, the results were G1b – 11.49 (4.22); G2b – 31.49 (5.76); G3b – 46.50 (13.66); G4b – 48.78 (7.73); G5b – 15.05 (6.85); G6b – 17.05 (7.18); G7b – 43.36 (7.26) e G8b 48.83 (12.22). Data were submitted to statistics analisys . For both adhesives, specimens treated with NaOCl showed no statistically difference bond

strength values for the 24-h test period when compared to the 60-day period, considering groups submitted or not to mechanical cycling. Untreated groups showed statistically lower values after 60 days compared to 24h. Within the limitations of this study, it was concluded that the treatment with NaOCl increased the bond strength values of Prime & Bond 2.1 and Prime & Bond NT tested 24h after preparation of the specimens. The groups submitted to deproteinization were found to be less susceptible to hydrolytic degradation when compared to groups restored using the conventional adhesive technique.

Key words: Bond strength, microtensile, adhesive system, collagen removing

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DA LITERATURA	4
3. PROPOSIÇÃO	32
4. MATERIAL E MÉTODOS	33
5. RESULTADOS	45
6. DISCUSSÃO	52
7. CONCLUSÃO	58
REFERÊNCIAS	59
ANEXO	63

1 – INTRODUÇÃO

Desde o início da Odontologia adesiva estabelecida com o condicionamento ácido do esmalte por Buonocore (1955) tem-se buscado uma adesão em dentina tão eficiente quanto à obtida em estrutura de esmalte para o sucesso da crescente demanda de restaurações estéticas de resina composta.

A complexidade da dentina é evidente quando comparada com o substrato esmalte. O maior conteúdo orgânico e a presença da água dificultam o processo de adesão ao tecido dentinário. Em 1982, Nakabayashi *et al.* observaram infiltração da resina hidrófila à base de 4-META envolvendo a matriz de colágeno exposto pela desmineralização. Em 1992, Nakabayashi *et al.* denominaram essa estrutura complexa de camada híbrida. De acordo com De Munck *et al.* (2005), diversos estudos têm sido realizados com a intenção de melhorar a adesão à dentina, resultando no desenvolvimento de vários sistemas de união, diferentes técnicas de condicionamento e tipos de aplicação.

A resistência da união dos sistemas adesivos disponíveis mostra-se satisfatória alcançando valores em torno de 40MPa, demonstrado por De Munck *et al.* (2005) em ampla revisão de literatura. Porém, Shono *et al.* (1999) demonstraram que a adesão ao substrato dentinário era passível de degradação, com diminuição significativa dos valores de resistência em função do tempo. Portanto, a durabilidade da união mostra-se como fator importante para o sucesso das restaurações adesivas a longo prazo.

A função do colágeno e da camada híbrida no processo de adesão parece não estar bem determinada. Para autores como Pashley & Carvalho (1997) e Cederlund *et al.* (2002), o colágeno teria papel importante na resistência da união de compósitos à estrutura dental. Uno & Finger (1995) afirmaram que o módulo de elasticidade da camada híbrida estaria próximo ao da dentina e que a rede de colágeno agiria como absorvedor de tensões induzidas durante a mastigação. Santos *et al.* (2005) relataram a diminuição da resistência da união quando um sistema adesivo a base de etanol e água foi testado mas técnicas

convencionais e desproteinizadas, principalmente quando as amostras eram submetidas a ciclagem mecânica.

Com isso, a técnica da remoção do colágeno com hipoclorito de sódio da superfície desmineralizada da dentina passou a ser uma alternativa para melhorar a resistência adesiva entre os compósitos restauradores e a estrutura dental (Gwinnett,1994; Vargas *et al.*, 1997). Em estudos como de Correr *et al.*, (2004) a desproteinação não influenciou a resistência da união nos sistemas adesivos testados.

Autores como Inai *et al.* (1998), Saboia *et al.* (2000), Toledano *et al.* (2002) e Silva *et al.* (2006) relataram aumento na resistência da união a estrutura dental quando o colágeno foi removido. Um dos fatores responsáveis por esse aumento da resistência da união seria a modificação promovida na superfície da dentina como aumento do diâmetro da embocadura dos túbulos dentinários e a abertura de poros e canais acessórios relatada por autores como Prati *et al.*, (1999); Mountouris *et al.*, (2004), Montes *et al.* (2005) e Correr *et al.*, (2006).

Um dos problemas relatados por autores como Pashley *et al.*, (1993); Perdigão *et al.* (1996); Spencer & Swafford (1999); Wang & Spencer, (2002); Spencer & Wang, (2002) é a presença de espaços na interface de união. Quando o adesivo não consegue penetrar de maneira satisfatória na dentina desmineralizada, ocorre a formação de microfendas que permitem a passagem de fluidos bucais. Segundo alguns autores (Sano *et al.*, 1995; Spencer & Wang, 2002; Wang & Spencer, 2003), infiltrações deficientes de adesivo em áreas onde há grande quantidade de colágeno exposto tornam a área mais susceptível à degradação hídrica. Essa degradação compromete a união do compósito ao substrato, gerando implicações clínicas que podem levar à perda da restauração.

Os diversos estudos utilizando a técnica de desproteinação mostraram resultados contraditórios e conflitantes. Em adição, o tipo de adesivo empregado parece influenciar de maneira evidente nos resultados obtidos com essa técnica (Vargas *et al.*, 1997 e Saboia *et al.*, 2000).

Inai *et al.* (1998); Saboia *et al.* (2000) e Toledano *et al.* (2002) concluíram que adesivos diluídos em acetona apresentavam aumento significativo da resistência da união quando aplicados sobre a dentina desproteínizada, diferentemente do que ocorreu com os adesivos à base de água e etanol, que apresentaram diminuição significativa da força de adesão.

Outro fator de grande importância no emprego da técnica da desproteínização é a utilização de sistemas adesivos que não apresentem monômeros hidrófilos em sua composição, como o HEMA, dando preferência a monômeros hidrófobos, pois estes formam polímeros menos suscetíveis a hidrólise como demonstrado por Silva *et al.* (2006), pois a remoção do colágeno favorece a aplicação desses monômeros.

Diante dessas considerações, seria oportuno verificar o efeito da remoção das fibrilas de colágeno com hipoclorito de sódio na resistência da união à microtração de sistemas adesivos.

2 – REVISÃO DA LITERATURA

2.1 – Adesão à dentina

Na tentativa de obter melhor retenção da resina acrílica aos tecidos dentais, Buonocore (1955) condicionou o esmalte dentário utilizando duas técnicas: 1- associação de fosfomolibdato a 50% com ácido oxálico a 10%; 2- condicionamento com ácido fosfórico a 85%. Os dois métodos foram comparados ao grupo controle, onde os condicionadores foram substituídos por água. Ambos os tratamentos melhoraram a adesão da resina ao esmalte. Dentre os grupos experimentais, o ácido fosfórico apresentou resultado melhor, além da técnica de aplicação ser mais simples do que a do ácido oxálico.

Em 1982, Nakabayashi *et al.* avaliaram a união de adesivos à dentina, sugerindo a utilização do condicionamento como ocorria em esmalte. Eles avaliaram a resistência à tração de restaurações de poli (metil metacrilato) unidas ao esmalte e dentina humana e bovina, condicionadas com solução aquosa de ácido cítrico a 1% e ferro clorado a 1% (1:1), ou ácido cítrico a 10% e ferro clorado a 3% (10:3). Um disco de resina acrílica foi cimentado sobre a superfície dental com dois diferentes monômeros: apenas monômero de MMA ou 5% de 4-META em MMA. Concluíram que a adesão aos tecidos dentais ocorria devido à penetração dos monômeros dentro do substrato. A solução 10:3 mostrou-se mais eficiente, aumentando os valores de resistência à tração, com a vantagem de ser eficaz tanto em esmalte quanto em dentina.

Em 1992, Nakabayashi observou em microscopia eletrônica de varredura e transmissão dentes humanos condicionados com soluções ácidas, dentre elas a solução 10:3 e infiltrados com resina a base de 4-META/MMA-TBB, observando a presença de uma estrutura de 5µm ácido resistente, intercalando a resina restauradora e a dentina, que consistia num emaranhado de fibrilas

colágenas e cristais de hidroxiapatita envolvidas pelo adesivo polimerizado, chamando-a de camada híbrida. O autor observou que em alguns casos não ocorria infiltração completa dos monômeros dentro do substrato dentinário, devido à difusibilidade do tecido e ao colapso das fibrilas de colágeno durante o procedimento de secagem, permitindo a degradação do colágeno não protegido pelo adesivo. O autor considerou que o desenvolvimento de uma camada híbrida insolúvel, ácido resistente e com afinidade aos tecidos dentais era fundamental para obtenção de uma adesão estável e o fim da micro-infiltração e suas conseqüências.

Pashley *et al.* (1993) observaram em MEV a superfície e sub-superfície da dentina fraturada (sem *smear layer*) e desgastada com ponta diamantada (com *smear layer*) e essas mesmas condições com condicionamento com ácido fosfórico por 30 segundos, associados às técnicas úmida e seca com jato de ar. Antes do condicionamento, a abertura dos túbulos dentinários para a dentina fraturada era evidente, enquanto no grupo com *smear layer* a embocadura dos túbulos não podia ser observada com nitidez. Após o condicionamento a *smear layer* foi removida em ambos os casos, porém, quando a dentina era secada com jato de ar, observou-se colapso das fibrilas colágenas e diminuição dos espaços interfibrilares, o que dificultaria a penetração do adesivo. O número de espaços entre as fibrilas era maior nas camadas abaixo da superfície, o que dificultaria a passagem do adesivo para os níveis mais internos da dentina. Isso provavelmente ocorria porque a água não fornecia suporte tão eficiente como a hidroxiapatita para as fibrilas colágenas, dificultando a passagem dos monômeros e ocasionando fibrilas colágenas expostas sem a proteção de adesivo. O condicionamento influenciava a difusão do adesivo dentro do substrato dentinário desmineralizado, podendo dificultar o preenchimento dos espaços deixados pelo conteúdo mineral removido.

Sano *et al.* (1995) avaliaram o percurso da infiltração dentro da camada híbrida através da técnica chamada nanoinfiltração com nitrato de prata como corante. Cavidades classe cinco com margens em esmalte e dentina foram restauradas com compósito Silux Plus, sistemas adesivos comerciais All-Bond 2 (Bisco), Superbond C&B (Sun Medical), Scotchbond Multi-Usó (3M), Clearfil Liner Bond System (Kuraray) e adesivo experimental auto condicionante KB-200 (Kuraray). Após as restaurações, as amostras foram armazenadas por 24 horas a 37°C e submetidas ao acabamento com pontas diamantadas ultrafinas em baixa rotação refrigeradas à água. Os dentes foram imersos em solução de nitrato de prata na concentração de 3 mol/L em ambiente escuro por 24 horas, lavadas em água corrente por um minuto e imersas por oito horas em solução reveladora. As amostras foram seccionadas com 0,5 mm de espessura e observadas em MEV. Os escores foram obtidos através da regra matemática $S = p/L \times 100$, onde S é o valor do escore, p – penetração do nitrato de prata e L – o comprimento total da parede da cavidade. Não foi detectada fenda ou infiltração nas margens em esmalte. A maioria dos sistemas adesivos apresentou fendas nas margens em dentina, com exceção do Scotchbond Multi-Usó e o Clearfil Liner Bond System. Observou-se a presença de infiltração em todos os sistemas adesivos, mesmo com ausência de fendas. Segundo os autores, isso provavelmente ocorria pela presença de microporos baixo da camada de adesivo, gerado pela contração de polimerização, permitindo o acesso de fluidos bucais que degradavam a união. Os autores concluíram que os adesivos podiam gerar margens sem fenda, e mesmo assim permitia a infiltração do nitrato de prata. Essa nanoinfiltração ocorria devido à presença de espaços nanométricos sob a camada híbrida. Nesse estudo os adesivos apresentaram valores decrescentes de nanoinfiltração All-Bond 2, Superbond C&B, Scotchbond Multi-Usó, Clearfil Liner Bond System e KB-200.

Jacobsen e Söderholm (1995) avaliaram a resistência da união sob influenciada do tipo de solvente empregado *em primers* dentinários, tempo de aplicação e grau de conversão de resinas contaminada por água. Dois *primers*

contendo 35% de HEMA e 65% de água ou acetona foram aplicados por 30 ou 120 segundos sobre superfícies de dentina condicionadas com ácido fosfórico a 10%. Sobre as superfícies foi aplicado um adesivo experimental fotopolimerizado por 40 segundos e confeccionados cilindros de resina composta com 3,0mm de diâmetro e altura. As amostras foram armazenadas em água a 37°C por 30 dias. As amostras para verificar o grau de conversão foram confeccionadas com resina composta experimental e, a ela, acrescentadas 6 diferentes quantidades de água: 0,08; 0,10; 0,20; 0,40 e 0,80mL. Como controle foram confeccionadas amostras sem adição de água. As amostras foram inseridas em matrizes e fotopolimerizadas por 180s, e preparadas para Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier (FTIR). Os resultados do teste da resistência ao cisalhamento mostraram que o *primer* à base de HEMA/acetona obteve valores de resistência de união estatisticamente superior ao *primer* à base de HEMA/água. O aumento do tempo de aplicação aumentou significativamente os valores de resistência de união para o *primer* à base de HEMA/água, mesmo assim o grupo diluído em acetona ainda apresentou valores estatisticamente superiores. A resistência de união para o *primer* à base de HEMA/acetona não foi alterada pelo tempo de aplicação. Os autores concluíram que o *primer* HEMA/acetona apresentou melhor difusão na malha de colágeno removendo a água existente entre as fibrilas. O FTIR demonstrou que o monômero pode ser eficientemente polimerizado na presença de água.

Com o objetivo de investigar a interação dos agentes de união com o substrato dentinário, Perdigão *et al.* (1996) utilizaram num estudo *in vivo* seis sistemas adesivos em cavidades de Classe I para observação em MEV *field-emission*. Para o preparo das amostras foi realizada a fixação das coroas com glutaraldeído 2,5% em tampão cacodilato de sódio 0,1M em pH 7,4 por 12 horas a 4°C. Após a fixação, as amostras foram lavadas com a mesma solução tampão com concentração 0,2M por 1 hora com três trocas seguidas de água destilada por 1 minuto. As amostras foram desidratadas em concentrações crescentes de etanol

(25% por 20 minutos, 50% por 20 minutos, 75% por 20 minutos, 95% por 30 minutos e 100% por 60 minutos) e então imersas em HMDS (hexametildizilazano). Algumas amostras apresentaram áreas de adesão sem fendas, porém, todas apresentaram desunião entre as zonas de transição e interdifusão dentina-resina. Segundo os autores, esse fato pode ter ocorrido pela presença de bolhas de ar ou finas camadas de adesivo polimerizado, confirmando que os sistemas adesivos não formam camadas uniformes sobre a dentina e a resina composta não penetra os túbulos dentinários.

Pashley & Carvalho (1997) elaboraram uma revisão da literatura para elucidar o mecanismo de permeabilidade dos adesivos ao substrato dentinário. O condicionamento ácido realizado na superfície da dentina removia a *smear layer*, *smear plugs* e o conteúdo mineral aumentado a difusão do sistema adesivo dentro do substrato, preenchendo os espaços formados entre as fibrilas de colágeno. Essa difusão era classificada pelos autores como permeabilidade dentinária intertubular. O preenchimento desses espaços e a posterior polimerização desses monômeros formavam a camada híbrida, que juntamente com os prolongamentos resinosos eram os responsáveis pela união à dentina. Esse mesmo conteúdo orgânico responsável pela união dificultava a penetração do adesivo, que era acentuada quando a secagem era excessiva, promovendo o colapso das fibrilas e obliterando os espaços deixados pelo condicionamento. Isso podia ser comprovado pela redução da resistência da união quando as condições secas e úmidas eram comparadas. Apesar disso, o excesso de umidade também era nocivo à união, pois a água além de ocupar os espaços podia diluir a concentração dos monômeros. Os autores ressaltaram a importância do conhecimento das diversas condições em que a dentina se apresentava, como diferentes profundidades, para a execução de uma técnica adesiva bem sucedida.

Em 1999, Spencer & Swafford desenvolveram uma técnica não destrutiva para corar e identificar proteínas colágenas expostas pelo

condicionamento ácido e hibridizadas com os sistemas adesivos Scotchbond Multi-Use (ácido maléico a 10%), Scotchbond Multi-Use Plus (ácido fosfórico a 35%) e Single Bond (ácido fosfórico a 35%). A superfície oclusal de 15 terceiros molares humanos não erupcionados (n=5) foi seccionada e preparada com lixa de carboneto de tungstênio de granulação 600 para padronização da *smear layer*. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. Todas as amostras foram fotoativadas por 1 minuto. Fatias perpendiculares à interface adesiva foram confeccionadas nas dimensões de 10 mm de comprimento por 2mm de largura e 2mm de espessura. Os cortes foram preparados para microscopia óptica com o corante Tricromo de Goldner, que destacava as proteínas expostas na cor vermelha, tecido mineralizado na cor verde, enquanto as proteínas parcialmente cobertas com adesivo ou *primer* apareciam na cor laranja. Outros cortes foram preparados para MEV ou MET. A microscopia óptica revelou a presença de proteína exposta na interface adesiva. Esses achados foram confirmados pela microscopia eletrônica. Os autores concluíram que a identificação *in vitro* dos espaços resultantes da infiltração deficiente do adesivo na malha de colágeno era o primeiro passo para a localização de pontos susceptíveis à degradação da interface adesiva.

Shono *et al.* (1999) avaliaram por meio do teste de microtração modificado, a degradação de três sistemas adesivos em dentina profunda comparados ao grupo controle com dois cilindros de resina composta pré-polimerizada unidos ao sistema adesivo. Trinta molares humanos tiveram suas coroas seccionadas, produzindo uma superfície plana onde foram confeccionadas as coroas de resina composta, em associação com os sistemas adesivos: MacBond (MB) (Tokuso Corporation, Japão), OneStep (OS) (Bisco, EUA) e Clearfil Liner Bond 2 (LB 2) (Kuraray, Japão). Para confecção do grupo controle, seis cilindros de resina composta pré-polimerizada foram unidos dois a dois pela base com sistema adesivo OS. Após 24 horas de armazenamento em água, as amostras foram seccionadas verticalmente em palitos de 1x1x8mm. Após o teste

foi observado que apenas nos grupos OS em dentina superficial, LB 2 em dentina superficial e o controle, a resistência da união não sofreu redução estatisticamente significativa. A diminuição de resistência foi atribuída pelos autores à hidrólise da rede de colágeno não infiltrada pelo adesivo. A secção das amostras em pequenos palitos acelerou o processo de degradação da adesão à dentina profunda para todos os sistemas adesivos testados, embora essa versão para o teste de microtração seja válido para avaliar esse tipo de união.

Em 1999, Tay *et al.* estudaram *in vitro* a ultra-estrutura da interface do adesivo Prime & Bond NT (Dentsply), com carga nanométrica de sílica coloidal com o objetivo de determinar a distribuição de partículas dentro da rede de colágeno e da camada híbrida. Vinte e quatro discos de dentina foram divididos em dois grupos e aplicadas duas técnicas de condicionamento. Grupo 1, usando autocondicionante e Grupo 2, condicionado com ácido fosfórico 36% na forma de gel. Após o condicionamento uma única camada de adesivo foi aplicada e fotopolimerizada. Os discos de dentina unidos em pares foram processados para exame em microscópio eletrônico de transmissão (MET). Cortes não desmineralizados foram usados para a análise STEM/EDX com o objetivo de verificar a distribuição dos elementos pela interface resina-dentina. Além disso, quatro discos de dentina foram unidos com o adesivo genérico (HEMA / TBBO) para corar o colágeno e proteoglicanos ao exame em MET. Em ambos os grupos, as partículas ficaram aglomeradas na camada adesiva ao redor dos túbulos dentinários, mas não foram encontrados dentro dos espaços interfibrilares da camada híbrida. Análise por EDX mostrou distribuição predominante de silício (Si) dentro da camada adesiva e em torno dos túbulos. Fósforo (P) estava presente dentro da camada híbrida e camada adesiva no Grupo 2. Os autores concluíram que a agregação das nanopartículas dentro do adesivo resultava em aglomerados que eram grandes para infiltrar nos espaços interfibrilares da camada híbrida. A retenção no interior da matriz de colágeno desmineralizada também podia impedir a infiltração das nanopartículas.

Em 2002, Wang & Spencer propuseram o uso da microespectroscopia Confocal Raman para determinar o grau de infiltração dos sistemas adesivos Scotchbond Multi-Usó Plus (3M), Single Bond (3M) e Prime Bond NT (Dentsply) na interface adesivo-dentina realizada na técnica úmida. Foram coletados os espectros Raman do colágeno tipo I, de cada sistema adesivo isoladamente e de diferentes misturas dos sistemas adesivos com o colágeno para comparar com a espectroscopia obtida nas interfaces adesivo/dentina. As superfícies de dentina foram tratadas com os agentes de união e submetidas ao exame de espectroscopia. Os resultados mostraram diminuição gradual na concentração em função da profundidade para os três sistemas adesivos. O adesivo Scotchbond Multi-Usó Plus apresentou maior diminuição, seguidos pelo Single Bond e Prime Bond NT. Essas diferenças estavam associadas à composições e segregação das diferentes fases dos materiais. Isto revelava que nem toda rede de colágeno exposta pela desmineralização era envolvida pela matriz resinosa dos adesivos, deixando as fibrilas expostas a fluidos bucais e vulneráveis ao ataque de enzimas. Os autores concluíram que a microespectroscopia Confocal Raman era um método eficiente para quantificar a penetração de adesivos na interface de união.

Hashimoto *et al.*, (2002a) investigaram a correlação entre a resistência da união, modo de falha e quantidade de monômero infiltrado na dentina desmineralizada para as técnicas úmida e seca de adesão com dois sistemas adesivos à base de acetona (Prime & Bond NT + ácido fosfórico a 36%, DENTSPLY e One-Step + ácido fosfórico a 32%, BISCO). Para a técnica úmida, a dentina exposta foi condicionada por 15 segundos com o ácido pertencente ao respectivo sistema adesivo e a seguir lavado com jato de ar e água. Apenas o excesso de água foi removido e os adesivos aplicados de acordo com as recomendações do fabricante e fotopolimerizados por 10 segundos. As restaurações foram confeccionadas com 6 incrementos de 1,0mm de espessura cada, com os compósitos AELITEFIL para o adesivo One-Step e Dyract AP para o

Prime & Bond NT. Para a técnica seca, os mesmos procedimentos foram adotados, porém a secagem foi realizada com jato de ar por 5 segundos a uma distancia de 10cm da superfície. O teste da resistência da união foi realizado 24 horas após o termino das restaurações. A classificação dos padrões de fratura foi realizada em MEV – *Field Emission* e divididos em cinco grupos: falha coesiva na resina, falha dentro do adesivo, falha no topo da camada híbrida, falha dentro da camada híbrida e falha na dentina desmineralizada. Dois cortes de cada dente perpendiculares à área de união foram utilizados para análise a laser Raman. Para o adesivo One-Step foi encontrada diferença estatística significativa entre as técnicas úmida ($55,1 \pm 12,3$ MPa) e seca ($11,9 \pm 5,6$ MPa). Prime & Bond NT não apresentou diferença estatística entre as técnicas úmida ($39,1 \pm 21,1$ MPa) e seca ($32,7 \pm 17,9$ MPa). O modo de falha mais freqüente foi no topo da camada híbrida. A análise de regressão mostrou aumento dos valores de resistência da união a medida que a área do topo da camada híbrida nas fraturas diminui, enquanto os demais tipos aumentam. O Raman mostrou infiltração estatisticamente superior na técnica úmida para ambos adesivos.

Hashimoto *et al.* (2002b) verificaram a influência dos tempos de condicionamento sobre a resistência da união e o modo de fratura de dois sistemas adesivos. Para o sistema One-Step (BISCO) foi utilizado o condicionamento com ácido fosfórico gel a 32% e a restauração confeccionada com compósito Aelitefil, ambos do mesmo fabricante. Para o sistema OptiBond Solo (KERR) foram utilizados ácido fosfórico a 37,5% e compósito Prodigy também da KERR. Como grupo controle os sistemas adesivos foram utilizados de acordo com os fabricantes, que recomendavam tempo de 15 segundos para ambos adesivos e fotoativação por 10 segundos. Os dentes foram restaurados com 4 incrementos de 1mm e fotoativação por 60 segundos. As amostras foram ensaiadas após 24 horas. Para ambos adesivos, o grupo controle diferiu estatisticamente dos demais, porém para o sistema One-Step, a resistência da união diminuiu com o aumento do tempo de condicionamento, enquanto para o

sistema OptiBond Solo os grupos condicionados por 60, 120 e 180 segundos não diferiram estatisticamente entre si. A análise do padrão de falha mostrou aumento no número de fraturas na base da camada híbrida com aumento do tempo de condicionamento. Isso possivelmente ocorreu devido a maior concentração de tensões na região das fibrilas colágenas expostas pela desmineralização e infiltração incompleta do adesivo. Os autores concluíram que esta região desmineralizada não hibridizada afetou a resistência da união e houve relação nos valores de resistência da união e o tipo de modo de falha.

Spencer & Wang estudaram, em 2002, a influência da separação de fases dos adesivos à base de Bis-GMA nas características estruturais da camada híbrida. Diferentes soluções com diferentes concentrações de Bis-GMA e HEMA, contendo ou não etanol e o adesivo comercial Single Bond (3M) foram associados à água em concentrações que variaram de zero a 50%, agitados ultrasonicamente e polimerizados para serem testados com a Microespectroscopia Raman. O adesivo Single Bond foi aplicado sobre a dentina de terceiros molares extraídos para a análise em MEV da interface de união. A espectroscopia Raman demonstrou que tanto as misturas experimentais quanto o adesivo comercial apresentaram separação de fase com a presença de um volume de 25% em peso de água, sendo as partículas que cercavam a matriz compostas principalmente por Bis-GMA e HEMA. Ao analisar a interface adesivo/dentina com o MEV observaram a presença de porosidades e *tags* frágeis e quebradiços. Através do espectro da área constatou-se que a concentração do Bis-GMA diminuía em 50% após o primeiro micrometro de profundidade. Os autores concluíram que a água inibia a penetração dos monômeros, principalmente os hidrófobos, como o Bis-GMA, gerando microestrutura frágil e presença de espaços que conferiam vulnerabilidade à interface de união.

Para comparar a qualidade e a estrutura molecular da interface adesivo/dentina comparando técnica adesiva úmida com a técnica chamada

dentina desmineralizada adesivo infiltrada (AIDD), realizada em condições controladas para formação de uma camada híbrida mais próxima do ideal. Wang & Spencer (2003) utilizaram fatias de dentina desmineralizadas em solução de EDTA 0,5 M por sete dias, lavadas e desidratadas em banhos de doze horas em concentrações de 74, 95 e 100% de etanol. Após a desidratação as amostras foram imersas no sistema adesivo Single Bond em ambiente escuro por 72 horas. Três das amostras foram polimerizadas ao final do tempo de armazenamento, enquanto as demais foram armazenadas com vácuo por 24 horas para remoção do solvente residual e então polimerizadas. A técnica adesiva úmida foi realizada conforme as recomendações do fabricante. As amostras foram preparadas para espectroscopia Raman e técnica histológica com tricromo de Goldner. Para a interface adesivo/dentina o tricromo de Goldner revelou a presença de colágeno exposto, corado em vermelho, confirmado pela espectroscopia Raman que também mostrou diminuição da quantidade de adesivo com o aumento da profundidade. Na técnica AIDD, observou-se uma larga faixa de interação entre o adesivo e o colágeno, corado na cor laranja. Os autores concluíram que os resultados dos exames histomorfológicos e espectroscópicos sugeriam que a interface adesivo/dentina apresentava poros na rede de colágeno infiltrada principalmente pela instabilidade hidrolítica do HEMA.

Yamauti, *et al.*, (2003) verificaram o efeito do NaOCl na degradação de dois sistemas adesivos. As amostras foram confeccionadas com os sistemas OptiBond Solo (OBS) - KERR, de condicionamento ácido total e Clearfil Liner Bond 2V (LB2V) - KURARAY, autocondicionante, utilizados conforme a recomendação dos fabricantes e armazenados em água destilada por 24 horas. Os palitos foram cortados e separados em 6 grupos, controle e cinco grupos experimentais para cada adesivo. Os grupos de 1 a 5 foram armazenados em NaOCl a 10% por períodos de 1 a 5 horas respectivamente, removidos, lavados em água destilada e testados em máquina universal de ensaio, com os padrões de fratura observados em MEV. Os valores de resistência da união foram reduzidos a

metade após 1 hora de armazenamento em NaOCl para ambos adesivos. Embora os valores continuassem diminuindo, não houve diferença estatística no período entre 1 e 4 horas. Os autores afirmaram que não foi possível calcular os valores de resistência da união após 4 horas devido ao alto desvio padrão e ao reduzido número de amostras. Para o sistema adesivo OBS a área dissolvida aumentou com tempo de armazenamento, enquanto para o LB2V não foi possível definir com exatidão em algumas amostras as áreas dissolvidas. Isso foi atribuído às diferentes intensidades dos condicionamentos dos dois sistemas. A camada híbrida formada pelo OBS apresentou maior conteúdo de substrato orgânico e a degradação desse colágeno comprometeu a estrutura da interface de união como um todo. Para o LB2V a dentina peritubular foi menos afetada pelo condicionamento e degradação, possivelmente porque os autocondicionantes não removem totalmente a fase mineral e a infiltração do monômero resinoso ocorre simultaneamente à desproteinização, deixando menos matéria orgânica exposta. Ao final do estudo, os autores especularam que a estrutura formada pelo LB2V seria menos susceptível a ação proteolítica no ambiente bucal que a OBS.

De Munck *et al.* (2005) classificaram os adesivos quanto à necessidade de condicionamento ácido e do número de passos clínicos e avaliaram os métodos clínicos e laboratoriais para testar a durabilidade da resistência de união dos sistemas adesivos disponíveis, mostrando sua evolução. Os autores citam o teste de microtração como os meios mais usuais para testar a resistência da união apresentando valores em torno de 40 MPa. Esse teste juntamente com os métodos para acelerar o envelhecimento de restaurações *in vitro*, como ciclagem mecânica e armazenamento dos corpos-de-prova em água a 37°C, tentam prever o comportamento de restaurações devido à dificuldade dessa modalidade de estudo. Foi possível prever a longevidade dos adesivos com os ensaios laboratoriais. O modo de degradação *in vitro* mais efetivo foi o das micro-amostras em água. Em três meses de armazenamento, todas as classes de

adesivos apresentaram sinais evidentes de degradação, semelhantes aos apresentados em degradações *in vivo*.

2.2 – Desproteínização

Gwinnett (1994) verificou a influência da superfície rica em colágeno da área desmineralizada na adesão de materiais restauradores ao tecido dental. Para o teste de resistência ao cisalhamento foram utilizados os sistemas adesivos: All Bond 2 com resina BisFil, Optibond Dual Cure com o compósito XRV e Adesivo Scotchbond Multi Uso com o compósito Z100. Para confecção das amostras os sistemas adesivos foram submetidos a diferentes tipos de condicionamento, ácido maléico a 10% por 15s, ácido fosfórico a 10% por 20s, ácido nítrico a 2,5% por 60s e ácido fosfórico a 10% por 20s com a aplicação de NaOCl a 5% por 20s. Após o teste da resistência ao cisalhamento verificou-se não haver diferença estatística significativa entre os grupos, apenas uma tendência aritmética de menores valores para o grupo com o sistema Scotchbond Multi Uso condicionado com ácido maléico. O autor conclui que quando a técnica úmida é utilizada para realização do procedimento adesivo, não foi necessário utilizar o passo da desproteínização para aumentar a resistência da união dos materiais restauradores à dentina.

Uno & Finger (1995) avaliaram o efeito da desproteínização com NaOCl a 10% sobre a resistência da união, adaptação marginal e morfologia da interface adesiva em dentes humanos com o sistema adesivo Gluma/Pekafil. A dentina das faces proximal ou vestibular foi exposta e sobre ela realizados os seguintes tratamentos: grupo 1 (controle) – condicionamento com ácido fosfórico a 20% por trinta segundos, lavagem com água deionizada e secagem com leves jatos de ar. Os procedimentos adesivo e restaurador seguiram as recomendações do fabricante. O grupo 2 foi condicionado da mesma forma, o NaOCl foi aplicado com bolinha de algodão por 60 segundos e os demais procedimentos foram

realizados da mesma forma do grupo controle. O grupo três seguiu os mesmos passos do grupo 2, diferindo apenas no agente condicionante, uma solução de ácido fosfórico a 20%, com o objetivo de avaliar a influência do espessante do ácido gel sobre o procedimento adesivo. As amostras foram imersas em água destilada a 37°C por 24 horas, e então testadas em máquina universal de ensaio. Após o teste as medias da resistência da união foram: grupo 1 – 12,7 MPa, grupo 2 – 16,6 MPa e grupo 3 – 15,4 MPa. A análise de variância não demonstrou diferença estatística significativa entre os grupos. Ao MEV, o grupo controle apresentou falha adesiva na camada híbrida ou entre ela e a resina. Nos grupos desproteinizados as fraturas ocorreram na base dos *tags*. A avaliação da adaptação marginal das técnicas adesivas foi realizada pela restauração de cavidades com 3,0mm de diâmetro por 1,5mm de profundidade com margens em dentina. Três grupos (n=10) foram confeccionados com a mesma técnica descrita e avaliados em microscópio óptico com aumento de 800 vezes. Os grupos desproteinizados não diferiram entre si, enquanto o controle apresentou resultados significativamente melhores, que foram atribuídos à presença do colágeno e camada híbrida que apresentaram maior módulo de elasticidade, absorvendo as tensões geradas pela contração de polimerização. Um material com menor módulo de elasticidade estaria mais sujeito a fraturar-se sob essa tensão.

Vargas *et al.*, (1997) realizaram o teste de resistência ao cisalhamento e exame ao MEV para avaliar a influência da desproteínização sobre a resistência da união e a ultraestrutura da interface resina dentina. Para o teste de resistência da união ao cisalhamento superfícies mesial e distal de 28 terceiros molares extraídos foram separados em 4 grupos (n=14). Para o grupo 1 foi aplicado condicionamento com ácido fosfórico a 37%, lavado, seco e o adesivo Scotchbond Multi Uso foi aplicado de acordo com as recomendações do fabricante. O grupo dois seguiu os mesmos passos, porém solução de NaOCl a 5% foi aplicado por dois minutos após o condicionamento ácido e ambos grupos foram restaurados com o compósito Z100. Os mesmos procedimentos realizados para os grupos 1 e

2 foram aplicados ao sistema adesivo All-Bond 2 para os grupos 3 e 4 respectivamente, seguindo as recomendações do fabricante. As amostras receberam 300 ciclos térmicos com temperatura entre 5° e 55°C, e foram testadas em máquina universal de ensaio. Os mesmos tratamentos foram realizados em oito discos de dentina preparados para observação em microscópio eletrônico de varredura. O teste da resistência ao cisalhamento apresentou os seguintes valores: para o adesivo Single Bond sem a aplicação - 17,37 MPa, com a aplicação do NaOCl - 16,83 MPa e para o All-Bond 2 - 14,43 MPa e com a aplicação do NaOCl - 17,06 MPa. Apenas o adesivo All-Bond 2 diferiu estatisticamente dos demais. A microscopia eletrônica de varredura mostrou maior número de anastomoses do adesivo onde o colágeno foi removido. Os adesivos aplicados nas superfícies desproteinizadas mostraram ausência da camada híbrida no grupo do All-Bond 2. Os autores concluíram que a camada híbrida não foi essencial para a união adesiva da dentina, os espaços deixados pela dificuldade do adesivo penetrar na rede de fibras colágenas comprometia a durabilidade da adesão.

Inai *et al.* (1998), com o objetivo de determinar a influência da aplicação do hipoclorito de sódio para remoção do colágeno da superfície da dentina condicionada com ácido fosfórico, submeteram ao teste de cisalhamento quatro adesivos comerciais: Prime & Bond 2.1, One-Step, Scotchbond MP Plus e Single Bond, e um adesivo autocondicionante experimental: TMG-8. Cada sistema foi utilizado com três procedimentos: grupo 1- recomendações dos fabricantes; grupo 2- aplicação de hipoclorito de sódio (NaOCl) sem o condicionamento ácido; grupo 3- aplicação do NaOCl após condicionamento ácido, menos para o TMG-8, realizado após o tratamento, por ser autocondicionante. O teste foi realizado após 24 horas de armazenamento em ambiente de umidade relativa de 100% a 37°C. Amostras representativas com cada tipo de superfícies foram examinadas ao microscópio eletrônico de varredura. O sistema adesivo Prime & Bond 2.1 tratado com NaOCl após o condicionamento ácido apresentou valor de resistência ao

cisalhamento maior que os demais grupos, que não diferiram entre si. As superfícies tratadas com NaOCl após o condicionamento ácido apresentaram maior número de porosidades. Maior preenchimento das irregularidades dentinárias foi observado com Prime & Bond 2.1, com maior formação de *tags* em relação aos outros adesivos, que apresentaram também maior quantidade de fendas. Foi verificada a presença do monômero dipentaeritriol penta acrilato monofosfato (PENTA) na composição do PB2.1.

Para avaliar o efeito da remoção do colágeno pelo NaOCl e a morfologia de superfícies da dentina, Prati *et al.* (1999) testaram quatro sistemas adesivos associados a tratamentos da dentina: a- H₃PO₄ a 35% por 20s; b- H₃PO₄ a 35% por 20s + NaOCl a 1,5% por dois minutos; c- NaOCl a 1,5% por dois minutos, sobre a *smear layer*; d- NaOCl a 10% por 120 horas. Aos tratamentos a e b foi aplicado o teste de cisalhamento. No grupo tratado de forma convencional, os resultados para os sistemas adesivos foram: Scotchbond MP (16,1 MPa) e Single Bond (14,9 MPa) seguidos do Optibond FL (12,7 MPa) e Prime & Bond 2.0 (10,3 MPa). No grupo tratado com NaOCl após o condicionamento houve diminuição significativa nos valores de resistência de união para ambos sistemas adesivos da 3M Scotchbond MP (9,6 MPa), Single Bond (10,6 MPa); o sistema adesivo Prime & Bond 2.0 não apresentou melhora estatisticamente significativa (11,3 MPa), enquanto Optibond FL apresentou os maiores valores de resistência de união (17,9 MPa) com diferença estatística significativa em relação ao tratamento. O grupo tratado apenas com NaOCl não apresentou diferença morfológica quando comparado à dentina não condicionada. O tratamento quatro apresentou um tipo de união resina-dentina não usual, a qual os autores chamaram de “camada híbrida inversa”. A união ocorria sobre o tecido mineralizado, com o adesivo preenchendo os espaços antes ocupados pela rede de colágeno. A maior abertura da embocadura dos túbulos e canais laterais evidentes também foram observados. Os autores concluíram que, embora nem todos os sistemas adesivos necessitem

do colágeno para alcançarem bons valores de resistência de união, mais estudos são necessários para a utilização dessa técnica.

Toledano *et al.*, (1999) testaram a influência do condicionamento e da desproteção sobre a rugosidade e a molhabilidade das dentinas superficial e profunda. Para a medição do ângulo de contato foi utilizada a técnica do *axisymmetric drop shape analysis contact diameter* (ADSA-CD) a partir do software de mesmo nome. A rugosidade foi verificada com um perfilômetro em duas diferentes profundidades. Após o corte e regularização da superfície com lixa de granulação 600. No grupo 1, dez gotas de água deionizada de 0,3µL foram colocadas com micropipeta Eppendorf sobre a dentina ainda com a presença de *smear layer*. As superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 35% por 15s e lavadas por 10s e outras dez gotas de água deionizada foram aplicadas. Após a medição dos ângulos de contato foi aplicada uma gota do Primer do sistema Scotchbond Multi-Usado para medição do ângulo de contato. No grupo 2, os mesmos procedimentos foram realizados excetuando a aplicação do NaOCl a 5% por 2 minutos após o condicionamento ácido, e após a desproteção as amostras foram novamente lavadas por dez segundos. Após a medição do ângulo de contato nas duas situações os dentes foram novamente seccionados 800 ± 100 µm abaixo do corte original para se verificar as mesmas medições em dentina profunda. A medição das rugosidades da dentina superficial e profunda foi verificada antes das medições do ângulo de contato. Para cada amostra 5 diâmetros foram mensurados, com o perfilômetro regulado com valores de corte de 0,8mm. O ângulo de contato da água diminuiu na dentina condicionada quando comparada à coberta por *smear layer* independente da profundidade. Na comparação entre dentina condicionada e desproteída, os resultados não diferiram para a dentina superficial, mas na dentina profunda os ângulos de contato foram estatisticamente inferiores para o substrato desproteído. Para o *primer* os valores também não diferiram na dentina superficial, mas na dentina profunda os ângulos de contato foram estatisticamente inferiores para o substrato

desproteínezado. Os autores observaram que o condicionamento ácido aumentou os valores de rugosidade em dentina superficial e profunda. Quando a dentina profunda foi condicionada e desproteínezada a rugosidade não foi afetada, entretanto, o mesmo tratamento resultou em diminuição da rugosidade para a dentina superficial. Essas diferenças, podem ser em função da anatomia e energia de superfície dos constituintes da dentina. O condicionamento ácido aumentou a molhabilidade da dentina devido ao aumento da rugosidade e abertura dos túbulos dentinários. A desproteínezação aumentou a molhabilidade, mas não aumentou a rugosidade. As diferenças entre as profundidades de dentina foram em função de suas diferenças químicas e morfológicas.

Saboia *et al.* (2000) testaram a resistência da união ao cisalhamento de dois sistemas adesivos de frasco único, P&B 2.1, diluído em acetona e Single Bond (SB), diluído em etanol e água, utilizando a técnica adesiva convencional e de remoção de colágeno com o uso de solução aquosa de NaOCl a 10%. Nos grupos controle, os sistemas adesivos foram utilizados de acordo com as recomendações do fabricante, enquanto nos grupos experimentais, o NaOCl foi aplicado durante um minuto, lavado por trinta segundos e as superfícies secas com bolinhas de algodão. O teste de resistência da união ao cisalhamento foi aplicado com velocidade de 0,5 mm/minuto. Aos valores obtidos foi aplicado o teste de Kruskal-Wallis e as diferenças entre as médias analisada pelo teste de comparações múltiplas de tukey, que demonstrou não haver diferença estatística entre os grupos controles. Houve redução significativa na média do grupo que utilizou SB + NaOCl, enquanto PB2.1 + NaOCl apresentou aumento significativo no valor da resistência de união. Os autores afirmaram que isso pode ser devido à difusão mais lenta dos sistemas adesivos diluídos em etanol e água em comparação aos diluídos em acetona. Assim, SB não teria preenchido as microporosidades deixadas pelo hipoclorito na superfície da dentina, enquanto PB2.1 além da difusão mais rápida teria maior capacidade de remover a água remanescente, promovendo melhor adaptação à superfície da dentina.

Em 2000, Toledano *et al.* avaliaram a microinfiltração nas interfaces das resina-dentina e resina-esmalte em cavidades classe cinco tratadas ou não com solução de NaOCl a 5% por dois minutos e restauradas com adesivo PB2.1 e compósito Prisma TPH, cor A3. Após 500 ciclos térmicos com temperatura entre 5°C e 55°C, as amostras foram imersas por 24 horas em solução aquosa de fuccina básica a 0,5%. As margens em esmalte resultaram em menor grau de microinfiltração quando comparadas às margens em dentina, que não diferiram entre si independentes do tratamento. Os autores destacaram a presença do monômero acídico fosfonado (PENTA) na composição do PB2.1 que deveria compensar a contração de polimerização devido a sua interação com o cálcio da dentina desproteïnizada. O exame ao MEV revelou a presença de fenda nas margens em dentina em ambos os tratamentos. Os autores colocaram que nos grupos desproteïnizados a fina espessura da camada de adesivo provavelmente não foi suficiente para compensar a tensão gerada pela contração, concluindo que, sob as condições do estudo, a infiltração marginal para adesivos diluídos em acetona não dependia da integridade da malha de colágeno exposta pela dentina desmineralizada.

Munksgaard (2002) investigou as técnicas de 7 sistemas adesivos comerciais e um experimental aplicados em substrato úmido ou seco, descalcificado ou desmineralizado. As amostras foram aleatoriamente distribuídas em 4 x 8 grupos (n=6). No grupo A os dentes foram condicionados com ácido fosfórico a 35% por 20s, lavados por 15 segundos e secos com leve compressão de uma bolinha de papel absorvente por 1s. O grupo B recebeu o mesmo tratamento, porém foi seco com jato de ar por 10s a distância de 1cm. No grupo C os dentes foram condicionados com ácido fosfórico a 35% por 20s, lavados por 15 segundos e tratados com NaOCl a 0,5% por uma hora, novamente lavados e secos com leve compressão de uma bolinha de papel absorvente por 1s. O grupo D foi tratado da mesma forma que o grupo C com exceção da secagem que foi realizada com jato de ar. Os adesivos experimentais foram aplicados conforme as

recomendações do fabricante e o adesivo experimental foi aplicado em duas camadas por 10s. Todos os grupos tratados com NaOCl apresentaram valores de resistência de união relativamente alta independente da condição de umidade do substrato. Para a dentina condicionada, a técnica seca apresentou menores valores de resistência da união PQ-1 (Ultradent) Prime Bond NT (Dentsply) e Single Bond (3M). A remoção do colágeno aumentou a resistência de união para os adesivos Excite (Ivoclar-Vivadent), Optibond FL (Kerr) e o A0 (Experimental) na dentina úmida, e para o Excite, Optibond FL, PQ-1, Prime Bond NT e Single Bond na técnica seca. Excite apresentou baixos valores de resistência da união nas técnicas seca e úmida para dentina desmineralizada. Segundo o autor, esses resultados apresentavam relevância clínica importante na produção de collagenases e controle da umidade durante o procedimento adesivo.

Cederlund *et al.*, (2002) propuseram avaliar a contribuição das fibras colágenas na adesão à dentina. Para isso, quarenta e cinco terceiros molares humanos extraídos foram divididos em cinco grupos e receberam os seguintes tratamentos: G1- condicionamento com EDTA gel a 24%; G2- EDTA gel a 24% + NaOCl a 10%; G3- condicionamento com ácido fosfórico a 32%; G4- ácido fosfórico a 32% + NaOCl a 10%. Para os teste de união foi utilizado o sistema adesivo All Bond 2. Cada um desses grupos continha dez amostras, em que cinco foram utilizadas para o teste de cisalhamento e cinco para observação da morfologia de superfície em microscópio eletrônico de varredura. O grupo 5 não recebeu tratamento, sendo utilizado apenas para observação em MEV. O grupo condicionado com EDTA apresentou remoção superficial da *smear layer* e da abertura dos túbulos dentinários e considerável cobertura de fibras colágenas, sendo a resistência de união de 13,3 (\pm 1,9) MPa. O grupo que recebeu o tratamento com NaOCl após o EDTA teve a rede de colágeno removida, apresentou morfologia granulada e a resistência ao teste de cisalhamento foi de 6,5 (\pm 1,5) MPa. O terceiro grupo tratado apenas com o ácido fosfórico também apresentou superfície com aparência granulosa, algumas fibras colágenas

expostas nas aberturas dos túbulos dentinários e os valores médios de resistência de união foram de 10,4 (\pm 3,4) MPa. O grupo 4, que associou condicionamento com ácido fosfórico ao tratamento com NaOCl apresentou a remoção total do colágeno visível e a maior abertura dos túbulos dentinários, além da abertura de canais laterais secundários e anastomoses e os valores médios de resistência de união foram de 7,4 (\pm 1,1) MPa. Nas 60 amostras, apenas cinco falhas coesivas em dentina foram registradas, quatro no grupo 1 e apenas uma no grupo 3. No grupo 5, observou-se apenas a camada de lama dentinária. Com exceção dos grupos 2 e 4, os demais diferiram estatisticamente. Os autores concluíram que quanto maior e mais íntegra for a rede de colágeno, maior será os valores de resistência da união para o All Bond 2.

Toledano *et al.* (2002) utilizaram o teste de resistência de união ao cisalhamento para determinar a influência da aplicação do NaOCl em dentina, média e profunda. No grupo controle, com 20 amostras contendo dentina superficial e profunda, o adesivo PB2.1 foi aplicado de acordo com as recomendações do fabricante. No grupo experimental após a lavagem do condicionamento ácido foi aplicada a solução de NaOCl a 5% por 2 minutos, lavado com água destilada e o sistema adesivo aplicado nas mesmas condições do grupo anterior. Após condicionamento, o valor de resistência ao cisalhamento foi maior para a dentina superficial com diferença estatística significativa. Após a aplicação do NaOCl, a dentina superficial não apresentou diferença estatística significativa, mas para a dentina profunda foi observado aumento significativo da resistência de união. A dentina profunda desproteïnizada não apresentou diferença estatística significativa com os grupos onde a adesão foi feita na dentina superficial. Isso foi atribuído às diferenças morfológicas da dentina em função da profundidade e do tratamento aplicado, além da composição do adesivo, sugerindo que a contribuição da camada híbrida para resistência da união varia de acordo com o sistema adesivo utilizado.

Correr *et al.* (2004) avaliaram a resistência de união ao cisalhamento em dentes decíduos de três sistemas adesivos aplicados sobre dentina desmineralizada e desproteïnizada. Após o preparo das superfícies de dentina os dentes foram aleatoriamente distribuídos em 6 grupos (n=15). Para o grupo 1, o adesivo Single Bond (SB) foi aplicado segundo as recomendações do fabricante, no grupo 2 os mesmos procedimento do grupo 1 foram executados, exceto que após o condicionamento ácido uma solução aquosa de NaOCl a 10% foi aplicada por 1 minuto sobre a dentina, lavada por trinta segundos e seca com bolinha de algodão antes da aplicação do adesivo. No grupo 3 o adesivo Prime & Bond 2.1 (PB2.1) foi aplicado segundo as recomendações do fabricante, no grupo 4 PB2.1 foi aplicado do mesmo modo que no grupo anterior, porém a exemplo do grupo 2 o NaOCl foi aplicado após o condicionamento ácido e anteriormente a aplicação do adesivo. Nos grupos 5 e 6 o adesivo Clearfil SE Bond (CSEB) foi aplicado de acordo com as recomendações do fabricante, diferenciando-se pela aplicação do NaOCl antes do sistema adesivo no grupo 6. Amostras foram preparadas com os mesmos tratamentos para observação da interface de união em MEV. O sistema adesivo SB obteve valor de resistência de união estatisticamente superior ao PB2.1 e o CSEB não diferiu estatisticamente dos demais sistemas adesivos. A desproteïnização não influenciou os valores de resistência de união para nenhum dos sistemas adesivos. Os grupos onde o NaOCl foi aplicado apresentaram ausência de formação de camada híbrida, sugerindo que essa estrutura não é primordial para adesão ao substrato dentinário.

Com o objetivo de avaliar o potencial da desproteïnização do hipoclorito de sódio sobre a dentina humana, Mountouris *et al.* (2004) analisaram a composição molecular e a morfologia da superfície da dentina tratada e coberta com *smear layer*. Amostras da dentina de quatro molares humanos extraídos foram preparadas e divididas em dois grupos. Todas as amostras foram submetidas à Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier (FTIR). Em seguida, as amostras foram polidas com lixas de granulação de 320 a 600 para padronização

da *smear layer*, e o espectro foi registrado novamente. O grupo A foi condicionado com ácido fosfórico a 35% por 20 s, lavado com água por 10s e seco com ar por 2s para evitar a desidratação excessiva, e novamente o espectro registrado. As superfícies foram tratadas com solução de NaOCl a 5% em peso por volume, friccionada sobre a superfície da amostra por zero, 5, 10, 20, 30, 40, 60, e 120 s. A cada intervalo, as amostras foram lavadas e o espectro novamente registrado. O grupo B foi analisado pelo FTIR nas mesmas condições, e o tratamento com o NaOCl foi realizado em aplicações de zero, 20, 40, e 120 s, diretamente sobre a *smear layer*. As amostras foram examinadas por meio da microscopia de força atômica (AFM). Ambos os grupos apresentaram redução da matriz orgânica após o tratamento com NaOCl, mas este não afetou os carbonatos e os fosfatos. Para o grupo A observou-se uma desproteinização mais lenta, com pico em 120s em que excessivas porosidades foram observadas. Os túbulos dentinários foram visíveis a partir de 40s de tratamento. No grupo B, extensa desproteinização foi observada aos 10s de tratamento, mantendo-se estável entre 30 e 40s para atingir o pico aos 120s, em que foi observado aumento no diâmetro dos túbulos, na porosidade da dentina intertubular e da rugosidade; houve diminuição de área da dentina intertubular. Ambos os grupos apresentaram valores similares de desmineralização e de remoção da *smear layer* em 40s de tratamento.

Santos *et al.* (2005) avaliaram o efeito de 500.000 ciclos mecânicos com carga de 100N sobre um sistema adesivo diluído em etanol e água, aplicado sobre dentina desmineralizada e desproteinizada. Sessenta dentes bovinos divididos em quatro grupos receberam os seguintes tratamentos: grupo 1 – condicionamento ácido (CA); grupo 2 – CA + ciclagem mecânica; grupo 3 – CA + NaOCl e grupo 4 – CA + NaOCl + ciclagem mecânica. O sistema adesivo Single Bond foi utilizado segundo recomendações do fabricante. A desproteinização foi realizada com solução de NaOCl a 10% aplicada por 1 minuto. Após o teste de resistência ao cisalhamento, não houve diminuição estatisticamente significativa do valor da resistência de união para o grupo ciclado sem NaOCl em comparação ao

grupo controle. O grupo desproteínizado sem ciclagem mecânica não diferiu estatisticamente dos grupos onde a técnica adesiva convencional foi testada, porém, o grupo desproteínizado com ciclagem mecânica teve a resistência de união significativamente diminuída. A desproteínização parece melhorar a resistência de união apenas para adesivos diluídos em acetona. Isso pode ser função do não preenchimento dos espaços nanométricos deixado pelo NaOCl na superfície da dentina, devido a difusão mais lenta dentro da dentina dos adesivos diluídos em etanol e água. O baixo pH do SB seria outro fator que contribuiu negativamente para a resistência de união, já que o segundo condicionamento da superfície desproteínizada foi considerada importante pelos autores. Outro fator apontado como possível responsável pela diminuição da resistência de união era uma possível oxidação causada pelo NaOCl na superfície da dentina. A camada híbrida parece ser importante para a durabilidade da adesão. A ciclagem mecânica reduziu os valores de resistência de união para o adesivo Single Bond quando a desproteínização foi realizada.

Em 2005, Montes *et al.* estudaram as características morfológicas da dentina após condicionamento ácido seguido ou não pelo tratamento com NaOCl a 10% ao MEV. O grupo 1, controle, não recebeu tratamento, sendo observado com *smear layer*; o grupo 2 foi condicionado com ácido fosfórico a 37% por 15 segundos; o grupo 3 condicionado com ácido fosfórico por 15 segundos seguido pela aplicação do NaOCl por 60 segundos, no grupo 4 o NaOCl foi aplicado diretamente sobre a *smear layer* por 60 segundos. Nos grupos 5 e 6 a dentina foi tratada com o *primer* ácido do sistema autocondicionante Clearfil SE Bond por 20 segundos, sem e com a aplicação do NaOCl por 60 segundos respectivamente. No grupo onde o NaOCl foi aplicado sobre a *smear layer* não foram encontradas diferenças morfológicas quando comparadas com o grupo 1 nos cortes transversais. Nos cortes longitudinais houve redução na espessura da *smear layer*. No grupo 2 observou-se a completa remoção da *smear layer*, exposição das fibras colágenas e o alargamento dos túbulos dentinários. No corte longitudinal o

túbulo apresentou padrão em forma de funil. No grupo 3, onde após o condicionamento foi aplicado o NaOCl observou-se a remoção total do colágeno, e a superfície da dentina apresentou maior número de irregularidades com maior abertura dos túbulos dentinários, entre 3 e 5µm e formato afunilado. O grupo tratado com o *primer* o sistema Clearfil SE Bond mostrou remoção da *smear layer* com remoção parcial dos *smear plugs*. Quando o NaOCl foi aplicado sobre a dentina tratada com o *primer* do Clearfil SE Bond, a principal alteração foi a dissolução dos *smear plugs*, confirmadas pelo corte longitudinal. Os autores concluíram que a morfologia de superfície da dentina era modificada de acordo com o tratamento aplicado, o que podia influenciar o procedimento adesivo.

Sato *et al.* (2005) avaliaram a influência do tratamento com NaOCl a 10% sobre a dentina seca com ar comprimido e comparado com a técnica de adesão úmida. Foram realizados teste de resistência da união ao cisalhamento e Espectroscopia Laser Raman para definir a profundidade de penetração do agente de união na dentina condicionada e com diferentes tempos de tratamento com hipoclorito de sódio (0,3; 30 e 120s). O estudo foi realizado utilizando o sistema adesivo Single Bond (3M ESPE). Nos grupos com aplicação NaOCl foi observada tendência de aumento da resistência de união com o aumento do tempo de tratamento, mas todos os grupos apresentaram valores de resistência significativamente menores que o controle, que utilizou a técnica úmida. A Espectroscopia Raman mostrou menor espessura em todas as fases da camada híbrida, principalmente na fase em que o colágeno foi interposto pelo adesivo. No grupo tratado com NaOCl por 120s, a fase I não estava presente. Os autores concluíram que o tratamento com hipoclorito de sódio aumentava a resistência da união quando a técnica seca era usada, mas quando comparada com a técnica úmida, houve diminuição significativa. A espessura da camada desmineralizada e a espessura da camada infiltrada de resina diminuiu com o aumento do tempo de tratamento com o NaOCl.

Correr *et al.* (2006) avaliaram as alterações morfológicas da dentina de dentes decíduos condicionada com ácido fosfórico e tratada com diferentes tempos e concentrações de NaOCl. Quarenta dentes anteriores decíduos foram divididos aleatoriamente em 8 grupos (n=5) de acordo com o tratamento ao qual seriam submetidos. Todos os dentes foram condicionados com ácido fosfórico 35% por 7 segundos, lavado por 15 segundos e secos com bolinhas de algodão, menos o grupo 1, onde a *smear layer* não foi removida. O grupo 2 recebeu apenas condicionamento ácido e os demais foram tratados com NaOCl a 5% ou 10% por 30, 60 ou 120 segundos. As amostras foram observadas em MEV e classificadas de acordo com o escore: 0: presença de *smear layer*, 1: ausência de *smear layer* e rede de colágeno intacta, 3: ausência de *smear layer* e rede de colágeno alterada ou parcialmente removida e 4: ausência de *smear layer* e completa remoção da rede de colágeno. O teste de Kruskal-Wallis mostrou diferença estatística entre os grupos. O grupo 1 mostrou-se totalmente coberto por *smear layer* (a), o grupo 2 mostrou sua superfície totalmente coberta pela rede de colágeno (b). O grupo 3, tratado com NaOCl a 5% por trinta segundos apresentou remoção parcial das fibrilas colágenas (c), o grupo 4 (d) tratado com NaOCl a 5% por 60 segundos apresentou alterações mais evidentes do NaOCl sobre as fibrilas colágenas que as do grupo 3, mas ainda teve áreas com menos de 1/3 das fibrilas removidas. Embora o grupo 6 (e), com NaOCl a 10% por 30 segundos tenha apresentado áreas com a presença de fibrilas colágenas, ele não diferiu estatisticamente do grupo 5 (e), tratado com NaOCl a 5% por 120 segundos e dos grupos 7 (e) e 8 (e), tratados com NaOCl a 10% por 60 e 120 segundos respectivamente. Os autores concluíram que o NaOCl promove alterações significativas na superfície da dentina de dentes decíduos e quanto maior a concentração, menor o tempo necessário para a aplicação.

Em 2006, Silva *et al.* avaliaram a influência do NaOCl na resistência da união ao microcisalhamento e nanoinfiltração de três sistemas adesivos Prime Bond NT (Dentsply), Scotchbond Multi-uso (3M ESPE) e Clearfil SE Bond

(Kuraray). A superfície oclusal de molares humanos extraídos foi desgastada para exposição da dentina em, seguida, os dentes foram seccionados no sentido vestibulo-lingual e incluídos em cilindros de PVC com resina epóxica e divididos em dois grupos. No grupo I, as superfícies de dentina foram condicionadas com ácido fosfórico a 37% por 15 segundos, lavados com spray de ar/água por trinta segundos e seco com papel absorvente. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes. Para o adesivo Clearfil SE Bond não foi realizado condicionamento ácido. No grupo II foram realizados os mesmos procedimentos, porém após o condicionamento foi aplicado o NaOCl a 10% por 1 minuto, lavado por 30s e seco com papel absorvente. Para o adesivo Clearfil SE Bond o tratamento com NaOCl foi realizado antes da aplicação do primer ácido. Os corpos-de-prova foram confeccionados com o compósito Z-250 (3M ESPE). As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por sete dias e após o armazenamento foram testadas em máquina universal de ensaios. Para o teste de nanoinfiltração foram confeccionadas cavidades padronizadas nas faces vestibular e palatina e os dentes divididos em seis grupos submetidos ao mesmo protocolo restaurador do teste de microcisalhamento. As raízes foram seladas e imersas em solução de nitrato de prata por 24 horas, lavadas em água corrente por cinco minutos e imersas em solução reveladora exposta a luz fluorescente por 8 horas. Após o tratamento as amostras foram novamente lavadas e preparadas para a microscopia eletrônica de varredura. Houve redução significativa nos valores de resistência da união para o adesivo Clearfil SE Bond (de 21,93 para 13,11 MPa). O adesivo Scotchbond Multi-uso não apresentou diferença estatística quando comparadas as duas técnicas (de 18,50 para 18,02 MPa). Já o adesivo Prime & Bond NT apresentou aumento estatisticamente significativo da resistência da união após o tratamento com NaOCl (de 20,76 para 28,26 MPa). A microscopia eletrônica de varredura demonstrou que a camada híbrida formada pelo Scotchbond Multi-uso apresentava maior deposição de prata em comparação aos demais sistemas adesivos, apresentando redução da prata após o tratamento com NaOCl. No adesivo Prime & Bond NT o tratamento com o NaOCl eliminou a

infiltração de nitrato de prata encontrada quando observadas as amostras não desproteinizadas. O sistema adesivo Clearfil SE Bond não apresentou deposição de prata em ambos os tratamentos. Os autores relatam melhora no desempenho do Prime & Bond NT quando utilizado em associação com o NaOCl devido ao PENTA, cuja presença criaria maior afinidade pelo cálcio da dentina desproteinizada, além disso é o único adesivo entre os ensaiados que não apresentava o monômero hidrófilo HEMA.

3 - PROPOSIÇÃO

O propósito deste estudo foi avaliar *in vitro* a resistência da união de dois sistemas adesivos diluídos em acetona, aplicados em dentina de dentes bovinos, após a técnica restauradora e submetidos ou não a desproteinização com hipoclorito de sódio e ciclagem mecânica, por meio de:

- teste de resistência da união por microtração 24 horas ou 60 dias depois da confecção das restaurações;
- análise do padrão de fratura com microscopia eletrônica de varredura.

4 – MATERIAIS E MÉTODO

4.1 – Materiais

Para a realização desta pesquisa foram usados dois sistemas adesivos e um compósito (Figura 1). As características dos materiais, fabricantes e lotes de fabricação estão descritos no Quadro 1.

Quadro 1 – Materiais utilizados, fabricante e lotes.

Material	Característica	Fabricante	Lote
Condicionador Dental Gel	ácido fosfórico 37%	Dentsply	242437
Prime & Bond 2.1	sistema adesivo à base de Bis-GMA, UDMA e PENTA diluídos em acetona	Dentsply	373364
Prime & Bond NT	sistema adesivo à base de Bis-GMA, UDMA e PENTA diluídos em acetona com carga nanométrica de sílica coloidal	Dentsply	0503000963
TPH Spectrum	compósito restaurador micro-híbrido, cor A3	Dentsply	330569
Solução de hipoclorito de sódio	solução aquosa a 10%	Proderma farmácia de manipulação Ltda	-

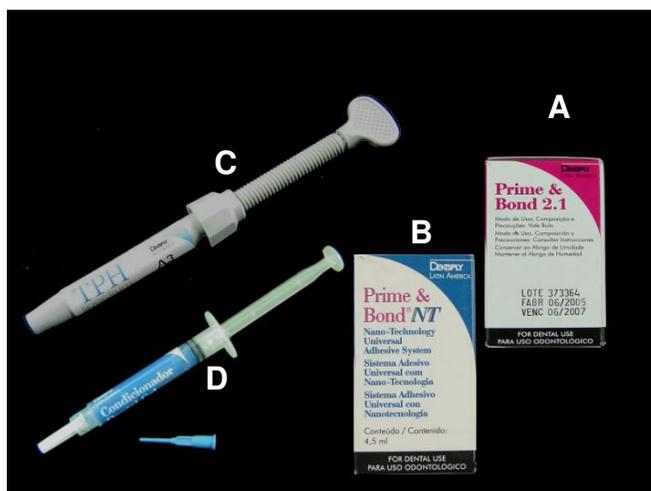


Figura 1 – materiais utilizados: Sistema adesivo Prime & Bond 2.1 (A), sistema adesivo Prime & Bond NT (B), compósito restaurador micro-híbrido TPH Spetrum (C), Ácido fosfórico 37% (D)

Para desproteinização das fibras colágenas foi utilizado a solução aquosa de hipoclorito de sódio a 10 % (Figura 2).

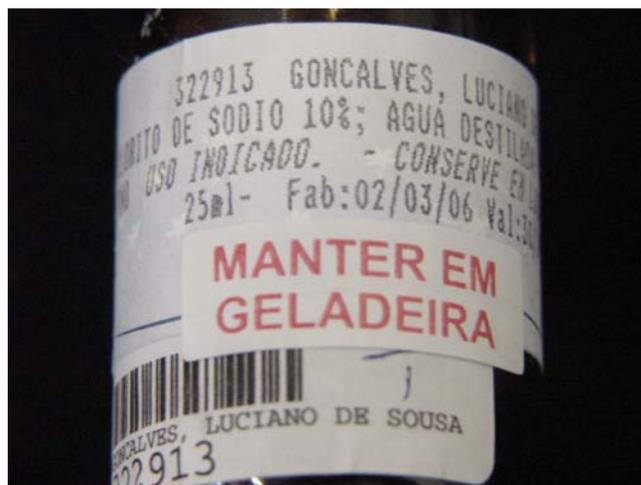


Figura 2 – Solução aquosa de hipoclorito de sódio a 10%

4.2 – Método

4.2.1 – Confeção das amostras

Quarenta incisivos centrais bovinos foram selecionados de um lote de trezentos dentes extraídos. Os dentes foram limpos, congelados e aleatoriamente separados em oito grupos (n=5).

Para constituir cada grupo experimental, cinco dentes foram retirados aleatoriamente do congelador e descongelados em água destilada à temperatura ambiente. As coroas foram seccionadas a 9 mm da borda incisal (Figura 3), com disco diamantado de dupla face, em baixa rotação, refrigerado com mistura de ar e água, de modo a obter uma superfície plana. Após o corte, a superfície de união foi regularizada com lixa de carbeto de silício de granulação 600, em politriz refrigerada à água (Figura 4).



Figura 3 – Seccionamento da coroa



Figura 4 – Politriz

Em seguida o esmalte periférico foi removido com pontas diamantadas em alta rotação refrigeradas por ar e água (Figura 5), para que a superfície plana que seria condicionada ficasse apenas em dentina (Figura 6).

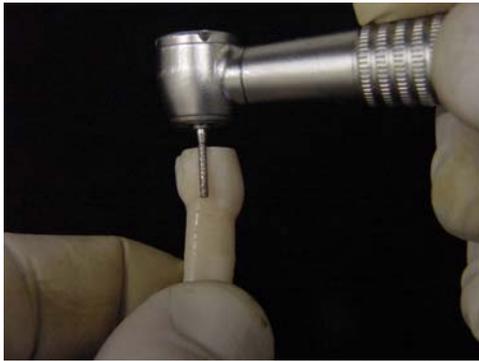


Figura 5 – desgaste do esmalte

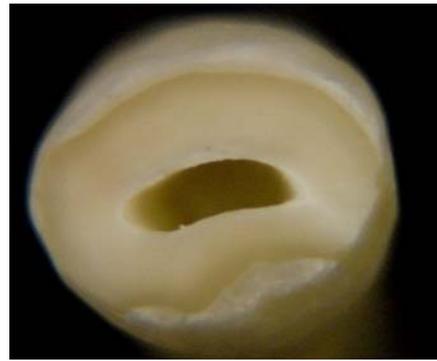


Figura 6 – Superfície dentinária preparada

Os dentes foram incluídos com auxílio de um paralelômetro (Figura 7) em cilindros de PVC (Figura 8) com resina acrílica quimicamente polimerizada, para que a interface de união ficasse perpendicular ao disco no momento da confecção dos palitos. Para os grupos 5, 6, 7 e 8 submetidos à ciclagem mecânica foi confeccionada uma cobertura em cera para manter um espaço (Figura 9) para simulação do ligamento periodontal, feito com poliéter de consistência regular (Figura10) com aproximadamente 0,2 mm de espessura.

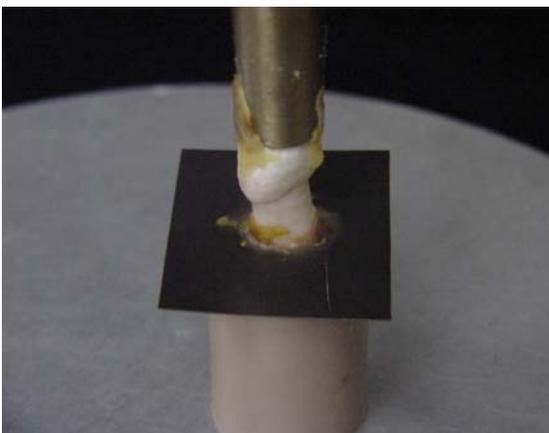


Figura 7 – Dente no paralelômetro



Figura 8 – Posição para inclusão do dente

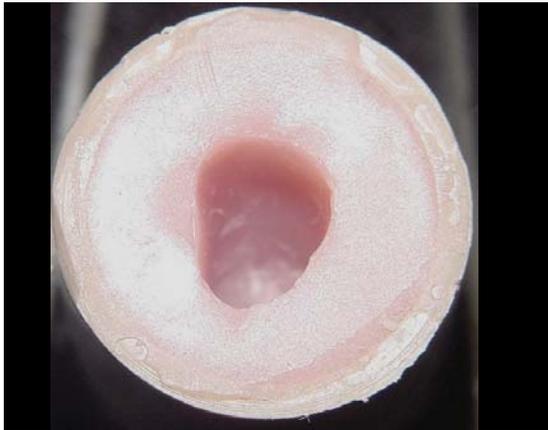


Figura 9 – Espaço do ligamento periodontal

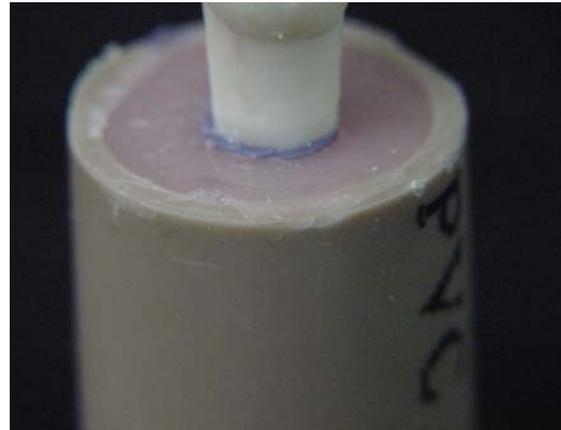


Figura 10 – Ligamento periodontal simulado

Em todos os grupos, o condicionamento foi realizado com ácido fosfórico a 37% por 15s (Figura 11), lavado por 30s (Figura 12) e seco com bolinhas de algodão (Figura 13), para remoção do excesso de água.

Nos grupos G1 e G5, a aplicação do sistema adesivo Prime & Bond 2.1 (PB2.1) seguiu as recomendações do fabricante (Figuras 13 e 14), o mesmo ocorrendo com os grupos G2 e G6 com o adesivo Prime Bond NT (PBNT). Os sistemas adesivos PB2.1 e PBNT foram aplicados de maneira similar nos grupos G3 e G7; G4 e G8, respectivamente. Porém, após a lavagem do ácido condicionador foi friccionada sobre a dentina úmida com bolinha de algodão uma solução aquosa de hipoclorito de sódio a 10% por 60 segundos. Essa solução foi utilizada na primeira semana após sua manipulação, sendo que a validade era de dois meses. Em seguida, a superfície foi novamente lavada por 30s e seca com bolinha de algodão. Em todos os grupos os sistemas adesivos foram fotoativados (Figura 15) com um aparelho VIP LIGHT (Bisco) com irradiância de 600 mW/cm^2 aferida por medidor de potência por 20s.

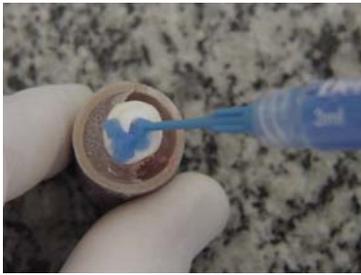


Figura 11- Condicionamento



Figura 12 – Lavagem

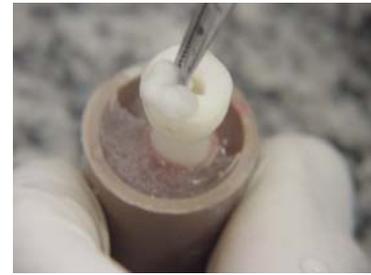


Figura 13 – Secagem



Figura 14 – Aplicação do adesivo



Figura 15 – Fotoativação



Figura 16 – Confeção do bloco de resina composta

Blocos de resina composta (Figuras 16 e 17), com 5 mm de altura foram construídas com o compósito micro-híbrido TPH Spectrum, na cor A3, com incrementos de aproximadamente 2,0 mm, cada um fotoativado por 20s no modo contínuo (Figura 18).



Figura 17 – Bloco de resina composta



Figura 18 – Fotoativador

Desta maneira, a divisão dos grupos foi realizada da seguinte forma: grupos não degradados, G1A – PB2.1 não desproteínizado sem ciclagem mecânica; G2A – PBNT não desproteínizado sem ciclagem mecânica; G3A – PB2.1 desproteínizado sem ciclagem mecânica; G4A – PBNT desproteínizado sem ciclagem mecânica; G5A – PB2.1 não desproteínizado com ciclagem mecânica; G6A – PBNT não desproteínizado com ciclagem mecânica; G7A – PB2.1 desproteínizado com ciclagem mecânica e G8A – PBNT desproteínizado com ciclagem mecânica. Grupos degradados em água destilada a 37°C por sessenta dias, G1B – PB2.1 não desproteínizado sem ciclagem mecânica; G2B – PBNT não desproteínizado sem ciclagem mecânica; G3B – PB2.1 desproteínizado sem ciclagem mecânica; G4B – PBNT desproteínizado sem ciclagem mecânica; G5B – PB2.1 não desproteínizado com ciclagem mecânica; G6B – PBNT não desproteínizado com ciclagem mecânica; G7B – PB2.1 desproteínizado com ciclagem mecânica e G8B – PBNT desproteínizado com ciclagem mecânica.

4.2.1 – Teste de resistência da união à microtração

Os grupos de 1 a 4 foram armazenados por 24 horas em estufa a 37°C, com 100% de umidade relativa. para o corte dos palitos. Os cortes foram feitos na cortadeira Isomet 1000 (Buehler) com refrigeração à água (Figura 18), numa velocidade de 300 rpm para a primeira sessão de cortes e de 275 rpm para a segunda sessão, com um peso de 150g em ambas situações. A secção transversal do palito media aproximadamente 0,8mm (Figura 19). Metade dos corpos-de-prova (Figura 20) foi imediatamente submetida ao teste de microtração numa máquina de ensaios Instron 4411 numa velocidade de 0,5mm/min., com célula de carga de 500N (Figura 21 e 22). Os palitos restantes foram colocados em frascos Ependorf imersos em água destilada e armazenados em estufa a 37°C por 60 dias, antes de serem ensaiados nas mesmas condições descritas para o teste imediato. A água destilada contida nos frascos era substituída a cada 7 dias.

Os grupos de 5 a 8 foram submetidos a 50.000 ciclos mecânicos (Figuras 23 e 24) com carga de 30N e frequência de 2,0 Hz após 24 horas do

término da confecção dos blocos de resina composta e antes do início dos cortes e, em seguida, aplicada metodologia similar às utilizadas nas amostras dos grupos de 1 a 4.



Figura 18 - Corpos-de-prova

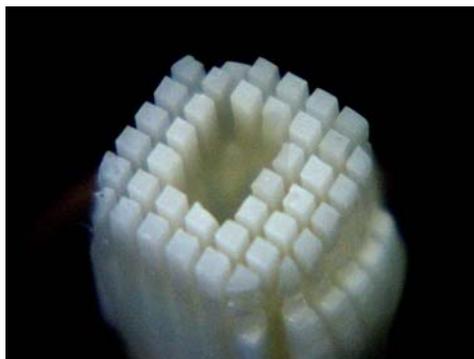


Figura 19 - Palitos cortados



Figura 20 - Corpos-de-prova



Figura 21 - Corpo-de-prova posicionado para o teste



Figura 22 - Fratura do corpo-de-prova após ensaio



Figura 23 - Máquina para ciclagem mecânica



Figura 24 - Amostra na máquina de ciclagem mecânica

4.2.3 – Análise estatística

Os valores numéricos em kgf obtidos no ensaio foram transformados em MPa por meio da fórmula matemática $R_u = (F / A) \times 0,0981$, onde: R_u = resistência da união, F = carga necessária para fraturar o corpo-de-prova, A = área da interface de união em cm^2 e 0,0981 = constante para transformação das unidades kgf/cm^2 para MPa.

Os valores da resistência de união foram submetidos à análise de variância a dois fatores. As médias foram analisadas pelo teste de Tukey com fator de significância de 5% para os fatores técnica e adesivo. Para análise do fator degradação foi utilizado o teste-T de Student pareado (5%).

4.2.4 – Análise em microscopia eletrônica de varredura

Para a observação dos padrões de fratura, os corpos-de-prova de cada grupo foram fixados em *stubs* de liga de cobre alumínio, com o auxílio de fita dupla face de carbono e resina composta e recobertos com ouro metalizado (Figura 25) num aparelho Dental Vacuum II regulado para 49 mA e 150s.

As amostras foram examinadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM – 5600 – JEOL) regulado para 15kV (Figura 26), com distância de trabalho (WD) de 20 mm, *spotsize* de 30 nanômetros de diâmetro e aumento de

110x para classificação e de 300x, 500x e 1000x para melhor detalhamento das estruturas.



Figura 25 – Corpos de prova metalizados



Figura 26 – MEV JSM – 5600 – JEOL, USA

As fraturas foram classificadas em: adesiva na base da camada híbrida (BCH) quando apresentava pelo menos 75% da área de união em dentina com a presença dos tubulos dentinários e as marcas deixadas pela lixa durante a simulação da *smear layer* (Figura 27), e os prolongamentos de resina na face análoga do palito (Figuras 28 e 29); adesiva no topo da camada híbrida (TCH), quando mais de 75% da fratura encontrava-se entre as camadas de adesivo e resina (Figuras 30 e 31); mista com porções de fratura adesiva e coesiva na resina (MAR), mista com porções de fraturas adesiva e coesiva no substrato dentinário (MAD) e fratura mista com a presença dos três substratos (MTS) (Figura 32). Nas fraturas mista nenhum dos substratos apresentava predominância maior ou igual 75% da área total da fratura.

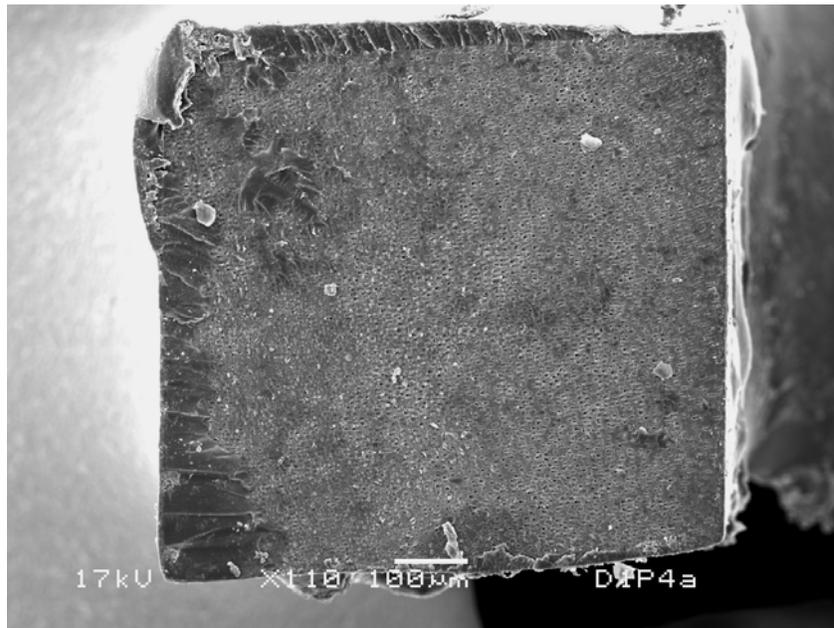


FIGURA 27 – Fratura adesiva na base da camada híbrida.

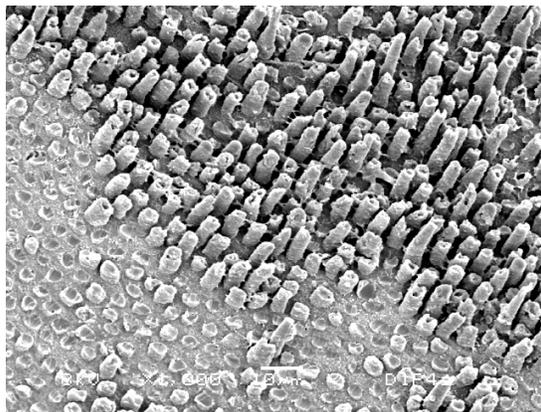


Figura 28 – Fratura adesiva na base da camada híbrida, com os *tags* de adesivo em destaque (1000x).

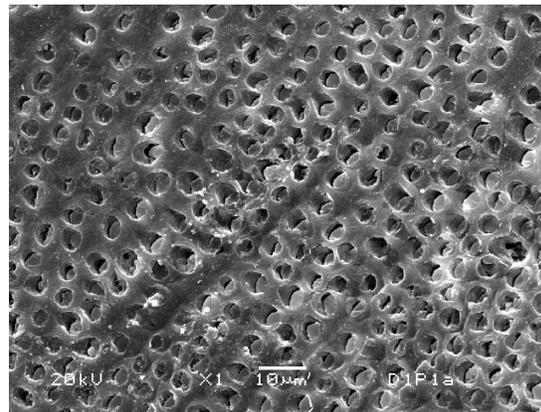


Figura 29 – Fratura adesiva na base da camada híbrida com os canalículos dentinários (1000x).

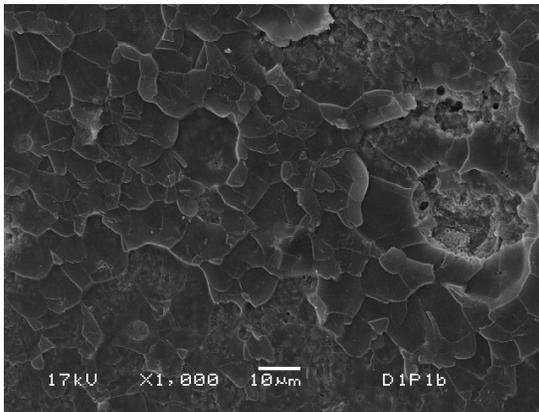


Figura 30 – Fratura adesiva no topo da camada híbrida, lado da resina

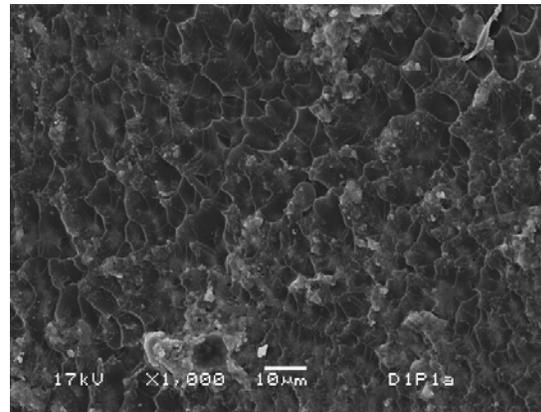


Figura 31 – Fratura adesiva no topo da camada híbrida, lado da dentina

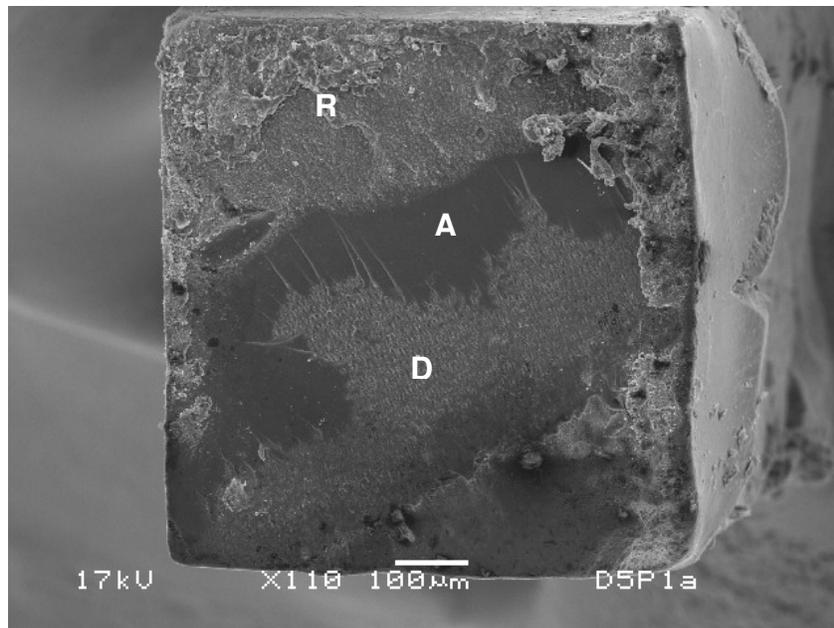


FIGURA 32 – Fratura mista com fragmentos de dentina (D), adesivo (A) e resina composta (R).

5 – RESULTADOS

5.1 Teste de resistência da união à microtração

A Tabela 1 e Figura 33 mostram que nos grupos fraturados após 24 horas, somente o valor da resistência de união com o sistema adesivo Prime Bond NT sem ciclagem mecânica não apresentou diferença estatística significativa quando comparado com o grupo com aplicação de hipoclorito de sódio. Nos demais grupos, a desproteinização apresentou valores de resistência de união estatisticamente superiores. Prime Bond NT obteve valores de resistência de união estatisticamente superiores ao Prime Bond 2.1 quando comparados na técnica convencional sem ciclagem mecânica. Nas demais condições, os sistemas adesivos não diferiram estatisticamente.

Tabela 1: Resistência de união à microtração para os grupos ciclados e não-ciclados, após 24 horas.

Não-ciclados			
	Adesivo	Convencional	NaOCl
	PB 2.1	29,64 (6,63) Bb	*50,66 (9,14) Aa
	PB NT	*47,82 (4,70) Aa	52,42 (11,32) Aa
Ciclados			
	Adesivo	Convencional	NaOCl
	PB 2.1	31.79 (10,73) Ba	*42.56 (7,52) Aa
	PB NT	*32.74 (9,62) Ba	43.34 (16,75) Aa

*Diferença entre ciclados e não-ciclados.

Médias seguidas por letras maiúsculas iguais em linha, e por letras minúsculas iguais em coluna em cada tratamento não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (5%).

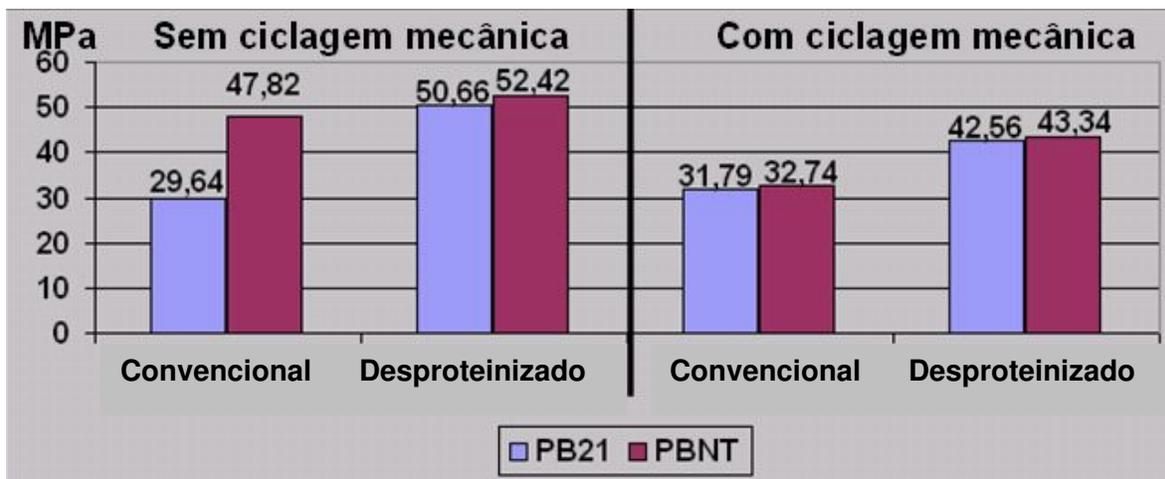


Figura 33 – Representação gráfica da resistência de união à microtração para os grupos ciclados e não-ciclados, após 24 horas.

A Tabela 2 e Figura 34 mostram que nas amostras de 60 dias, todos os grupos tratados com hipoclorito de sódio apresentaram valores de resistência de união estatisticamente superiores aos grupos convencionais, independente da ciclagem mecânica. Prime Bond NT obteve valor de resistência de união estatisticamente superior ao Prime Bond 2.1, quando comparados na técnica convencional sem ciclagem mecânica. Nas demais condições, os sistemas adesivos não diferiram estatisticamente.

Tabela 2: Resistência de união à microtração para os grupos ciclados e não-ciclados, após 60 dias.

Não-ciclados			
	Adesivo	Convencional	NaOCl
	PB 2.1	11,49 (4,22) Bb	46,50 (13,66) Aa
	PB NT	*31,49 (5,76) Ba	48,78 (7,73) Aa
Ciclados			
	Adesivo	Convencional	NaOCl
	PB 2.1	15,05 (6,85) Ba	43,36 (6,85) Aa
	PB NT	*17,05 (7,18) Ba	48,83 (12,22) Aa

*Diferença entre ciclados e não-ciclados.

Médias seguidas por letras maiúsculas iguais em linha, e por letras minúsculas iguais em coluna em cada tratamento não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (5%).

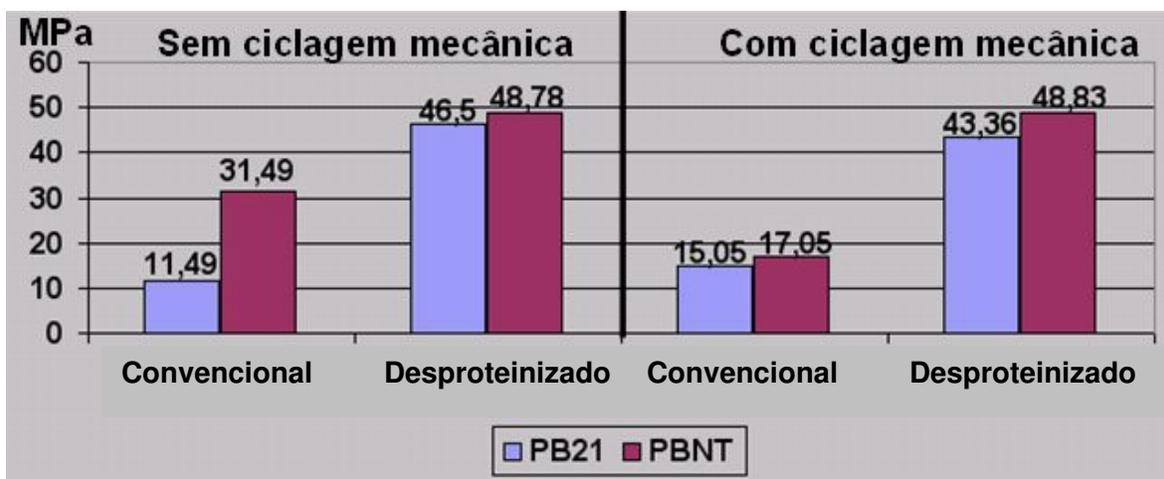


Figura 34 – Representação gráfica da resistência de união à microtração para os grupos ciclados e não-ciclados, após 60 dias.

A Tabela 3 e Figura 35 mostram os valores de resistência da união para os grupos não submetidos à ciclagem mecânica, entre os períodos de 24 horas e 60 dias, quando comparados pelo teste T de Student pareados (5%). Somente no grupo convencional houve diferença estatística significativa entre os períodos analisados, com menores valores para o período de 60 dias.

Tabela 3: Resistência de união à microtração após 24 horas e 60 dias para os grupos não-ciclados.

	Convencional		NaOCl	
	24 horas	60 dias	24 horas	60 dias
PB 2.1	29,64 (6,63) A	11,49 (4,22) B	50,66 (9,14) A	46,50 (13,66) A
PB NT	47,82 (4,7) A	31,49 (5,76) B	50,52 (11,82) A	48,78 (7,73) A

Médias seguidas por letras maiúsculas iguais em linha comparadas entre períodos em cada tratamento não diferem estatisticamente pelo teste T de Student Pareado (5%).



Figura 35 – Representação gráfica da resistência de união à microtração após 24 horas e 60 dias para os grupos não-ciclados.

A Tabela 4 e Figura 36 mostram os valores de resistência da união para os grupos submetidos à ciclagem mecânica, entre os períodos de 24 horas e 60 dias, quando comparados pelo teste T de Student pareados (5%). Somente no grupo convencional houve diferença estatística significativa entre os períodos analisados, com menores valores para o período de 60 dias.

Tabela 4: Resistência de união à microtração após 24 horas e 60 dias para os grupos ciclados.

	Convencional		NaOCl	
	24 horas	60 dias	24 horas	60 dias
PB 2.1	31,79 (10,73) A	15,05 (6,85) B	42,56 (7,52) A	43,36 (7,26) A
PB NT	32,74 (9,62) A	17,05 (7,18) B	43,34 (16,75) A	48,83 (12,22) A

Médias seguidas por letras maiúsculas iguais em linha comparadas entre períodos em cada tratamento não diferem estatisticamente pelo teste T de Student Pareado (5%).

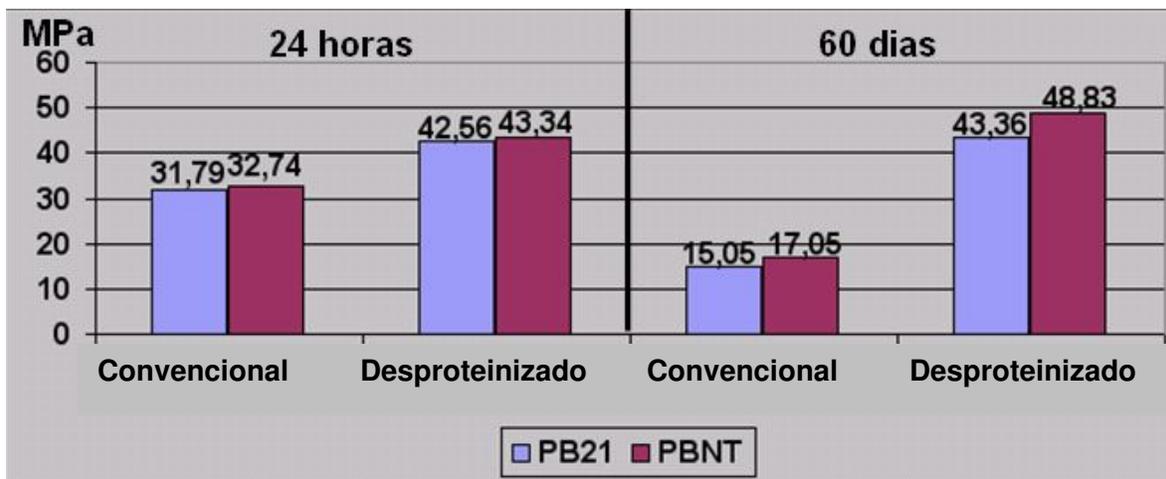


Figura 36 – Representação gráfica da resistência de união à microtração após 24 horas e 60 dias para os grupos ciclados.

5.2 – Análise dos padrões de fratura

O gráfico na Figura 37 mostra predomínio de fraturas mistas entre as camadas de adesivo e resina para ambos adesivos na técnica convencional sem ciclagem mecânica. As falhas adesivas na base da camada híbrida ocorreram com predominância nos grupos com hipoclorito de sódio sem ciclagem mecânica e em todas as amostras com ciclagem em 24 horas. Nos grupos com ciclagem mecânica observa-se também a diminuição de fraturas mistas entre adesivo e resina nos grupos de técnica convencional (PB21 e PBNT) e aumento nos grupos tratados (PB21+NaOCl e PBNT+NaOCl), acompanhado de um aumento para o tipo de fratura adesiva na base da camada híbrida para o Grupo PB2.1+NaOCl e uma diminuição do mesmo padrão de fratura para o Grupo PBNT+NaOCl. Pode-se também observar um aumento na frequência de fraturas adesivas no topo da camada híbrida para todos os grupos com exceção dos tratados com PBNT quando comparados antes e depois da ciclagem mecânica. Aumento da quantidade de fraturas mistas com a presença de fraturas adesiva com fragmentos de dentina para todos os grupos com exceção do grupo PBNT+NaOCl. Após a

ciclagem mecânica não foi observada a ocorrência de fratura que apresentasse simultaneamente fragmentos de resina, dentina e adesivos.

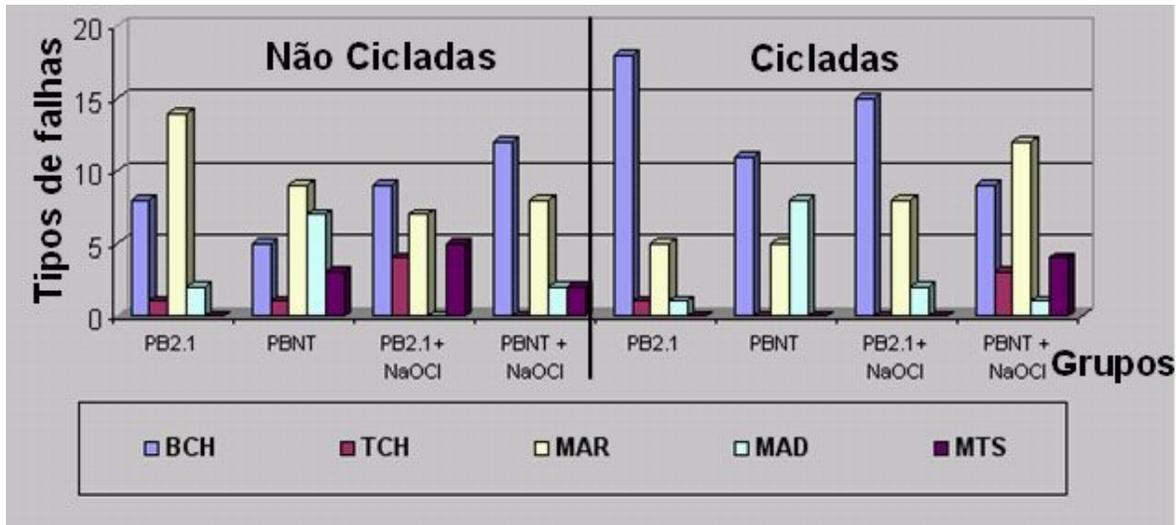


Figura 37 – Gráfico da distribuição dos padrões de fratura para os grupos convencional e tratados com hipoclorito de sódio, com e sem ciclagem mecânica, em 24 horas.

No gráfico da Figura 38 pode ser observada freqüência predominante de fratura adesiva na base da camada híbrida para os grupos não tratados com NaOCl, tendência acentuada após a ciclagem mecânica. A fratura mista apresentando fragmentos de resina, dentina e adesivo e a fratura adesiva no topo da camada híbrida foram menos freqüentes em 24 horas e 60 dias. A fratura mista com porções adesiva e fragmentos de dentina variou independente da técnica adesiva aplicada nas amostras não cicladas, porém apresentou freqüência constante nas amostras com ciclagem mecânica. Os grupos com NaOCl apresentaram prevalência de falhas mista onde se observa presença de porção de adesivo acompanhado de fragmentos de resina, quando comparado com os grupos sem desproteinização. Menor ocorrência dessa falha foi observada nas amostras com ciclagem mecânica.

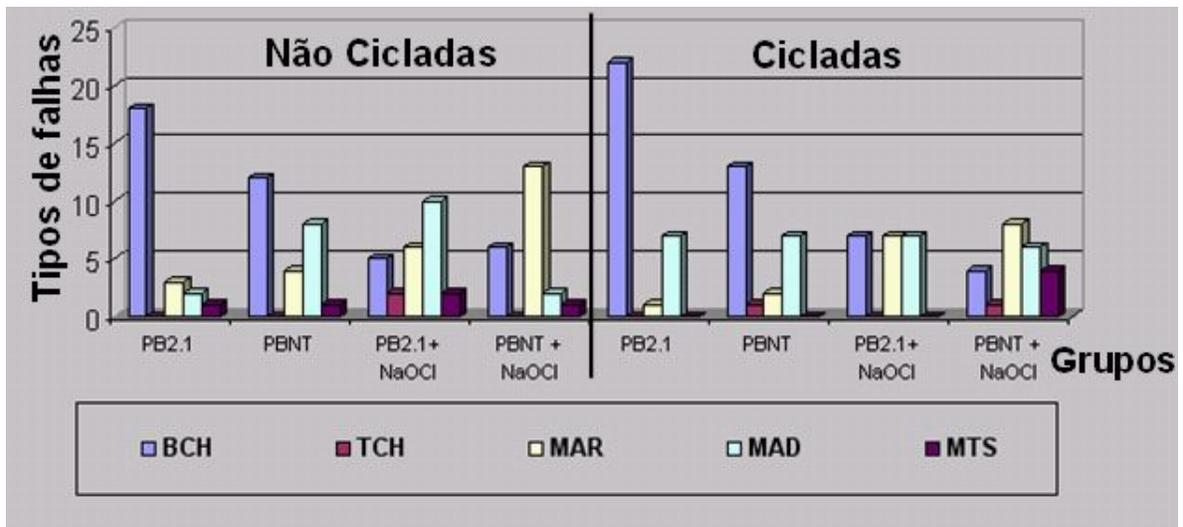


FIGURA 38 – Gráfico da distribuição dos padrões de fratura para os grupos convencional e tratados com hipoclorito de sódio, com e sem ciclagem mecânica, em 60 dias.

6 – DISCUSSÃO

Buonocore, em 1955, iniciou a era dos procedimentos adesivos na Odontologia aumentando a resistência da união da resina acrílica ao esmalte condicionado pelo ácido. Nakabayashi *et al.*, em 1982, verificaram em dentes humanos extraídos e dentes bovinos uma interação estrutural entre o tecido dental e o polímero formado pelos monômeros à base de 4-META. Em 1992, Nakabayashi *et al.* observaram por meio da microscopia eletrônica de transmissão uma estrutura híbrida formada por fibrilas colágenas e cristais de hidroxiapatita envolvidos por monômero resinoso, esta estrutura foi denominada camada híbrida. Mas nem toda área desmineralizada era preenchida pelo adesivo, tornando essa união passível de degradação (Spencer & Swafford 1999). Essa degradação foi atribuída à hidrólise dos peptídeos das fibrilas colágenas que não foram envolvidas pelo adesivo (Jacobsen & Söderholm, 1995).

Para amenizar esse problema, Gwinnett (1994) e Vargas *et al.* (1997) propuseram a remoção do colágeno exposto pelo condicionamento ácido para adesão direta do adesivo sobre a dentina mineralizada. Entretanto, os resultados mostraram-se contraditórios e influenciados pelo tipo de adesivo empregado. Assim, os adesivos diluídos em acetona parecem apresentar melhores resultados quando comparados aos adesivos com outros solventes (Inai *et al.* 1998; Saboia *et al.* 2000 e Toledano *et al.* 2002).

Diante dessas considerações este estudo avaliou a influência da degradação hídrica e da ciclagem mecânica sobre os sistemas adesivos Prime & Bond 2.1 e Prime & Bond NT utilizados nas técnicas adesivas convencional e com remoção de colágeno.

Conforme mostrado na Tabela 1, com exceção do sistema adesivo Prime & Bond NT sem ciclagem mecânica, em 24 horas, nas demais situações, os grupos com desproteíntização apresentaram valores significativamente maiores quando comparados aos grupos com técnica adesiva convencional. Estes resultados são similares aos de Inai *et al.* (1998); Saboia *et al.* (2000) e Toledano

et al. (2002). Por outro lado, a desproteção também não mostrou diferença estatística significativa nos resultados com PB2.1 no estudo de Correr *et al.* (2004), em dentes decíduos. Os autores atribuíram esse resultado à pequena área de dentina intertubular existente nos dentes decíduos.

Quando observados os padrões de fratura no gráfico da Figura 37, nota-se que os grupos convencionais sem ciclagem apresentam maior número de fraturas mistas em relação às fraturas adesivas na base da camada híbrida. Isso pode ser resultado da melhor interação entre adesivo e substrato dentinário desmineralizado, devido ao entrelaçamento das fibras colágenas. Embora os grupos desproteção apresentassem resistência de união igual ou superior aos não desproteção, mostraram maior frequência de fraturas adesivas na interface entre adesivo e dentina, onde se formaria a camada híbrida caso o colágeno não fosse removido. Segundo Cederlund *et al.* (2002), este tipo de fratura demonstra que a adesão inicial na técnica de desproteção é mais fraca quando comparada à união promovida pela técnica convencional.

Após ciclagem mecânica, os grupos desproteção com ambos adesivos apresentaram valores da resistência de união estatisticamente superior aos grupos não tratados com NaOCl. O tratamento pela ciclagem mecânica proporcionou aumento de fraturas adesivas na interface da união (base da camada híbrida) para os quatro grupos. Nos grupos não desproteção o aumento de fraturas nessa região foi maior quando comparado com os tratados com NaOCl, mostrando enfraquecimento da união. Este fato parece comprometer a teoria de que a camada híbrida funcionaria como amortecedora, absorvendo tensões e preservando a interface da restauração (Cederlund *et al.*, 2002), devido ao módulo de elasticidade ser mais próximo ao da dentina (Uno & Finger, 1995). Outro fato que compromete essa teoria é a forte adesão existente ao esmalte, substrato que não possui colágeno como existe na dentina para absorver as tensões. Por outro lado, o módulo de elasticidade do esmalte é muito maior que do adesivo, o que comprometeria a resistência da união. No entanto, o esmalte

apresenta uma adesão mais efetiva do que a dentina, devido às retenções micro-mecânicas deixadas pelo condicionamento ácido no substrato mineralizado.

Maior valor de resistência da união do Prime Bond NT em relação ao Prime Bond 2.1 quando comparados na técnica convencional sem ciclagem mecânica, possivelmente se deve a presença de carga nanométrica de sílica coloidal na composição do primeiro adesivo citado, que o tornaria mais resistente às tensões induzidas. A carga de sílica parece só ter influenciado a resistência da união na presença de colágeno na condição sem ciclagem mecânica, pois nas demais, os sistemas adesivos não diferiram estatisticamente nos corpos-de-prova ensaiados em 24 horas e 60 dias.

Os dados da Tabela 2 mostram valores significativamente menores na resistência da união para os grupos não desproteinizados, quando comparados aos grupos tratados com NaOCl para ambos adesivos. A análise do padrão de fratura dessas amostras mostra grande número de falhas adesivas na base da camada híbrida para os grupos não tratados com o NaOCl. Esses resultados concordam com o estudo de Yamauti, *et al.*, (2003), principalmente após a ciclagem mecânica. A justificativa para este fato seria o enfraquecimento da interface em função da degradação apontada por Hashimoto, *et al.*, (2002b) agravada pela aplicação de tensões mecânicas. Já nos grupos em que o hipoclorito de sódio foi aplicado predominaram as fraturas mistas, demonstrando união mais resistente à degradação que nos grupos sem desproteinização. Isso provavelmente ocorreu em função da melhor adaptação do adesivo ao substrato dentinário, sem a presença de falhas resultantes da infiltração deficiente do adesivo na malha de colágeno exposta pela técnica convencional (Pashley *et al.*, 1993; Wang & Spencer, 2001; Spencer & Wang 2002).

Sato *et al.*, (2005) relataram diminuição da espessura da camada desmineralizada e da camada de adesivo com o aumento do tempo de tratamento com NaOCl. Nessa condição, a interface de união ficaria mais similar à obtida com o condicionamento do esmalte, devido ao maior conteúdo mineral da dentina desproteinizada (Prati *et al.* 1999). Outro fator que possivelmente contribuiu para

aumentar a resistência e durabilidade da união foi a presença do monômero PENTA (monofosfato de dipentaeritriol pentacrilato) (Inai *et al.* 1998) presente na composição dos adesivos utilizados neste estudo. Maior quantidade de cálcio presente na superfície da dentina desproteinizada poderia potencializar os níveis de resistência da união, porque segundo Toledano *et al.*, (2000) esse monômero tem maior afinidade pelo cálcio. Ainda sobre a composição dos adesivos utilizados neste estudo, Silva (2006) afirmou que o PBNT tem seu desempenho melhorado quando utilizado com a técnica de desproteinização devido a ausência do HEMA (monômero hidrófilo). Segundo esse autor, maior controle da umidade favorecia a utilização de monômeros hidrófobos que produziam polímeros menos suscetíveis a degradação. O melhor controle da umidade se devia à ausência da água entre as fibrilas de colágeno que foram removidas.

Nas Tabelas 1 e 2 pode-se verificar a ação da ciclagem mecânica sobre os grupos na comparação em coluna dentro do fator adesivo (representado pelo asterisco *). Observa-se diferença estatística significativa entre PBNT com técnica convencional no período de 24 horas. A diminuição da resistência de união é acompanhada pelo aumento de fraturas adesivas, mostrando maior concentração de tensões na interface de união, provavelmente em função de uma infiltração deficiente do adesivo na malha de colágeno (Sano *et al.* 1995; Perdigão *et al.* (1996); Spencer & Wang 2002; Wang & Spencer, 2003). Segundo Toledano *et al.*, (1999) a infiltração incompleta seria gerada pela baixa energia de superfície do componente orgânico, quando comparado à hidroxiapatita, resultando em menor umedecimento das fibrilas colágenas pelo adesivo.

A penetração pode ser ainda prejudicada pela presença da carga de sílica do PBNT. Segundo Tay *et al.*, (1999) há tendência das partículas se aglomerarem dentro do adesivo, tornando-se muito grande para penetrar nos espaços da rede de fibrilas. Além disso, resíduos da técnica de condicionamento (espessante do ácido, restos orgânicos e inorgânicos) também parecem impedir a penetração das cargas nanométricas.

Não houve diferença estatística significativa nos valores apresentados pelo PBNT+NaOCl dentro do fator ciclagem mecânica. Isso pode ter ocorrido devido à ausência da malha de colágeno e da maior abertura dos túbulos dentinários após a desproteínização (Prati *et al.*, 1999; Mountouris *et al.*, 2004; Montes *et al.*, 2005; Correr *et al.*, 2006), o que permitiu melhor penetração do adesivo e mais uniforme distribuição das partículas de carga. Esse mesmo comportamento foi observado para o PBNT após 60 dias de degradação, reforçando a hipótese que a parte mais susceptível à degradação seria a malha de colágeno não infiltrada e, portanto, protegida pelo adesivo. Este fato poderia comprometer a utilização deste adesivo na técnica convencional. Já, o adesivo PB2.1 somente apresentou diferença significativa quando utilizado com NaOCl nas amostras testadas após 24 horas, demonstrando que a ciclagem mecânica interferiu negativamente no comportamento desse adesivo, concentrando tensões na interface de união. Esse resultado não ocorreu no grupo de 60 dias, quando o efeito da degradação foi mais efetivo e superou o efeito causado pela ciclagem mecânica. Os resultados deste estudo não confirmam os apresentados por Santos *et al.*, (2005), onde a ciclagem mecânica diminuiu os valores da resistência da união para o grupo desproteínizado antes da aplicação do adesivo Single Bond, contendo etanol e água. Isso reforça a idéia que os sistemas adesivos diluídos em acetona apresentam melhor desempenho quando associados à desproteínização, provavelmente pela eficiência da acetona em remover adequadamente a água da superfície da dentina.

A Tabela 3 compara os resultados dentro de cada adesivo entre os tempos de armazenamento para os grupos não ciclados. Observa-se redução com diferença estatística significativa na resistência da união nos grupos não desproteínizados. Isto provavelmente ocorreu pela exposição das fibrilas de colágeno resultante da infiltração incompleta do adesivo, permitindo maior acesso da água que acelerou a decomposição. Comprovando esse fato, este grupo apresentou aumento do número de fraturas adesivas na base da camada híbrida

após 60 dias. A relação entre modo de falha e resistência da união foi verificada também por Yamauti, *et al.*, (2003).

Nos grupos tratados com NaOCl as fibrilas removidas provavelmente permitiram melhor adaptação da camada de adesivo ao substrato. A melhor adaptação corrobora com o resultado encontrado por Silva *et al.* (2006) para o Prime & Bond NT, quando verificaram a adaptação de três diferentes sistemas adesivos através da nanoinfiltração. Além da ausência de matéria orgânica exposta passível à degradação, existia a possibilidade de adesão sobre o substrato com maior conteúdo mineral (Toledano *et al.*, 2000; Saboia, *et al.* 2000).

Relação similar entre os grupos discutidos na Tabela 3 pode ser verificada quando se observa a Tabela 4. Essa similaridade seria reforçada pelo grande número de fraturas adesivas na base da camada híbrida nos grupos com a técnica adesiva convencional, acentuada ainda mais nas amostras cicladas. Esses resultados concordam com o estudo de Hashimoto, *et al.*, (2002a) que mostraram relação entre a área de colágeno exposta pelo condicionamento ácido e a diminuição dos valores da resistência de união. Esses autores observaram que o aumento do tempo de condicionamento diminuía os valores da resistência de união e aumentava a frequência das falhas na base da camada híbrida, devido à exposição de colágeno. Os autores atribuíram esse comportamento a maior concentração de tensões nessa região.

Desta forma, os melhores resultados apresentados pelas amostras desproteinizadas estão relacionados com o melhor escoamento do adesivo sobre o substrato, proporcionando contato mais íntimo entre adesivo e dentina desproteinizada. Conseqüentemente, maior retenção micromecânica do adesivo ocorrerá nas irregularidades da superfície da dentina resultante da remoção do colágeno. Além disso, haverá maior afinidade do PENTA pelo substrato desproteinado e com maior presença de cálcio e possibilidades de melhor controle da umidade do substrato. Esses fatores provavelmente foram responsáveis pela união mais eficiente e menos susceptível a fatores deletérios, como tensões mecânicas e degradação hídrica.

7 – CONCLUSÕES

De acordo com os resultados e dentro das limitações deste estudo foi possível concluir que:

1 – A desproteção aumentou os valores de resistência da união para os sistemas adesivos no período de 24 horas após a confecção das amostras, com exceção do sistema Prime & Bond NT sem ciclagem mecânica;

2 – Em 60 dias de armazenagem em água, os grupos tratados com hipoclorito de sódio a 10% não apresentaram diminuição dos valores de resistência da união. No grupo convencional houve redução significativa dos valores de resistência da união.

3 – Houve aumento de fraturas adesivas (interface entre adesivo e dentina) após ciclagem mecânica e armazenagem em água nos grupos restaurados sem remoção do colágeno.

REFERÊNCIAS*

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

Cederlund A, Jonsson B, Blomlof J. Do intact collagen fibers increase dentin bond strength? *Swed Dent J.* 2002; 26(4): 159-66.

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

Correr GM, Alonso RC, Grando MF, Borges AF, Puppim-Rontani RM. Effect of sodium hypochlorite on primary dentin--a scanning electron microscopy (SEM) evaluation. *J Dent.* 2006; 34(7): 454-9.

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

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

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Endo K, Oguchi H. The extent to which resin can infiltrate dentin by acetone-based adhesives. *J Dent Res.* 2002; 81(1): 74-8.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Tay FR, Oguchi H, *et al.* Over-etching effects on micro-tensile bond strength and failure patterns for two dentin bonding systems. *J Dent.* 2002; 30(2-3): 99-105.

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

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

* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseadas na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviaturas dos periódicos em conformidade com Medline.

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

Montes MA, de Goes MF, Sinhoreti MA. The in vitro morphological effects of some current pre-treatments on dentin surface: a SEM evaluation. *Oper Dent.* 2005; 30(2): 201-12.

Mountouris G, Silikas N, Eliades G. Effect of sodium hypochlorite treatment on the molecular composition and morphology of human coronal dentin. *J Adhes Dent.* 2004; 6(3): 175-82.

Munksgaard EC. Wet or dry, normal or deproteinized dentin surfaces as substrate for dentin adhesives. *Acta Odontol Scand.* 2002; 60(1): 60-4.

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

Nakabayashi N. Adhesive bonding with 4-META. *Oper Dent.* 1992; Suppl 5: 125-30.

Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int.* 1993; 24(9): 618-31.

Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent.* 1997; 25(5): 355-72.

Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Braem M, Yildiz E, *et al.* The interaction of adhesive systems with human dentin. *Am J Dent.* 1996 Aug; 9(4):167-73.

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

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

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent.* 1995; 20(1): 18-25.

Sato H, Miyazaki M, Moore BK. Influence of NaOCl treatment of etched and dried dentin surface on bond strength and resin infiltration. *Oper Dent.* 2005; 30(3): 353-8.

Santos PH, Sinhoreti MA, Consani S, Sobrinho LC, Adabo GL, Vaz LG. Effect of cyclic compressive loading on the bond strength of an adhesive system to dentin after collagen removal. *J Adhes Dent.* 2005; 7(2): 127-31.

Shono MTY, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russell CM, Pashley DH. Durability of Resin-Dentin Bonds. *Journal Adhesive Dentistry.* 1999; 1(3): 211 - 8.

Silva EM, Duarte PB, Poskus LT, Barcellos AA, Guimaraes JG. Nanoleakage and microshear bond strength in deproteinized human dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; artigo *In Press*

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

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

Tay FR, Moulding KM, Pashley DH. Distribution of nanofillers from a simplified-step adhesive in acid-conditioned dentin. *J Adhes Dent.* 1999; 1(2): 103-17.

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

Toledano M, Perdigao J, Osorio R, Osorio E. Effect of dentin deproteinization on microleakage of Class V composite restorations. *Oper Dent.* 2000; 25(6): 497-504.

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

Uno S, Finger WJ. Function of the hybrid zone as a stress-absorbing layer in resin-dentin bonding. *Quintessence Int.* 1995; 26(10): 733-8.

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

Wang Y, Spencer P. Quantifying adhesive penetration in adhesive/dentin interface using confocal Raman microspectroscopy. *J Biomed Mater Res.* 2002; 59(1): 46-55.

Wang Y, Spencer P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding. *J Dent Res.* 2003; 82(2): 141-5.

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

ANEXO

Resistência de união após 24 horas para os grupos não-ciclados.

6/19/2006 10:15:23 PM

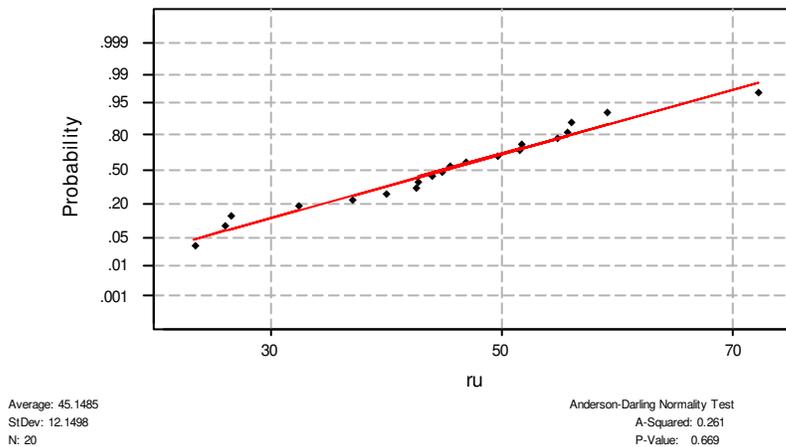
Welcome to Minitab, press F1 for help.
Saving file as: C:\MINITAB\MTBWIN\Luciano 2.MPJ
Saving file as: C:\MINITAB\MTBWIN\24 hrs nao ciclados.MTW

Results for: 24 hrs nao ciclados.MTW

Descriptive Statistics: ru by grupo

Variable	grupo	N	Mean	Median	TrMean	StDev
ru	NTC	5	47.82	46.87	47.82	4.70
	NTNa	5	52.42	51.52	52.42	11.82
	PBC	5	29.69	26.50	29.69	6.63
	PBNa	5	50.66	55.64	50.66	9.14

Normal Probability Plot



General Linear Model: ru versus ades, tecnica

Factor	Type	Levels	Values
ades	fixed	2	NT PB
tecnica	fixed	2	conv NaOCl

Analysis of Variance for ru, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
ades	1	494.52	494.52	494.52	6.84	0.019
tecnica	1	817.79	817.79	817.79	11.31	0.004
ades*tecnica	1	335.13	335.13	335.13	4.63	0.047
Error	16	1157.27	1157.27	72.33		
Total	19	2804.72				

Unusual Observations for ru

Obs	ru	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
19	72.2100	52.4220	3.8034	19.7880	2.60R

R denotes an observation with a large standardized residual.

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals

Response Variable ru

All Pairwise Comparisons among Levels of ades

ades = NT subtracted from:

ades	Lower	Center	Upper
PB	-18.01	-9.945	-1.882

-----+-----+-----+-----
 (------*-----)
 -----+-----+-----+-----
 -15.0 -10.0 -5.0

Tukey Simultaneous Tests

Response Variable ru

All Pairwise Comparisons among Levels of ades

ades = NT subtracted from:

Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades				
PB	-9.945	3.803	-2.615	0.0188

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals

Response Variable ru

All Pairwise Comparisons among Levels of tecnica

tecnica = conv subtracted from:

tecnica	Lower	Center	Upper
NaOCl	4.726	12.79	20.85

-+-----+-----+-----+-----
 (------*-----)
 -+-----+-----+-----+-----
 5.0 10.0 15.0 20.0

Tukey Simultaneous Tests

Response Variable ru

All Pairwise Comparisons among Levels of tecnica

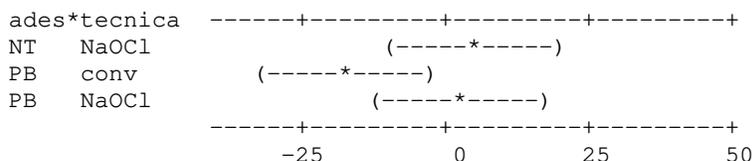
tecnica = conv subtracted from:

Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
tecnica				
NaOCl	12.79	3.803	3.363	0.0040

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades*tecnic

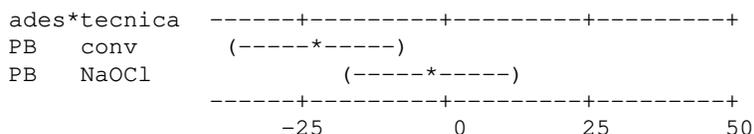
ades = NT
 tecnica = conv subtracted from:

ades*tecnic	Lower	Center	Upper
NT NaOCl	-10.80	4.60	20.006
PB conv	-33.54	-18.13	-2.728
PB NaOCl	-12.56	2.84	18.248



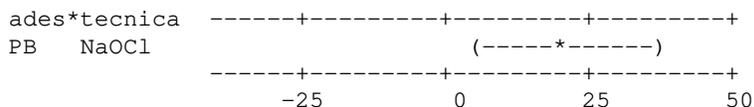
ades = NT
 tecnica = NaOCl subtracted from:

ades*tecnic	Lower	Center	Upper
PB conv	-38.14	-22.73	-7.330
PB NaOCl	-17.16	-1.76	13.646



ades = PB
 tecnica = conv subtracted from:

ades*tecnic	Lower	Center	Upper
PB NaOCl	5.572	20.98	36.38



Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades*tecnic

ades = NT
 tecnica = conv subtracted from:

Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades*tecnic NT NaOCl	4.60	5.379	0.856	0.8272
PB conv	-18.13	5.379	-3.371	0.0183
PB NaOCl	2.84	5.379	0.529	0.9508

ades = NT
 tecnica = NaOCl subtracted from:

Level		Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades*tecnica					
PB	conv	-22.73	5.379	-4.227	0.0032
PB	NaOCl	-1.76	5.379	-0.327	0.9875

ades = PB
 tecnica = conv subtracted from:

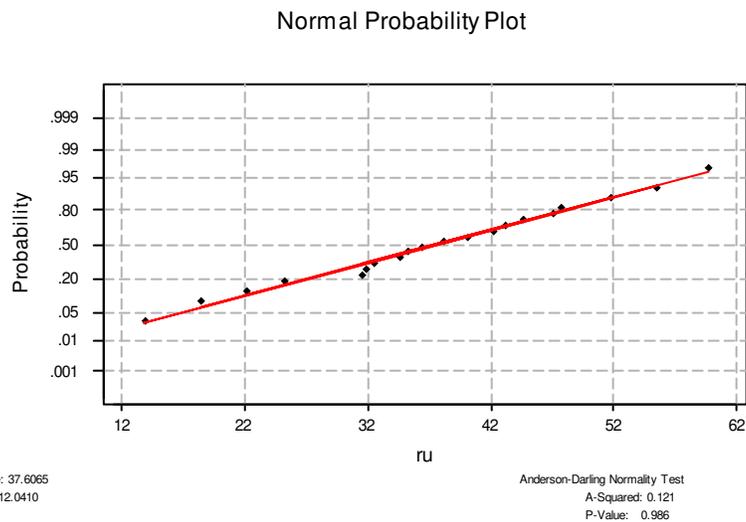
Level		Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades*tecnica					
PB	NaOCl	20.98	5.379	3.900	0.0063

Resistência de união após 24 horas para os grupos ciclados.

Descriptive Statistics: ru by grupo

Variable	grupo	N	Mean	Median	TrMean	StDev
ru	NTC	5	32.74	31.58	32.74	9.62
	NTNa	5	43.34	47.82	43.34	16.75
	PBC	5	31.79	34.63	31.79	10.73
	PBNa	5	42.56	43.20	42.56	7.52

Normal Prob Plot: ru



General Linear Model: ru versus ades, tecnica

Factor	Type	Levels	Values
ades	fixed	2	NT PB
tecnica	fixed	2	conv NaOCl

Analysis of Variance for ru, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
ades	1	3.8	3.8	3.8	0.03	0.870
tecnic	1	571.5	571.5	571.5	4.20	0.057
ades*tecnic	1	0.0	0.0	0.0	0.00	0.988
Error	16	2179.4	2179.4	136.2		
Total	19	2754.7				

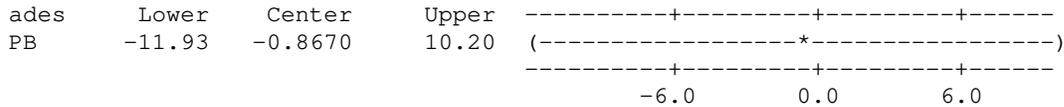
Unusual Observations for ru

Obs	ru	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
16	18.4200	43.3440	5.2195	-24.9240	-2.39R

R denotes an observation with a large standardized residual.

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades

ades = NT subtracted from:



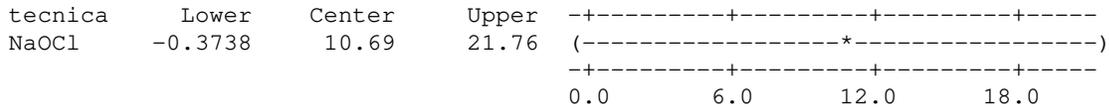
Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades

ades = NT subtracted from:

Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
PB	-0.8670	5.219	-0.1661	0.8702

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of tecnica

tecnic = conv subtracted from:



Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of tecnica

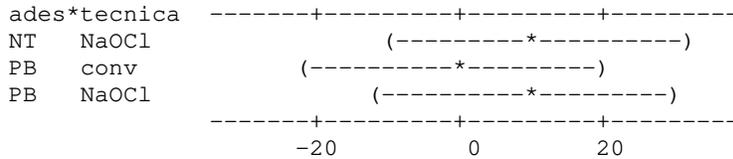
tecnic = conv subtracted from:

Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
NaOCl	10.69	5.219	2.048	0.0573

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades*tecnic

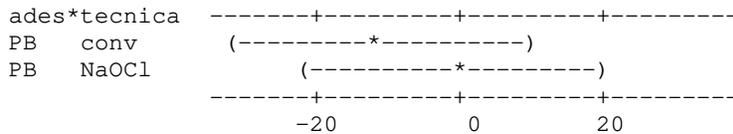
ades = NT
 tecnica = conv subtracted from:

ades*tecnic	Lower	Center	Upper
NT NaOCl	-10.53	10.6080	31.75
PB conv	-22.09	-0.9500	20.19
PB NaOCl	-11.31	9.8240	30.96



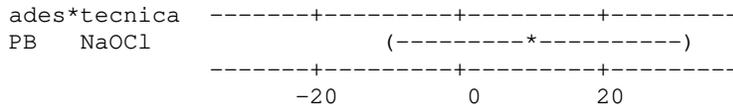
ades = NT
 tecnica = NaOCl subtracted from:

ades*tecnic	Lower	Center	Upper
PB conv	-32.70	-11.56	9.581
PB NaOCl	-21.92	-0.78	20.355



ades = PB
 tecnica = conv subtracted from:

ades*tecnic	Lower	Center	Upper
PB NaOCl	-10.36	10.77	31.91



Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades*tecnic

ades = NT
 tecnica = conv subtracted from:

Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades*tecnic NT NaOCl	10.6080	7.381	1.4371	0.4958
PB conv	-0.9500	7.381	-0.1287	0.9992
PB NaOCl	9.8240	7.381	1.3309	0.5577

ades = NT
 tecnica = NaOCl subtracted from:

Level	Difference	SE of	Adjusted
-------	------------	-------	----------

		of Means	Difference	T-Value	P-Value
ades*tecnica					
PB conv		-11.56	7.381	-1.566	0.4243
PB NaOCl		-0.78	7.381	-0.106	0.9996

ades = PB
 tecnica = conv subtracted from:

Level		Difference	SE of		Adjusted
		of Means	Difference	T-Value	P-Value
ades*tecnica					
PB NaOCl		10.77	7.381	1.460	0.4830

T-Test and CI: ciclados, naocicl
Prime & Bond 2.1 tratamento convencional
Ciclados Vs. Não Ciclados

	N	Mean	StDev	SE Mean
ciclados	5	29.69	6.63	2.97
naocicl	5	31.79	10.73	4.80
Difference	5	-2.10	9.94	4.44

95% CI for mean difference: (-14.44, 10.24)
 T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = -0.47 P-Value = 0.661

Results for: teste T NT conv cicl vs nao cicl.MPJ
Prime & Bond NT tratamento convencional
Ciclados Vs. Não Ciclados

T-Test and CI: naocicl, ciclados

	N	Mean	StDev	SE Mean
naocicl	5	47.82	4.70	2.10
ciclados	5	32.74	9.62	4.30
Difference	5	15.08	9.25	4.14

95% CI for mean difference: (3.59, 26.58)
 T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 3.64 P-Value = 0.022

Results for: teste T PB NaOCl cicl vs nao cicl.MPJ
Prime & Bond 2.1 tratamento NaOCl
Ciclados Vs. Não Ciclados

T-Test and CI: naocicl, ciclados

	N	Mean	StDev	SE Mean
naocicl	5	50.66	9.14	4.09
ciclados	5	42.56	7.52	3.36
Difference	5	8.10	6.26	2.80

95% CI for mean difference: (0.33, 15.87)
 T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 2.90 P-Value = 0.044

Results for: teste T NT NaOCl cicl vs nao cicl.MPJ
Prime & Bond 2.1 tratamento NaOCl
T-Test and CI: naocicl, ciclado

	N	Mean	StDev	SE Mean
naocicl	5	52.42	11.82	5.29
ciclado	5	43.34	16.75	7.49
Difference	5	9.08	21.51	9.62

95% CI for mean difference: (-17.63, 35.78)

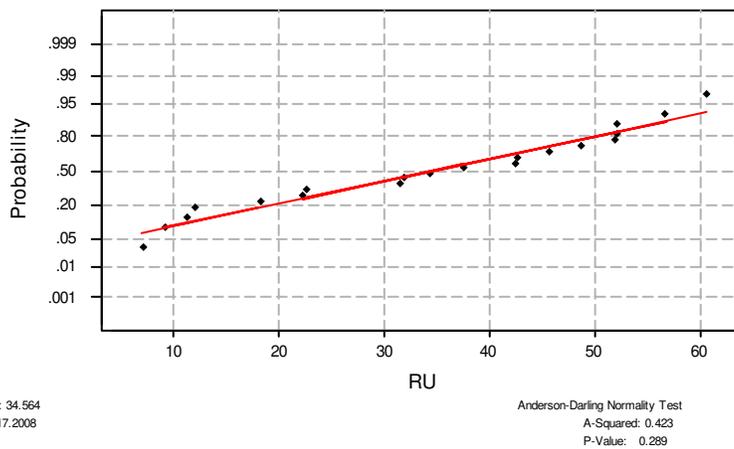
T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 0.94 P-Value = 0.399

Resistência de união após 60 dias para os grupos não-ciclados.

Descriptive Statistics: RU by grupo

Variable	grupo	N	Mean	Median	TrMean	StDev
RU	NTC	5	31.49	31.82	31.49	5.76
	NTNa	5	48.78	45.80	48.78	7.73
	PBC	5	11.49	11.20	11.49	4.22
	PBNa	5	46.50	52.04	46.50	13.66

Normal Probability Plot



General Linear Model: RU versus ades, tec

Factor	Type	Levels	Values
ades	fixed	2	NT PB
tec	fixed	2	Conv NaOCl

Analysis of Variance for RU, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
ades	1	621.2	621.2	621.2	8.36	0.011
tec	1	3419.1	3419.1	3419.1	46.02	0.000
ades*tec	1	392.5	392.5	392.5	5.28	0.035
Error	16	1188.7	1188.7	74.3		
Total	19	5621.5				

Unusual Observations for RU

Obs	RU	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
8	22.6000	46.4960	3.8547	-23.8960	-3.10R

R denotes an observation with a large standardized residual.

Least Squares Means for RU

ades	Mean	SE Mean
NT	40.14	2.726
PB	28.99	2.726
tec		
Conv	21.49	2.726
NaOCl	47.64	2.726
ades* tec		
NT Conv	31.49	3.855
NT NaOCl	48.78	3.855
PB Conv	11.49	3.855
PB NaOCl	46.50	3.855

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals

Response Variable RU

All Pairwise Comparisons among Levels of ades

ades = NT subtracted from:

ades	Lower	Center	Upper
PB	-19.32	-11.15	-2.974

---+-----+-----+-----+---
 (-----*-----)
 ---+-----+-----+-----+---
 -18.0 -12.0 -6.0 0.0

Tukey Simultaneous Tests

Response Variable RU

All Pairwise Comparisons among Levels of ades

ades = NT subtracted from:

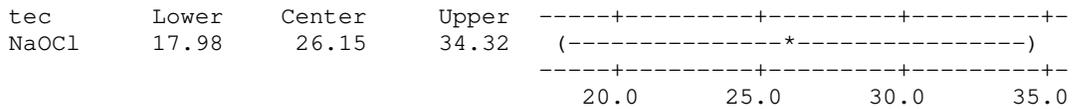
Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
PB	-11.15	3.855	-2.892	0.0106

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals

Response Variable RU

All Pairwise Comparisons among Levels of tec

tec = Conv subtracted from:



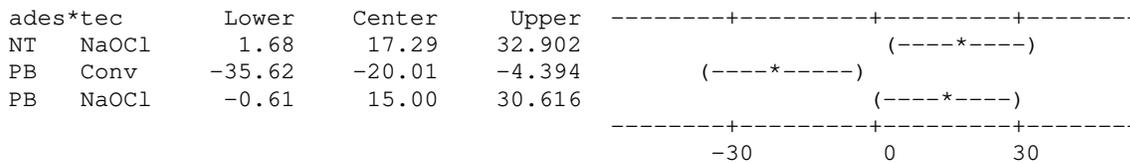
Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable RU
 All Pairwise Comparisons among Levels of tec

tec = Conv subtracted from:

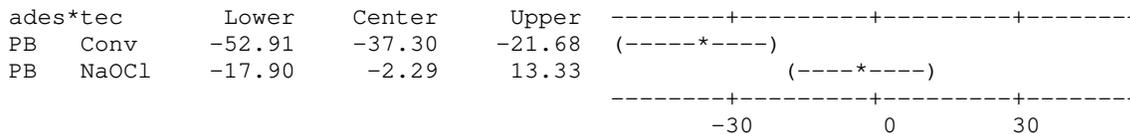
Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
NaOCl	26.15	3.855	6.784	0.0000

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals
 Response Variable RU
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades*tec

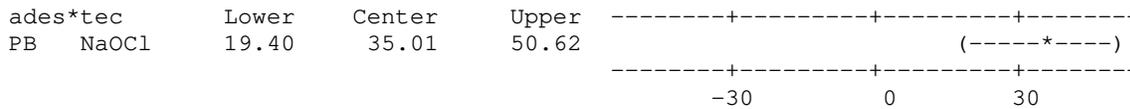
ades = NT
 tec = Conv subtracted from:



ades = NT
 tec = NaOCl subtracted from:



ades = PB
 tec = Conv subtracted from:



Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable RU
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades*tec

ades = NT
 tec = Conv subtracted from:

Level		Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades*tec					
NT	NaOCl	17.29	5.451	3.172	0.0273
PB	Conv	-20.01	5.451	-3.670	0.0100
PB	NaOCl	15.00	5.451	2.752	0.0615

ades = NT

tec = NaOCl subtracted from:

Level		Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades*tec					
PB	Conv	-37.30	5.451	-6.842	0.0000
PB	NaOCl	-2.29	5.451	-0.419	0.9744

ades = PB

tec = Conv subtracted from:

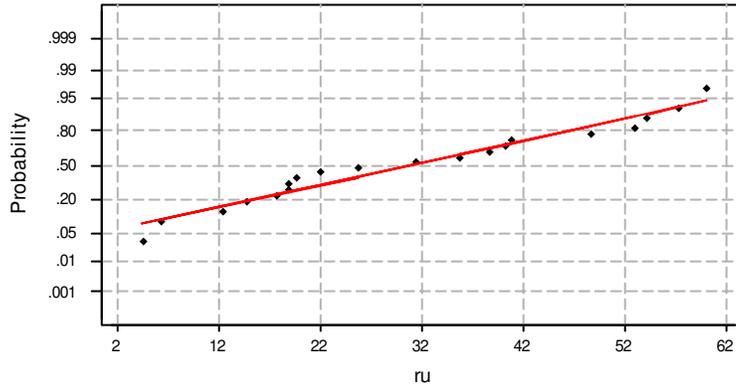
Level		Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades*tec					
PB	NaOCl	35.01	5.451	6.422	0.0001

Resistência de união após 60 dias para os grupos ciclados.

Descriptive Statistics: ru by grupo

Variable	grupo	N	Mean	Median	TrMean	StDev
ru	NTC	5	17.05	18.84	17.05	7.18
	NTNa	5	48.83	54.34	48.83	12.22
	PBC	5	15.05	17.69	15.05	6.85
	PBNa	5	43.36	40.39	43.36	7.26

Normal Probability Plot



Average: 31.073
 StDev: 17.4732
 N: 20

Anderson-Darling Normality Test
 A-Squared: 0.419
 P-Value: 0.297

General Linear Model: ru versus ades, tecn

```
Factor      Type Levels Values
ades       fixed      2 NT PB
tecn       fixed      2 conv Na
```

```
Analysis of Variance for ru, using Adjusted SS for Tests
Source      DF      Seq SS      Adj SS      Adj MS      F      P
ades        1         69.9         69.9         69.9         0.93  0.349
tecn        1      4513.8      4513.8      4513.8      60.07  0.000
ades*tecn   1         15.0         15.0         15.0         0.20  0.661
Error       16      1202.2      1202.2         75.1
Total       19      5801.0
```

Unusual Observations for ru

Obs	ru	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
16	31.4300	48.8320	3.8766	-17.4020	-2.24R

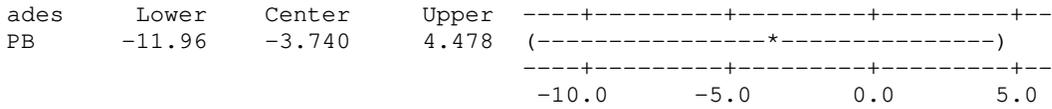
R denotes an observation with a large standardized residual.

Least Squares Means for ru

ades	Mean	SE Mean
NT	32.94	2.741
PB	29.20	2.741
tecn		
conv	16.05	2.741
Na	46.10	2.741
ades*tecn		
NT conv	17.05	3.877
NT Na	48.83	3.877
PB conv	15.05	3.877
PB Na	43.36	3.877

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades

ades = NT subtracted from:



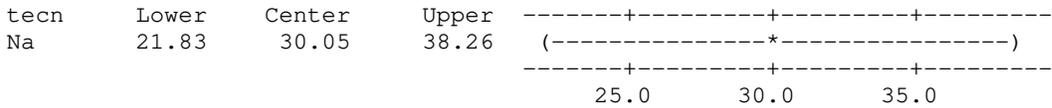
Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades

ades = NT subtracted from:

Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades				
PB	-3.740	3.877	-0.9648	0.3490

Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of tecn

tecn = conv subtracted from:



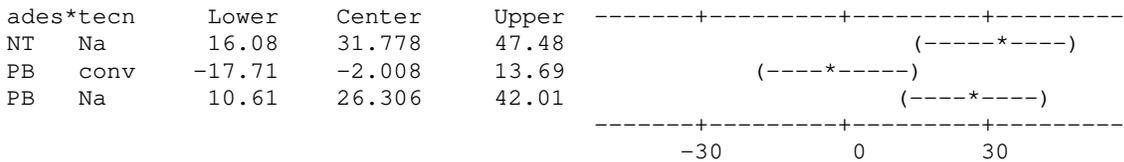
Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of tecn

tecn = conv subtracted from:

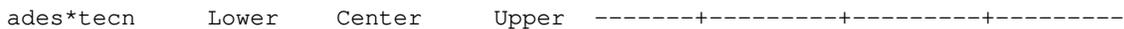
Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
tecn				
Na	30.05	3.877	7.751	0.0000

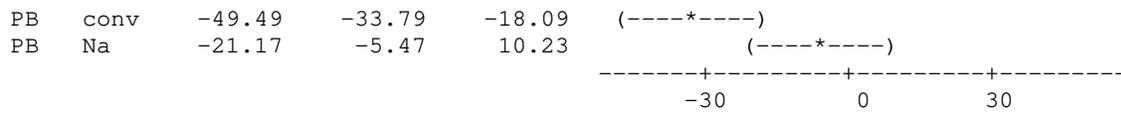
Tukey 95.0% Simultaneous Confidence Intervals
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades*tecn

ades = NT
 tecn = conv subtracted from:

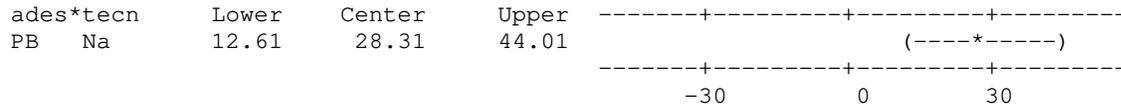


ades = NT
 tecn = Na subtracted from:





ades = PB
 tecn = conv subtracted from:



Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable ru
 All Pairwise Comparisons among Levels of ades*tecn

ades = NT
 tecn = conv subtracted from:

Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades*tecn				
NT Na	31.778	5.482	5.7965	0.0002
PB conv	-2.008	5.482	-0.3663	0.9826
PB Na	26.306	5.482	4.7984	0.0010

ades = NT
 tecn = Na subtracted from:

Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades*tecn				
PB conv	-33.79	5.482	-6.163	0.0001
PB Na	-5.47	5.482	-0.998	0.7526

ades = PB
 tecn = conv subtracted from:

Level	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
ades*tecn				
PB Na	28.31	5.482	5.165	0.0005

T-Test and CI: cic, naocicl

	N	Mean	StDev	SE Mean
cic	5	11.49	4.22	1.89
naocicl	5	15.05	6.85	3.06
Difference	5	-3.56	9.79	4.38

95% CI for mean difference: (-15.72, 8.60)
T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = -0.81 P-Value = 0.462

Results for: Worksheet 7

T-Test and CI: cicl, naocicl

	N	Mean	StDev	SE Mean
cicl	5	46.50	13.66	6.11
naocicl	5	43.36	7.26	3.25
Difference	5	3.14	11.23	5.02

95% CI for mean difference: (-10.81, 17.09)
T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 0.62 P-Value = 0.566

Results for: Worksheet 8

T-Test and CI: cicl, naocicl

	N	Mean	StDev	SE Mean
cicl	5	31.49	5.76	2.57
naocicl	5	17.05	7.18	3.21
Difference	5	14.44	8.99	4.02

95% CI for mean difference: (3.27, 25.60)
T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 3.59 P-Value = 0.023

Results for: Worksheet 9

T-Test and CI: cicl, naocicl

	N	Mean	StDev	SE Mean
cicl	5	48.78	7.73	3.46
naocicl	5	48.83	12.22	5.46
Difference	5	-0.05	9.34	4.18

95% CI for mean difference: (-11.65, 11.55)
T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = -0.01 P-Value = 0.999

Resistência de união para não-ciclados para os grupos após 24 horas e 60 dias.

Paired T-Test and CI: umdia, sesst

Paired T for umdia - sesst

	N	Mean	StDev	SE Mean
umdia	5	29.69	6.63	2.97
sesst	5	11.49	4.22	1.89
Difference	5	18.20	8.64	3.87

95% CI for mean difference: (7.47, 28.93)

T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 4.71 P-Value = 0.009

Results for: Worksheet 4

Paired T-Test and CI: umdia, sesst

Paired T for umdia - sesst

	N	Mean	StDev	SE Mean
umdia	5	50.66	9.14	4.09
sesst	5	46.50	13.66	6.11
Difference	5	4.17	9.76	4.37

95% CI for mean difference: (-7.95, 16.29)

T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 0.95 P-Value = 0.394

Results for: Worksheet 5

Paired T-Test and CI: umdia, sesst

Paired T for umdia - sesst

	N	Mean	StDev	SE Mean
umdia	5	47.82	4.70	2.10
sesst	5	31.49	5.76	2.57
Difference	5	16.33	6.21	2.78

95% CI for mean difference: (8.61, 24.04)

T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 5.88 P-Value = 0.004

Saving file as: C:\MINITAB\MTBWIN\Luciano 4.MPJ

Results for: Worksheet 6

Paired T-Test and CI: umdia, sesst

Paired T for umdia - sesst

	N	Mean	StDev	SE Mean
umdia	5	52.42	11.82	5.29
sesst	5	48.78	7.73	3.46
Difference	5	3.64	11.24	5.03

95% CI for mean difference: (-10.31, 17.59)

T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 0.72 P-Value = 0.509

Resistência de união para ciclados para os grupos após 24 horas e 60 dias.

Paired T-Test and CI: vinte, sess

Paired T for vinte - sess

	N	Mean	StDev	SE Mean
vinte	5	31.79	10.73	4.80
sess	5	15.05	6.85	3.06
Difference	5	16.74	5.63	2.52

95% CI for mean difference: (9.75, 23.73)

T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 6.65 P-Value = 0.003

Paired T-Test and CI: vinte, sess

Paired T for vinte - sess

	N	Mean	StDev	SE Mean
vinte	5	42.56	7.52	3.36
sess	5	43.36	7.26	3.25
Difference	5	-0.80	6.41	2.87

95% CI for mean difference: (-8.76, 7.16)

T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = -0.28 P-Value = 0.794

Paired T-Test and CI: vinte, sess

Paired T for vinte - sess

	N	Mean	StDev	SE Mean
vinte	5	32.74	9.62	4.30
sess	5	17.05	7.18	3.21
Difference	5	15.68	6.63	2.96

95% CI for mean difference: (7.45, 23.91)

T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 5.29 P-Value = 0.006

Paired T-Test and CI: vinte, sess

Paired T for vinte - sess

	N	Mean	StDev	SE Mean
vinte	5	43.34	16.75	7.49
sess	5	48.83	12.22	5.46
Difference	5	-5.49	10.70	4.79

95% CI for mean difference: (-18.78, 7.80)

T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = -1.15 P-Value = 0.315