



Henrique Heringer Vieira

“Influência do tipo de matriz e de um antioxidante experimental na resistência de união entre compósito e estruturas dentais através de microcislamento”

Piracicaba

2013





UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

Henrique Heringer Vieira

“influência do tipo de matriz e de um antioxidante experimental na  
resistência de união entre compósito e estruturas dentais através  
de microcissalhamento”

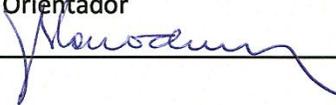
Orientador: Prof. Dr. José Roberto Lovadino

Co-orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Débora Alves Nunes Leite Lima

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO APRESENTADA À  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA  
UNICAMP PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM  
CLÍNICA ODONTOLÓGICA COM ÁREA CONCENTRAÇÃO  
EM DENTÍSTICA.

Este exemplar corresponde à versão final  
da dissertação de mestrado defendida pelo  
aluno Henrique Heringer Vieira, e orientada  
pelo prof. Dr. José Roberto Lovadino.

Assinatura do Orientador

  
Piracicaba  
2013

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR  
JOSIDELMA F COSTA DE SOUZA – CRB8/5894 - BIBLIOTECA DA  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

V673i Vieira, Henrique Heringer, 1987-  
Influência do tipo de matriz e de um antioxidante experimental  
na resistência de união entre compósito e estruturas dentais  
através de microcisalhamento / Henrique Heringer Vieira. --  
Piracicaba, SP : [s.n.], 2013.

Orientador: José Roberto Lovadino.  
Coorientador: Débora Alves Nunes Leite Lima.  
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas,  
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Clareamento dental. 2. Antioxidantes. 3. Dentina. 4.  
Radicais livres. I. Lovadino, José Roberto, 1953- II. Lima, Debora  
Alves Nunes Leite, 1978- III. Universidade Estadual de  
Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. IV. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

**Título em Inglês:** Influence of the matrix type and a experimental antioxidant  
in bond strength between composite and dental structures by microshear

**Palavras-chave em Inglês:**

Tooth bleaching

Antioxidants

Dentin

Free radicals

**Área de concentração:** Dentística

**Titulação:** Mestre em Clínica Odontológica

**Banca examinadora:**

José Roberto Lovadino [Orientador]

Fabiana Mantovani Gomes França

Flávio Henrique Baggio Aguiar

**Data da defesa:** 13-03-2013

**Programa de Pós-Graduação:** Clínica Odontológica



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 13 de Março de 2013, considerou o candidato HENRIQUE HERINGER VIEIRA aprovado.



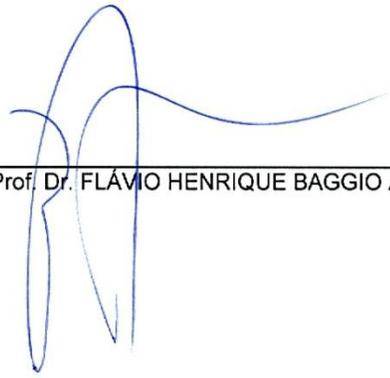
---

Prof. Dr. JOSÉ ROBERTO LOVADINO



---

Profa. Dra. FABIANA MANTOVANI GOMES FRANÇA



---

Prof. Dr. FLÁVIO HENRIQUE BAGGIO AGUIAR

## Dedicatória

Dedico cada momento de trabalho, cada segundo passado no laboratório de pesquisa, e o resultado final de um projeto de dois anos, que começou há muito tempo, a meus pais, Marcílio Gonçalves Vieira e Isolina Heringer Vieira. E a minha irmã Letícia Heringer Vieira. Sem a força que me é inspirada por eles certamente este trabalho não teria sido realizado.

## **Agradecimentos**

Agradeço à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade de Campinas, na pessoa de seu diretor, Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior.

À Coordenadora Geral da Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade de Campinas, Prof. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia. E ao Coordenador do curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, Prof. Dr. Márcio de Moraes.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, pela confiança em mim depositada ao me aceitar como orientando, além das instruções prestadas em todos os aspectos que exigiram sua atenção, paciência e profissionalismo. Da mesma forma, agradeço a minha co-orientadora Prof. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima pela serenidade e disposição em me ajudar em todas as questões e dificuldades ímpares que uma dissertação de mestrado em geral apresenta. E como se não bastasse terem me auxiliado a transpor as enormes barreiras inerentes a um projeto complexo como este, sou infinitamente grato a esses brilhantes profissionais pela ajuda e preocupação despendidas nos momentos de lutas pessoais que enfrentei durante este período.

À quinquagésima primeira turma da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade de Campinas, em especial aos amigos que continuaram na FOP trilhando um caminho semelhante ao meu, sempre dispostos a amparar e defender os nossos colegas de graduação. Agradeço a ajuda prestada tanto no sentido acadêmico quanto nas questões e conflitos pessoais, que estão presentes em todos grandes projetos de vida, e são superados com força de vontade, qualificação profissional e eficiência nos resultados, nunca sozinho, sempre com amigos.

Aos companheiros de mestrado e doutorado da Clínica Odontológica - Área de Dentística. Em especial: Erick Coppini, Núbia Pini, Dayane Oliveira e Juliana Públio. Vocês sabem muito bem o quanto a sua ajuda foi importante para a finalização deste trabalho.

Aos amigos Guilherme Xavier, Felipe Freitas e Anderson Cardoso por me escutarem durante todo este período e, pacientemente, ouvirem minhas dificuldades profissionais e pessoais, ainda que, em alguns casos, sequer compreendessem a técnica e complexidade das informações que outrora lhes desabafava em razão da grandiosidade e importância de um trabalho como este.

À Monica Barnabé, funcionária da Área de Dentística, pelos esclarecimentos e serviços prestados, sempre disposta a ajudar.

Aos professores da Área de Dentística, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, Prof. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima, Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, Prof. Dra. Gisele Maria Marchi, Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins, Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Paulillo e Prof. Dr. Marcelo Giannini, pela colaboração direta em minha formação.

À minha família, avós, tios e primos que colaboram de um jeito que apenas uma família, e nada mais, consegue colaborar.

Agradeço ao meu Deus por sua Graça refletida em cada faceta da minha vida.

A todos que direta ou indiretamente tornaram este trabalho uma realidade, meu muito obrigado.

## Resumo

Este trabalho dividido em dois estudos teve como objetivos: 1 - Avaliar através de microcisolamento a influência de três tipos de matrizes para confecção dos cilindros de resina composta sobre a resistência de união a dentina, 2- Avaliar a aplicação de um agente antioxidante experimental, antes e durante o procedimento adesivo, sobre a resistência de união aos substratos dentais clareados. Todas as amostras foram feitas com adesivo simplificado convencional (Single Bond / 3M ESPE) e resina fluida de nanopartículas (Filtek Z 350 Flow / 3M ESPE). Para o estudo 1 vinte dentes bovinos foram cortados, lixados e planificados, a fim de expor a dentina coronária. Em cada fragmento dental foram confeccionados três cilindros, cada um feito com um tipo diferente de matriz: 1 - matriz de silicone, 2 - matriz experimental de macarrão e 3 - matriz de Tygon. A remoção dos tipos 1 e 3 de matrizes se fez pelo corte da matriz, e do tipo 2 por imersão em água até que o macarrão se soltasse do espécime. As amostras foram submetidas ao microcisolamento. Os dados foram analisados através de análise unidirecional de variância (ANOVA) ( $\alpha = 0,05$ ). Não houve diferença estatística entre os diferentes tipos de matrizes estudadas. Para o estudo 2 foram utilizados 100 fragmentos de dentes bovinos, medindo 6x6x1mm de espessura. Os fragmentos foram distribuídos em 10 grupos, variando o substrato dental (esmalte e dentina) e tratamento a ser realizado: controle (sem tratamento), clareamento (peróxido de hidrogênio 35%) sem aplicação do agente antioxidante, clareamento com aplicação do agente antioxidante por 10 minutos antes do procedimento restaurador, clareamento com aplicação do agente antioxidante por 10 minutos após o condicionamento ácido, clareamento com aplicação do agente antioxidante por 30 minutos antes do condicionamento ácido. Após um período de 24 horas armazenados em saliva, os corpos de prova foram submetidos ao teste de microcisolamento. Então foi aplicada análise de variância (ANOVA) “1 way” e teste de Tukey, considerando o nível de significância 5%, e análise do padrão de fratura. Não foi encontrada diferença estatística na resistência de união para o esmalte. Em dentina os grupos que receberam tratamento com antioxidante apresentaram valores de resistência

de união intermediários aos grupos controle e sem tratamento antioxidante. Pode-se concluir que o tipo de matriz não interferiu nos resultados de resistência de união a dentina, e que o agente antioxidante apresentou bom comportamento por elevar os valores de resistência de união à dentina clareada.

**Palavras Chave:** resistência de união; microcissalhamento; clareamento dental; antioxidante.

## **Abstract**

This work divided in two studies aimed to: 1 - Evaluate through microshear the influence of three types of matrices for the fabrication of composite resin cylinders on the bond strength to dentin; 2 - Evaluate the application of an experimental antioxidant, before and during the adhesive procedure on the bond strength to dental substrates bleached. All samples were made with conventional simplified adhesive (Single Bond / 3M ESPE) and nanoparticles flow composite (Filtek Z 350 Flow / 3M ESPE). For the first study twenty bovine incisors were cutted, grinded and planned in order to expose coronal dentin. Each dental fragment received three cylinders, each one made with a different type of matrix: 1 - silicone matrix, 2 - experimental matrix and 3 - Tygon matrix. Removal of the 1 and 3 matrix types were made by cutting the matrix, and type 2 by immersion in water until the noodle let out of the specimen. Samples were so subjected to microshear. Data were analyzed using one-way analysis of variance (ANOVA) and Tukey's test ( $\alpha = 0.05$ ). There was no statistical difference between the matrices studied. For study 2 one hundred fragments of bovine incisors were used, measuring 6x6 mm and height of enamel and dentin 1mm each. The fragments were distributed into 10 groups, varying the dental substrate (enamel and dentin) and treatment to be performed: Control (no treatment), bleaching (hydrogen peroxide 35%) without application of antioxidant, bleaching agent application antioxidant for 10 minutes before the restorative procedure, bleaching with agent application antioxidant for 10 minutes after the acid etching, bleaching with agent application antioxidant for 30 minutes before etching. After a period of 24 hours stored in saliva, the samples passed by microshear test. So was applied one way ANOVA, considered the 5% significance level, and analysis of the fracture pattern. There was no statistical difference in enamel. In dentin the groups that received treatment with antioxidant, showed intermediate values compared with untreated and control groups. Can be concluded that the type of matrix does not affect the results of bond strength to dentin, and that the antioxidant showed good behavior by raising the values of bond strength to bleached dentin.

**Keywords:** Bond strength; microshear; tooth bleaching; antioxidant

## **Sumário**

INTRODUÇÃO 1

CAPÍTULO 1 : “Influência do tipo de matriz para confecção da amostra no teste de microcislamento”. 3

CAPÍTULO 2 : “Efeito de um agente antioxidante experimental sobre a resistência de união a dentes clareados”. 16

CONCLUSÃO 36

APÊNDICE 37

## Introdução

Ensaio mecânicos para avaliar resistência de união são úteis a fim de verificar desempenho de novos produtos, além da possibilidade de investigação de comportamentos específicos na resistência de união isolando-se determinadas variáveis, podendo estas ser inerentes à técnica, ao material ou mesmo ao substrato. Um destes ensaios mecânicos é o teste de microcisalhamento que foi recentemente popularizado na literatura odontológica. Um teste relativamente simples que possui como principal vantagem permitir a quantificação da resistência de união em pequenas áreas de adesão. (Armstrong *et al.*, 2010)

No entanto, são muitas as variáveis que podem influir nos resultados do teste de microcisalhamento. Além das supracitadas, existem ainda as pertinentes ao ensaio propriamente dito, já que, por se tratar de um ensaio relativamente simples muitas são as metodologias utilizadas, levando assim a uma falta de consenso quanto à execução do teste de microcisalhamento (Mc Donough *et al.*, 2002). Este fato é demonstrado pela revisão sistemática de Burke *et al.*, (2008) mostrando a falta de padronização dos ensaios de resistência de união, sendo que quanto maior a padronização na literatura maior será a relevância clínica dos estudos. Além de facilidade de comparação entre estudos (Burke *et al.*, 2008).

O teste de microtração se mostra a principal opção ao ensaio de microcisalhamento, entretanto os métodos de preparo das amostras para a microtração são críticos. Desta forma indica-se a utilização de ensaios de microcisalhamento em substratos que possam ser susceptíveis a falhas antes da aplicação do teste quando preparados para microtração, como materiais ionoméricos ou esmalte. Outra característica intrínseca ao ensaio de microcisalhamento é a geração de tensões indesejáveis apenas na fase em que se remove a matriz utilizada para que se construam os pilares de resina composta. (Armstrong *et al.*, 2010)

O ensaio de microcisalhamento pode ser utilizado para quantificar a resistência de união no que diz respeito ao substrato. Um dos fatores que podem diminuir

os valores da resistência de união é a presença de radicais livres na dentina ou no esmalte dental (Lima *et al.*, 2011). Estes radicais livres são resíduos da reação de oxidação responsável pelo procedimento clareador propriamente dito (Lima *et al.*, 2009).

O mecanismo pelo qual estes radicais livres interferem na resistência de união explica-se pelo fato de que estes radicais são fortes agentes oxidantes, deste modo possuem a tendência de ligar-se a outras estruturas moleculares. Quando em substrato dental os radicais livres se ligam aos monômeros do sistema adesivo, e esta ligação dos radicais livres aos monômeros faz com que sejam formadas cadeias poliméricas alteradas, o que diminui a resistência de união final. (Rueggeberg & Margeson, 1990; Yatabe *et al.*, 2001; Unlu *et al.*, 2008)

Dois tipos de abordagens tem sido propostas para reverter este efeito, uma é a espera de algum tempo, ainda não consensual na literatura (Unlu *et al.*, 2008; Uysal *et al.*, 2003; Lai *et al.*, 2001), antes de restaurar-se dentes recém clareados para que o oxigênio residual possa ser eliminado da estrutura dental. A outra proposta é a aplicação de substâncias capazes de neutralizar estes radicais livres, substâncias estas chamadas de agentes antioxidantes (Lai *et al.*, 2002; Kaya & Türkün, 2003; Kimyai & Valizadeh, 2006).

Desta forma o presente trabalho, foi dividido em dois capítulos. O primeiro um estudo da metodologia aplicada ao ensaio de microcisalhamento, tendo como objetivo avaliar a influência do tipo de matriz na resistência de união de compósitos restauradores à dentina. O segundo capítulo teve como objetivo averiguar através do ensaio de microcisalhamento o potencial de ação de um agente antioxidante experimental sobre a resistência de união ao esmalte e à dentina recém clareados.

**Capítulo 1 – “Influência do tipo de matriz para confecção da amostra no teste de microcisalhamento”.**

**Resumo**

O objetivo deste estudo foi comparar a resistência de união, por meio do teste de microcisalhamento, de cilindros de resina confeccionados com três tipos de matrizes. Vinte incisivos bovinos tiveram dentina coronária média exposta. Cada fragmento dental teve três pilares confeccionados com três diferentes tipos de matrizes: 1 – Matriz confeccionada com silicone de adição; 2 – Matriz experimental confeccionada com macarrão perfurado; 3- Matriz de Tygon. Todos os pilares foram confeccionados com adesivo convencional simplificado (Single Bond/3M ESPE) e resina composta de baixa viscosidade (Filtek Z-350 Flow/ 3M ESPE). A remoção dos tipos 1 e 3 de matrizes se fez pelo corte da matriz, e do tipo 2 por imersão em água até que o macarrão se soltasse do espécime. Fragmentos que apresentaram falhas pré-teste foram excluídos da amostra, tornando o número de fragmentos igual a catorze. Os espécimes foram submetidos ao microcisalhamento. Os dados foram analisados pelo teste ANOVA a um critério ( $\alpha=0.05$ ). Não foram encontradas diferenças estatísticas entre os diferentes tipos de matrizes utilizadas neste estudo ( $p=0,7427$ ). A matriz de silicone apresentou o maior número de fraturas adesivas, a matriz experimental apresentou o maior número de fraturas coesivas em dentina, e a matriz de Tygon apresentou maior número de fraturas mistas, e foi a que mais apresentou falhas pré-teste, seguida pela matriz de silicone. A matriz experimental não apresentou falhas pré-teste. Todos os tipos de matrizes utilizados foram eficazes para confecção dos pilares, porém a matriz experimental simplificou o processo e se mostrou mais segura quanto a falhas pré-teste.

**Palavras Chave:** Resistência de união; microcisalhamento; dentina.

## Introdução

Uma das bases da odontologia restauradora tem sido o uso de técnicas adesivas, que proporcionam a união de diferentes materiais ao esmalte e dentina. Com a evolução dos sistemas adesivos e técnicas restauradoras, surge a necessidade de se testar a força com que essa união ocorre. Para isto, são utilizados diversos testes mecânicos a fim de quantificar a resistência de união<sup>1</sup>. Os ensaios mecânicos mais utilizados para avaliar a resistência de união de materiais restaurados aos substratos dentais são os testes de microtração e microcisalhamento<sup>3,4</sup>.

O preparo de amostras para o ensaio de microtração consiste na confecção de um bloco de resina sobre o esmalte ou dentina. Em seguida, o conjunto passa por um processo de corte de precisão para que pequenas áreas adesivas sejam conseguidas, obtendo-se assim amostras em forma de palito ou ampulheta<sup>6</sup>. Contudo, este processo de corte pode gerar tensão no espécime. Assim, o número de falhas pré-teste geralmente é alto, fato que não ocorre na confecção de amostras para microcisalhamento<sup>2,5,7</sup>.

Quando comparado ao teste de microtração, o teste de microcisalhamento possui a vantagem de facilidade na confecção dos espécimes devido ao uso de matrizes<sup>5</sup>. O preparo de amostras para o ensaio de microcisalhamento consiste na confecção de cilindros de resina sobre o substrato dental. Para a confecção destes cilindros, são utilizadas matrizes de Tygon e matrizes feitas com silicone de moldagem<sup>1,3,12,13</sup>. Assim, a geração de tensões ocasionada durante a confecção dos espécimes, para esse teste, ocorre apenas durante a remoção da matriz. Não havendo desta maneira processo de cortes dos espécimes com discos rotatórios. Apesar do teste de microcisalhamento ter como característica poucas falhas pré-teste, as tensões geradas durante a remoção da matriz podem ser causadoras deste tipo de falha<sup>8</sup>.

Muitas variações deste teste mecânico são utilizadas, levando à falta de padronização na literatura<sup>1,10</sup>. Assim, o objetivo deste estudo foi comparar a resistência de união à dentina, por meio do teste de microcisalhamento, de cilindros de resina

confeccionados com três tipos de matrizes, matriz de Tygon, de silicone e uma matriz experimental confeccionada com macarrão do tipo perfurado.

### **Materiais e Métodos**

Neste estudo foram utilizados 20 incisivos bovinos que depois de extraídos foram limpos e armazenados em solução aquosa de timol a 0,1%, tamponado (Dinâmica, Piracicaba, Brasil) durante 24 horas. Com o auxílio de uma peça de mão acoplada em micromotor de baixa rotação (LB-2000, Beltec Indústria e comércio de equipamentos odontológicos Ltda., Araraquara, Brasil), utilizando-se discos diamantados (KG Sorensen, Ind. Com. Ltda.; Barueri, Brasil), as raízes foram separadas da coroa sob constante irrigação com água. Em cortadeira metalográfica (Isomet 1000; Buehler, Illinois, EUA) com irrigação, foram removidas as arestas laterais incisais e gengivais, a fim de diminuir o tamanho e facilitar o manuseio dos fragmentos dentais.

Em seguida, as superfícies vestibulares foram desgastadas em politriz giratória (Arotec, Cotia, Brasil) com lixas de carbetto de silício (Norton, São Paulo, Brasil) #120, a fim de expor a dentina no terço médio da coroa. As superfícies linguais também foram lixadas, obtendo-se um fragmento com 3 mm de espessura, 1,4 mm de altura, 0,8 de largura e superfícies paralelas. Os fragmentos dentais foram submetidos à limpeza em cuba ultrassônica (Marconi, Piracicaba, Brasil), e a fim de se padronizar a *smear layer*, cada superfície vestibular foi lixada com lixa de carbetto de silício #600 durante 1 minuto.

Para este estudo foram previamente preparadas 3 tipos de matrizes:

-Matriz confeccionada com silicone de adição (Express XT, 3M ESPE; St Paul, EUA) medindo 0,97 mm de diâmetro interno e 1 mm de altura. Para confecção desta matriz, duas placas de vidro justapostas foram utilizadas com um “stop” de resina acrílica medindo 1 mm de altura entre elas. A massa pesada deste sistema de silicone foi manipulada em uma das placas e pressionada entre as placas, até que o material

polimerizasse. Com um perfurador de Ainsworth (Golgran, São Paulo, Brasil) foram feitos orifícios no silicone, em seguida foram feitos cortes ao redor dos orifícios com uma tesoura (Golgran, São Paulo, Brasil), obtendo-se dessa forma as matrizes contendo um orifício cada.

-Matriz confeccionada com macarrão perfurado (disponível no mercado) medindo 1,15mm de diâmetro interno e 1 mm de altura. Cada unidade de macarrão foi levada à cortadeira metalográfica e, sem irrigação, foram feitos cortes consecutivos de 1 mm, obtendo-se fragmentos perfurados medindo 1mm de altura. Para remoção do pó que se formou no processo de corte de cada matriz foram utilizado jatos de ar.

-Matriz de Tygon (Tygon Tubing, Saint-Gobain Performance Plastic, Maime Lakes, EUA) medindo 0,75 mm de diâmetro interno e 1 mm de altura. Uma fita adesiva dupla face foi colada sobre uma régua, e o tubo Tygon sobre a fita, possibilitando cortes espaçados em 1 mm paralelos entre si com lâmina de barbear (Gillette, Manaus, Brasil).

Em cada bloco dental, um cilindro de resina (Filtek Z-350 Flow, 3M ESPE Dental Products, St. Paul, EUA) foi confeccionado para cada um dos 3 tipos de matrizes. Foram feitas delimitações das áreas adesivas, com uma fita adesiva (Adere Tapefix, São Paulo, Brasil) perfurada em 3 lugares com um perfurador manual. Subsequentemente, a hibridização da dentina com adesivo Single Bond (Adper Single Bond 2, 3M, ESPE) foi realizada, segundo recomendações do fabricante, da seguinte forma: condicionamento ácido (Condac 37%, Joinville, Brasil) durante 15 s seguido de lavagem com água por 10 s, remoção do excesso de água com bolinhas de algodão, aplicação de 2 camadas subsequentes de adesivo, leve agitação do aplicador do adesivo no substrato por 15 s, leve jato de ar por 5 s. Antes da fotoativação do adesivo, as matrizes foram posicionadas, de maneira que o orifício da matriz coincidissem com a delimitação adesiva. Em seguida, o adesivo foi fotoativado por 10 s com LED de 2ª geração (FLASH lite 1401, Discus Dental Culver City, EUA), com irradiância de  $618 \text{ mW/cm}^2$ . Este valor foi obtido através da divisão da potência do aparelho fotoativador (310mW), medida através de um radiômetro (Ophir Optronics, Har-Hotzvim, Israel), pela área da ponta do aparelho ( $0,5024 \text{ cm}^2$ ), medida com

um paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana, Suzano, Brasil). Após a polimerização do adesivo, as matrizes foram preenchidas com resina flow Filtek Z-350 (3M ESPE Dental Products, St. Paul, EUA 5BR) e fotoativadas por 40 s.

Após uma hora de armazenamento em água destilada, a matriz de macarrão facilmente solta-se do pilar de resina e com o auxílio de uma sonda exploradora nº 5 (Golgran, São Paulo, Brasil) foi totalmente removida. As matrizes de silicone e Tygon foram removidas através de dois cortes equidistantes com uma lâmina de bisturi 15C (Lamedid, São Paulo, Brasil), da mesma forma que a fita utilizada para a delimitação adesiva também foi removida, expondo os pilares de resina para o ensaio mecânico.

Os pilares de resina passaram por uma avaliação visual em lupa a 4 vezes de aumento, a fim de se detectar quaisquer problemas que pudessem influenciar no resultado do teste, bem como bolhas ou resina fora da área delimitada. Quaisquer amostras com problemas seriam excluídas das amostras.

Passadas 24 horas de armazenagem em água destilada a uma temperatura de 37°C, as amostras foram colocadas em um dispositivo de microcisalhamento adaptado a uma máquina de ensaio universal (EMIC DDL 500; São José dos Pinhais, Brasil) e com um fio ortodôntico (Morelli Ortodontia, Sorocaba, Brasil), raio de 0,1 mm, posicionado exatamente na interface entre dentina e resina. O carregamento cisalhante era aplicado a uma velocidade de 1 mm/min até a fratura do pilar. Os valores dados em kgf foram convertidos para MPa.

O padrão de fratura dos espécimes foi analisado em lupa estereoscópica com aumento de 50 vezes (Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha), e classificado em: fratura adesiva, quando a fratura ocorreu na interface; fratura coesiva em resina; fratura coesiva em dentina e fratura mista, englobando dois ou mais tipos de fraturas<sup>3</sup>.

Os dados foram analisados por meio da análise de variância, com nível de significância de 5%.

## Resultados

Os resultados da análise de variância não mostraram diferenças estatisticamente significantes entre os grupos ( $p=0,7427$ ). O padrão de fratura e distribuição do tipo de fratura podem ser observados na Tabela 1.

Tabela 1 – Padrão de fratura e distribuição do tipo de fratura.

Matriz	Tipo de fratura			
	Adesiva	Coesiva em dentina	Coesiva em Resina	Mista
Silicone	8 (57,14%)	1 (7,14%)	0	5 (35,71%)
Macarrão	3 (21,42%)	8 (57,14%)	0	3 (21,42%)
Tygon	5 (35,71%)	0	1 (7,14%)	8 (57,14%)

Ocorreram 4 falhas pré-teste quando utilizada a matriz de Tygon, 3 falhas quando utilizada a matriz de silicone, porém nenhuma falha pré-teste com a matriz de macarrão. Todos os fragmentos dentais que tiveram alguma falha pré-teste em qualquer uma das três matrizes utilizadas para cada fragmento foram excluídos do experimento, tornando o número de fragmentos igual a 14, a estes fragmentos excluídos não foram atribuídos valores de resistência de união.

Quanto ao padrão de fratura, foi observada predominância de fraturas mistas e adesivas. Para as matrizes de Tygon, não foram observadas fraturas coesivas em dentina, assim como as matrizes de macarrão e silicone não resultaram em fraturas coesivas em resina.

## Discussão

Este trabalho verificou a influência do tipo de matriz utilizada para confecção dos pilares de resina no teste de microcissalhamento. Os resultados deste estudo mostraram que os três tipos de matrizes não diferiram estatisticamente entre si. A maioria

dos trabalhos utiliza matrizes confeccionadas a partir de tubos Tygon<sup>1,3,9,12,14,15,16,17</sup>, que são tubos plásticos de aplicações hospitalares e laboratoriais. Estes pequenos tubos quando cortados, como apresentado neste trabalho, transformam-se em matrizes para construção dos espécimes. Há ainda trabalhos que utilizam matrizes planejadas e confeccionadas pelos próprios autores, utilizando-se para isto silicone de moldagem<sup>13</sup>, tubos plásticos sem ser Tygon<sup>11,4,18</sup>, ou até mesmo dispositivos individualizados feitos com placas de metal perfuradas e justapostas exclusivamente para a confecção dos corpos de prova do estudo<sup>19</sup>. Apenas um estudo utilizou matrizes de macarrão<sup>24</sup>. Deste modo, por serem inúmeros os tipos de matrizes descritos é difícil encontrar um padrão na literatura<sup>19</sup>.

A respeito da confecção de cada uma das 3 matrizes testadas neste estudo, a matriz de silicone foi a que apresentou um processo mais longo e trabalhoso. Esta matriz requer a prévia obtenção de um dispositivo para padronização da espessura, que neste estudo foram duas placas de vidro com um “stop” de resina interposto entre as duas placas, seguido pelos procedimentos de perfuração e corte. É possível também confeccionar um molde que faça a matriz já perfurada e com as medidas desejadas. As outras duas matrizes tem seu processo de obtenção bastante facilitado, sendo que foi notada uma maior facilidade no corte do macarrão. Este processo pode ser mecanizado com o uso de cortadeira metalográfica de precisão, o que não foi possível para o tubo Tygon, pois sua maleabilidade não permitiu um posicionamento adequado na máquina de corte.

No caso de matrizes de grandes secções transversais existe a possibilidade do corpo de prova conter mais falhas intrínsecas e não distribuir tão bem as tensões resultantes do ensaio mecânico<sup>4</sup>. Entretanto, o maior problema confirmado por este estudo, talvez seja o número de falhas pré-teste causado pela quebra de espécimes antes do ensaio mecânico propriamente dito<sup>20</sup>. Para que se remova a matriz de Tygon é necessário que se faça um ou mais cortes em seu longo eixo<sup>15</sup>, assim a matriz é seccionada, separada e removida expondo o espécime. Estes cortes e a remoção da

matriz devem ser feitos sem causar danos ao espécime. Entretanto esta integridade pode ser prejudicada mesmo fazendo-se o procedimento com precaução<sup>8,14,17,21</sup>, devido a uma possível tensão gerada ao se encostar a lâmina de corte no espécime propriamente dito.

Neste estudo, foi utilizada também uma matriz experimental confeccionada com macarrão do tipo perfurado, que apresenta como vantagem não gerar tensão na etapa de remoção da matriz. Para isso, o conjunto amostra-matriz é mergulhado em um recipiente com água a temperatura ambiente por um determinado tempo. Assim, os espécimes ficaram imersos em água destilada por 1 hora, o que permitiu a absorção de água pelo macarrão. Esta água quando em contato com as moléculas de amido, da composição do macarrão, fez com que este se gelatinizasse e perdesse sua rigidez<sup>22</sup>. Após isto, com a ajuda de uma sonda exploradora o macarrão foi removido sem que fossem geradas tensões indesejáveis. Isto fez com que o processo de remoção da matriz dependesse muito menos da habilidade do operador quando comparada as matrizes que necessitam de cortes para sua remoção, sabe-se que a experiência do operador pode influenciar nos valores finais de resistência de união<sup>18</sup>. A matriz de silicone também foi mais facilmente removida do que a matriz de Tygon, uma vez que o silicone oferece menos resistência aos cortes feitos para a sua remoção.

Uma das preocupações dos autores sobre a matriz de macarrão foi quanto à padronização do perímetro interno, já que pilares de geometrias irregulares poderiam resultar em distribuições irregulares de força<sup>20</sup> além de áreas de adesão sem padronização. Entretanto, o processo de fabricação deste tipo de macarrão industrializado é por extrusão, processo este onde a massa é extrudada através de uma matriz, o que gera um produto final com formas geométricas padronizadas<sup>23</sup>.

Além da facilidade de remoção, outra vantagem da matriz de macarrão está relacionada ao seu diâmetro interno que por ser ligeiramente maior do que as outras matrizes tornou a inserção da resina composta mais fácil. A agulha do sistema de resina utilizada neste estudo tem seu perímetro externo menor do que o perímetro interno da matriz de macarrão, conseguindo penetrar na matriz e iniciar a aplicação do material no

sentido da área de adesão para o topo, evitando assim o aprisionamento de bolhas<sup>11</sup>. Esta facilidade de inserção não foi possível para as outras matrizes, que apresentam diâmetro interno menor do que a ponta de inserção da resina. Quando identificadas antes do teste, as bolhas apresentadas na resina levam ao descarte do espécime<sup>21</sup>, porém quando não identificadas podem ser classificadas como falhas intrínsecas.

Segundo Tamura *et al.*, (2011) existe uma relação inversa entre a área de adesão e o valor da resistência de união, sendo que quanto menor a área maior deve ser a resistência ao teste de microcisalhamento. Isto não foi confirmado por este estudo uma vez que as matrizes não apresentaram diferença quanto à resistência de união.

Ainda segundo Tamura *et al.* (2011) espécimes maiores tem a tendência de resultar em um maior número de fraturas coesivas em dentina, justamente o que foi encontrado neste estudo, onde a matriz com a maior área de secção transversal apresentou um maior índice de fraturas coesivas em dentina. McDonough *et al.* (2002), atribuem isto ao fato de que durante o teste a resistência da dentina seria menor do que a do adesivo. Isto nos leva a especular que a matriz de macarrão mesmo produzindo pilares maiores, o que deveria gerar uma resistência de união menor, apresentou resultados que talvez possam ser considerados maiores, devido ao maior índice de fraturas coesivas no substrato dentinário quando comparado aos outros 2 tipos de matrizes.

Além disso, como o material adesivo foi o mesmo para os três grupos estudados, e a configuração geométrica final dos corpos de prova, neste caso, cilíndricos, também foi a mesma, os autores acreditam que o maior número de falhas coesivas em dentina para a matriz de macarrão ocorreu devido a uma possível melhor qualidade adesiva<sup>1</sup>, e também a menor geração de tensões durante a remoção desta matriz. Todavia este fato é especulativo, pois segundo a análise estatística os diferentes tipos de matrizes não apresentaram diferença quanto à resistência de união.

## Conclusão

Os três tipos de matrizes estudadas não diferiram entre si quanto a resistência de união a dentina, e foram eficazes para confecção dos corpos de prova. No entanto, a matriz experimental de macarrão tornou este processo mais simples e seguro, pois não apresentou falhas pré-teste. A matriz de tubos Tygon foi a que apresentou mais falhas pré-teste.

## Referências

- 1- McDonough WG, Antonucci JM, He J, Shimada Y, Chiang MY, Schumacher GE, Schultheisz CR. A microshear test to measure bond strengths of dentin-polymer interfaces. *Biomaterials*. 2002 Sep;23(17):3603-8.
- 2- Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e100-21. Epub 2009 Dec 16.
- 3- Shimaoka AM, de Andrade AP, Cardoso MV, de Carvalho RC. The importance of adhesive area delimitation in a microshear bond strength experimental design. *J Adhes Dent*. 2011 Aug;13(4):307-14. doi: 10.3290/j.jad.a19819.
- 4- Tamura Y, Tsubota K, Otsuka E, Endo H, Takubo C, Miyazaki M, Latta MA. Dentin bonding: influence of bonded surface area and crosshead speed on bond strength. *Dent Mater J*. 2011;30(2):206-11. Epub 2011 Mar 4.
- 5- Armstrong S, Geraldini S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e50-62. Epub 2009 Dec 31
- 6- Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*. 1999 Winter;1(4):299-309.

- 7- Beloica M, Goracci C, Carvalho CA, Radovic I, Margvelashvili M, Vulicevic ZR, Ferrari M. Microtensile vs microshear bond strength of all-in-one adhesives to unground enamel. *J Adhes Dent*. 2010 Dec;12(6):427-33.
- 8- El Zohairy AA, Saber MH, Abdalla AI, Feilzer AJ. Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel *Dent Mater*. 2010 Sep;26(9):848-54. Epub 2010 May 31.
- 9- De Vito Moraes AG, Francci C, Carvalho CN, Soares SP, Braga RR. Microshear bond strength of self-etching systems associated with a hydrophobic resin layer. *J Adhes Dent*. 2011 Aug;13(4):341-8. doi: 10.3290/j.jad.a19474.
- 10- Burke FJ, Hussain A, Nolan L, Fleming GJ. Methods used in dentine bonding tests: an analysis of 102 investigations on bond strength. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2008 Dec;16(4):158-65.
- 11- Foong J, Lee K, Nguyen C, Tang G, Austin D, Ch'ng C, Burrow MF, Thomas DL. Comparison of microshear bond strengths of four self-etching bonding systems to enamel using two test methods *Aust Dent J*. 2006 Sep;51(3):252-7.
- 12- Hariri I, Shimada Y, Sadr A, Ichinose S, Tagami J. The Effects of Aging on Shear Bond Strength and Nanoleakage Expression of an Etch-and-Rinse Adhesive on Human Enamel and Dentin. *J Adhes Dent*. 2011 Sep 26. doi: 10.3290/j.jad.a22192.
- 13- Lima AF, Fonseca FM, Freitas MS, Palialol AR, Aguiar FH, Marchi GM. Effect of bleaching treatment and reduced application time of an antioxidant on bond strength to bleached enamel and subjacent dentin. *J Adhes Dent*. 2011 Dec;13(6):537-42. doi: 10.3290/j.jad.a19813.
- 14- Li N, Nikaido T, Takagaki T, Sadr A, Makishi P, Chen J, Tagami J. The role of functional monomers in bonding to enamel: acid-base resistant zone and bonding performance. *J Dent*. 2010 Sep;38(9):722-30. Epub 2010 Jun 12.
- 15- Harnirattisai C, Kuphasuk W, Senawongse P, Tagami J. Bond strengths of resin cements to astringent-contaminated dentin. *Oper Dent*. 2009 Jul-Aug;34(4):415-22.

- 16- Yadav S, Upadhyay M, Borges GA, Roberts WE. Influence of ceramic (feldspathic) surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin. *Angle Orthod.* 2010 Jul;80(4):577-82.
- 17- Wei S, Shimada Y, Sadr A, Tagami J. Effect of double-application of three single-step self-etch adhesives on dentin bonding and mechanical properties of resin-dentin area. *Oper Dent.* 2009 Nov-Dec;34(6):716-24.
- 18- Unlu N, Gunal S, Ulker M, Ozer F, Blatz MB. Influence of Operator Experience on In Vitro Bond Strength of Dentin Adhesives. *J Adhes Dent.* 2011 Sep 26. doi: 10.3290/j.jad.a22191. [Epub ahead of print]
- 19- Giachetti L, Scaminaci Russo D, Baldini M, Goracci C, Ferrari M. Reparability of aged silorane with methacrylate-based resin composite: micro-shear bond strength and scanning electron microscopy evaluation. *Oper Dent.* 2012 Jan-Feb;37(1):28-36. Epub 2011 Sep 26.
- 20- Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e78-93. Epub 2010 Jan 8.
- 21- Mobarak EH. Effect of chlorhexidine pretreatment on bond strength durability of caries-affected dentin over 2-year aging in artificial saliva and under simulated intrapulpal pressure. *Oper Dent.* 2011 Nov-Dec;36(6):649-60. Epub 2011 Aug 24.
- 22- Silva EMM, Ascheri JLR, Ascheri DPR, Carvalho LMJ. Efeito dos parâmetros de extrusão nas características de viscosidade de pasta e índice de absorção de água de macarrões pré-cozidos elaborados a partir de farinha mista de arroz integral e milho obtidos por extrusão. *Bol. Centro Pesqui. Process. Aliment;*26(2):239-254, jul.-dez. 2008
- 23- Borba AM, Sarmiento SBS, Leonel M. Efeito dos parâmetros de extrusão sobre as propriedades funcionais de extrusados da farinha de batata-doce. *Ciênc Tecnol Aliment, Campinas,* 25(4): 835-843, out-dez 2005.
- 24- Borges MF, Correlação entre grau de conversão e resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes (Dissertação) Universidade Federal de Santa Maria, 2010

**Capítulo 2** - *“Efeito de um agente antioxidante experimental sobre a resistência de união a dentes clareados”*.

### **Resumo**

O objetivo deste trabalho foi avaliar através do teste de microcislamento a influência da aplicação de um agente antioxidante experimental, antes e durante o procedimento restaurador, sobre a resistência de união ao esmalte e dentina recém clareados com peróxido de hidrogênio a 35%. Foram utilizados 100 incisivos bovinos recém extraídos, que foram cortados, planificados e polidos obtendo-se fragmentos de 6x6 mm e altura de esmalte e dentina de 1 mm cada. Os fragmentos foram distribuídos em 10 grupos, variando o substrato dental (esmalte e dentina) e tratamento a ser realizado: controle (sem tratamento), clareamento (peróxido de hidrogênio 35%) sem aplicação do agente antioxidante, clareamento com aplicação do agente antioxidante por 10 minutos antes do procedimento restaurador, clareamento com aplicação do agente antioxidante por 10 minutos após o condicionamento ácido, clareamento com aplicação do agente antioxidante por 30 minutos antes do condicionamento ácido. Foram então construídos dois cilindros de resina composta por fragmento com adesivo Single Bond (3M ESPE) e resina flow Filtek Z-350 (3M ESPE). Após um período de 24 horas armazenados em saliva artificial, os cilindros foram submetidos ao teste de microcislamento. Então foi aplicada análise de variância (ANOVA) “1 way” para cada substrato e teste de Tukey, considerado o nível de significância 5%, e análise do padrão de fratura. Não foi encontrada diferença estatística quando em esmalte ( $p=0,8395$ ). Em dentina os grupos que receberam tratamento com o agente antioxidante apresentaram valores intermediários aos grupos controle e sem tratamento antioxidante. Os autores concluíram que a substância antioxidante experimental apresentou potencial de ação para reverter parcialmente à diminuição da resistência de união causada por de radicais livres.

**Palavras Chave:** resistência de união; microcislamento; radicais livres; antioxidante.

## Introdução

Nos últimos anos a demanda pela odontologia estética vem aumentando, assim o clareamento dental tem sido bem indicado por modificar a cor do dente de maneira conservadora e eficaz <sup>1</sup>. Um dos agentes clareadores mais utilizados para o clareamento de dentes vitais é o peróxido de hidrogênio que é usado em altas concentrações durante curtos períodos de aplicação em consultório pelo cirurgião dentista<sup>2</sup>.

Frequentemente após o clareamento dental restaurações em resina composta em dentes anteriores precisam ser substituídas, pois estas não tem a cor alterada pelo processo clareador <sup>1,3</sup>. No entanto, ao final do tratamento clareador, ainda permanecem radicais de oxigênio dentro da estrutura dental<sup>4</sup>. Estes radicais livres são fortes agentes oxidantes, por possuírem um ou mais elétrons não pareados em sua orbita atômica, tendenciando a se ligar a algum elétron de um composto adjacente<sup>5</sup>. Estudos mostram que resíduos de peróxido no dente clareado interferem negativamente na resistência de união dos compósitos ao substrato dental, comprometendo assim o selamento marginal<sup>6,7</sup>.

Para que ocorra a polimerização de uma resina composta, é necessário que haja um sistema de ativação, como por exemplo, a canforoquinona, que ao interagir com uma amina, forma radicais livres. Estes por sua vez reagem com a dupla ligação de carbono dos monômeros, que se ligam formando a cadeia polimérica. Ao se ligar, os monômeros liberam os radicais livres para continuar a reação de polimerização, até que se formem as cadeias poliméricas, e os radicais livres se liguem formando moléculas estáveis. Porém o oxigênio gerado pelo processo clareador é mais reativo que os monômeros, interferindo na cadeia de polimérica, pelo aumento da taxa de terminação das cadeias poliméricas, ou pela diminuição da taxa de iniciação destas cadeias. Esta interferência na formação das cadeias diminui a força de união entre a resina composta e o esmalte ou dentina <sup>8,9,10,11</sup>.

Para a eliminação dos radicais livres da estrutura dental, a fim de que a resistência de união fique semelhante a valores semelhantes aos obtidos em restaurações de dentes não clareados é preciso esperar por um tempo antes da realização do tratamento restaurador após o clareamento<sup>3</sup>. Esta espera se faz necessária, pois a saliva, com sua capacidade de remover o oxigênio, reverte os efeitos deletérios do agente clareador no substrato dental<sup>11</sup>. São vários os estudos que buscam o tempo ideal de espera para a completa eliminação do peróxido e seus radicais livres na estrutura dental<sup>3, 7, 12</sup>. Porém, os resultados encontrados são controversos, variando entre 24 horas<sup>5,11</sup> e 30 dias<sup>13</sup>, sendo a espera de duas semanas entre o final do clareamento e a realização de tratamento restaurador bem indicada<sup>14</sup>.

Apesar desta espera ser importante para longevidade das restaurações, muitas vezes não é possível esperar já que as restaurações existentes destoam da nova cor dos dentes clareados, podendo causar desconforto ao paciente<sup>6</sup>. Nestes casos a aplicação de um agente antioxidante tem sido proposta para do oxigênio logo após a finalização do clareamento<sup>9, 14, 15, 16, 17,18</sup>, permitindo a restauração em um curto período.

Os agentes antioxidantes doam elétrons não pareados para os radicais livres, diminuindo a concentração total ou parcialmente dos radicais livres no substrato<sup>19</sup>. Desta forma, tem sido indicada a aplicação de agentes antioxidantes diretamente na estrutura dental, após o término do tratamento clareador, seja com aplicação direta pelo clínico, ou na própria moldeira utilizada no clareamento caseiro<sup>6, 9, 14, 15, 16, 17, 18, 20</sup>.

São poucos os agentes antioxidantes estudados na literatura para reverter os efeitos deletérios do clareamento sobre a resistência de união ao substrato a ser restaurado, destes poucos, o mais pesquisado tem sido o ascorbato de sódio<sup>6, 9, 14, 15, 16, 17, 18</sup> a eficácia de outros agentes antioxidantes como o BHA<sup>16</sup> e alfa-tocofenol<sup>22</sup> também foram investigadas. Apesar de vários estudos buscarem uma forma de remover o oxigênio residual dos tecidos dentais após o clareamento, a literatura ainda se mostra controversa. Assim, é necessário o estudo de novas substâncias antioxidantes para este fim.

A proposição deste trabalho é analisar o efeito da aplicação de um agente antioxidante, aplicado em diferentes tempos (antes ou durante o procedimento restaurador), sobre a resistência de união ao esmalte e à dentina, após tratamento clareador a base de peróxido de hidrogênio a 35%.

### **Materiais e Métodos**

Neste estudo foram utilizados 100 incisivos bovinos, que após a coleta, foram limpos com uma lâmina de bisturi. A fim de se facilitar o manuseio, as coroas foram separadas das raízes com discos diamantados (KG Sorensen, Ind. Com. Ltda.; Barueri, SP, Brasil) em peça de mão acoplada a micromotor de baixa rotação (LB-2000, Beltec Indústria e comércio de equipamentos odontológicos LTDA, Araraquara, SP, Brasil) sempre com irrigação de água constante. Todas as coroas foram analisadas com aumento de 4x em lupa (Bio Art, São Carlos, SP, Brasil) para que coroas com algum defeito que pudesse prejudicar o estudo fossem substituídas. Com disco diamantado em uma cortadeira de precisão metalográfica (Isomet 1000, Buehler, IL, EUA) foram feitas secções longitudinais e transversais na face vestibular da coroa a fim de serem obtidos fragmentos de 6x6 mm. Estes fragmentos passaram então por uma planificação da face de esmalte e dentina para que cada porção de substrato tivesse 1 mm de espessura, para isso utilizou-se lixas de carbetto de silício de granulação 400, em politriz giratória (Arotec, Cotia, SP, Brasil).

Logo após a planificação as faces de esmalte foram polidas com lixas granulação 600 e 1200, e discos de feltro (TOP, RAM e SUPRA – Arotec) associados à pasta diamantada de granulometria decrescente (1,0  $\mu\text{m}$ , 1/2  $\mu\text{m}$  e 1/4  $\mu\text{m}$  – Arotec). Após o polimento do esmalte, para padronização da *smear layer*, cada superfície de dentina foi lixada com lixa de carbetto de silício #600 durante 1 minuto. Exceto após a etapa de padronização da *smear layer*, entre cada aplicação de lixa ou disco de feltro as amostras foram submetidas à limpeza em cuba ultrassônica (Marconi, Piracicaba, SP, Brasil) por 12 min, com água destilada. As amostras foram então randomicamente divididas entre os 10 grupos experimentais (n=10) citados abaixo.

Tabela 1 – Divisão dos grupos experimentais ( os tratamentos descritos abaixo foram realizados em esmalte – E e dentina - D), e protocolo de aplicação do agente antioxidante.

<b>GRUPO</b>	<b>CLAREAMENTO</b>	<b>APLICAÇÃO DO AGENTE ANTIOXIDANTE</b>	<b>TEMPO DE APLICAÇÃO</b>	<b>PROTOCOLO DE APLICAÇÃO DO ANTIOXIDANTE</b>
1	Não	Não		-
2	Sim	Não		-
3	Sim	Antes do procedimento restaurador	10 min	Posicionamento de fita com duas perfurações delimitando a área testada, aplicação de 20µL do agente sobre cada perfuração, após 10 minutos lavagem por 30 segundos e início dos procedimentos adesivos
4	Sim	Durante o procedimento restaurador	10min	Posicionamento de fita com duas perfurações delimitando a área testada, condicionamento ácido do substrato, aplicação de 20µL do agente sobre cada perfuração, após 10 minutos lavagem por 30 segundos
5	Sim	Antes do procedimento restaurador sem delimitação	30min	Aplicação de 40µL do agente sobre o substrato, após 30 minutos lavagem por 30 segundos, aplicação da fita delimitadora e início dos procedimentos adesivos

### **Procedimento clareador**

Os espécimes dos grupos que foram submetidos ao tratamento com peróxido de hidrogênio a 35 % (Whiteness HP, FGM, Joinville, SC, Brasil), passaram por 3 aplicações de 15 minutos do gel no esmalte dental, conforme orientação do fabricante, com uma camada de aproximadamente 1,0 mm. Após as aplicações, os espécimes foram abundantemente lavados em água corrente e armazenados em saliva artificial em temperatura de 37 °C por 24 horas. A aplicação do clareador foi sempre em esmalte. Para os procedimentos adesivos em dentina os espécimes foram invertidos, ou seja, o esmalte foi posicionado para baixo, deste modo diferentes espécimes foram utilizados para esmalte e dentina.

### **Aplicação do agente antioxidante experimental**

Decorridas 24 horas, em cada amostra foi aplicada uma fita adesiva (Adere Tapefix, São Paulo, SP, Brasil) perfurada em dois lugares, para possibilitar a confecção de dois cilindros por amostra. Nos fragmentos dos grupos E5 e D5, esta fita foi colocada apenas após a aplicação do agente antioxidante, para permitir que o mesmo fosse aplicado sobre todo o substrato. Esta fita delimitadora foi posicionada nas superfícies a fim de que a aplicação do agente antioxidante (exceto grupos E5 e D5), o condicionamento ácido e a posterior aplicação do sistema adesivo fossem localizados e delimitados.

Nos grupos E3 e D3, o agente antioxidante foi aplicado durante 10 minutos antes do procedimento restaurador, com auxílio de uma pipeta (Labmate+, Hertfordshire, Reino Unido), 20 µL em cada delimitação da fita adesiva mencionada acima. Feito isto, o substrato foi então lavado durante 30 segundos com jato de água. Nos grupos E4 e D4 o agente antioxidante foi aplicado como descrito acima entretanto após o condicionamento ácido. No grupo D4 por se tratar de dentina já desmineralizada pelo condicionamento ácido, após a lavagem do agente antioxidante o substrato foi mantido úmido com o auxílio de uma bolinhas de algodão umedecidas, evitando-se o colapamento do colágeno.

Nos grupos E5 e D5 , aplicou-se 40  $\mu$ L em todo o substrato a ser testado, durante um período de 30 minutos. Após esta aplicação, o fragmento foi lavado por 30 segundos, e então a fita delimitadora foi aplicada. A manutenção das fibrilas colágenas também foi feita no grupo D5, por se tratar de dentina, como já descrito anteriormente.

### **Procedimentos adesivos**

Para a confecção dos pilares a serem cisalhados, utilizou-se adesivo convencional de dois passos (Adper Single Bond 2, 3M, ESPE, St. Paul, MN, EUA) e resina composta do tipo flow (Filtek Z-350, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) da seguinte maneira: condicionamento ácido (Condac 37% , Joinville , SC, Brasil) durante 30 segundos em esmalte e 15 segundos em dentina seguido de lavagem com água pelo mesmo tempo de aplicação do ácido. Quando em esmalte, após a lavagem do ácido, o substrato foi seco com jato de ar, e quando em dentina, somente o excesso de água foi removido com bolinhas de algodão umedecidas, para que o substrato se mantivesse úmido. Assim, a hibridização foi feita desta forma: aplicação de duas camadas subsequentes de adesivo, leve agitação com o aplicador por 15 segundos, leve jato de ar por 5 segundos. Antes da fotoativação do adesivo, matrizes de macarrão perfurado (Furadinho 6, Pastifício Santa Amália, São Paulo, SP, Brasil) (1,15 mm de diâmetro e 1mm de altura) foram posicionadas sobre os furos da fita delimitadora. Então o adesivo foi fotoativado com aparelho LED por 10 s (FLASH lite 1401, Discus Dental, Culver City, CA, EUA) com irradiância de 618 mW/cm<sup>2</sup>. Após a polimerização do adesivo, as matrizes foram preenchidas com resina flow Filtek Z-350 (3M ESPE) e fotoativadas durante 40 s. Os corpos de prova foram armazenados em água destilada durante 2 horas, após este tempo, a matriz encontrava-se amolecida e foi removida juntamente com a fita delimitadora, com o auxílio de uma lâmina de bisturi montada (Lamedid, São Paulo, SP, Brasil). Estes procedimentos foram feitos com auxílio de lupa em ampliação de 4x, e após a remoção da matriz, os pilares foram analisados visualmente, também em lupa, para que pilares com qualquer problema que pudesse influenciar no teste pudesse ser excluído da amostra.

### **Teste de microcisalhamento e análise do padrão de fratura**

Os corpos de prova foram colados em um dispositivo de microcisalhamento adaptado a uma máquina de ensaio universal (EMIC DDL 500; São José dos Pinhais, SC, Brasil), com uma célula de carga de 5 N, a uma velocidade de 1 mm/min até a falha da amostra. Os valores encontrados em quilogramas-força (kgF) foram convertidos em Mega Pascal (MPa).

Os fragmentos tiveram o padrão de fratura avaliado visualmente em lupa estereoscópica a 50 vezes de aumento (Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha), de acordo com a classificação predominante, fazendo uso de classificação adaptada descrita por Turkun *et al.*, (2009): fratura adesiva (falha ocorre na interface entre dente e restauração), fratura coesiva no substrato (falha ocorre no substrato, esmalte ou dentina), coesiva na resina (falha ocorre no material restaurador), ou mista (apresentando dois ou mais tipos de fraturas). Algumas fraturas representativas foram preparadas para microscopia eletrônica de varredura (JSM 5600 LV, JEOL, Tóquio, Japão), a fim de se obter imagens qualitativas mais detalhadas.

Após a análise exploratória e a constatação de que os dados atenderam as pressuposições de uma análise paramétrica, foi aplicada análise de variância (ANOVA) à um critério e teste de Tukey para cada substrato, considerado o nível de significância 5%.

### **Resultados**

A análise de variância (ANOVA) um fator não apresentou diferença significativa quando os tratamentos foram feitos em esmalte ( $p = 0,8395$ ). Para a superfície de dentina análise de variância (ANOVA) apresentou diferença estatística ( $p = 0,0223$ ) apresentada na Tabela 2.

Em dentina encontrou-se diferença entre o grupo controle e o clareado sendo que o primeiro apresentou valores maiores de resistência de união. Todos os grupos onde

se fez tratamento com agente antioxidante apresentaram valores de resistência de união intermediários aos grupos controle e clareado. A aplicação do agente antioxidante antes ou após o condicionamento ácido não apresentou diferença estatística, bem como com o tempo de 10 ou 30 minutos. A delimitação ou não da área de aplicação do agente experimental também não apresentou diferença estatística. Estes dados podem ser verificados na Tabela 2.

Tabela 2 – Média e desvio padrão da resistência de união para os grupos em dentina

Grupo	Média e desvio padrão
D1	16,96 (5,47) A
D2	9,21 (4,46) B
D3	12,32 (3,86) AB
D4	13,25 (6,13) AB
D5	13,19 (4,28) AB

Médias seguidas de letras distintas diferem entre si ( $p \leq 0,05$ )

Na análise do padrão de fratura (Figura 1) encontrou-se altas taxas de falhas do tipo adesiva nos grupos de esmalte, exceto grupo D4 onde se encontrou uma porcentagem maior de falhas do tipo mista. Nos grupos de dentina o padrão apresentou-se bastante variado, destacando-se uma alta taxa de fraturas coesivas no substrato no grupo D4. Também pode ser observada uma baixa porcentagem de fraturas coesivas em resina.

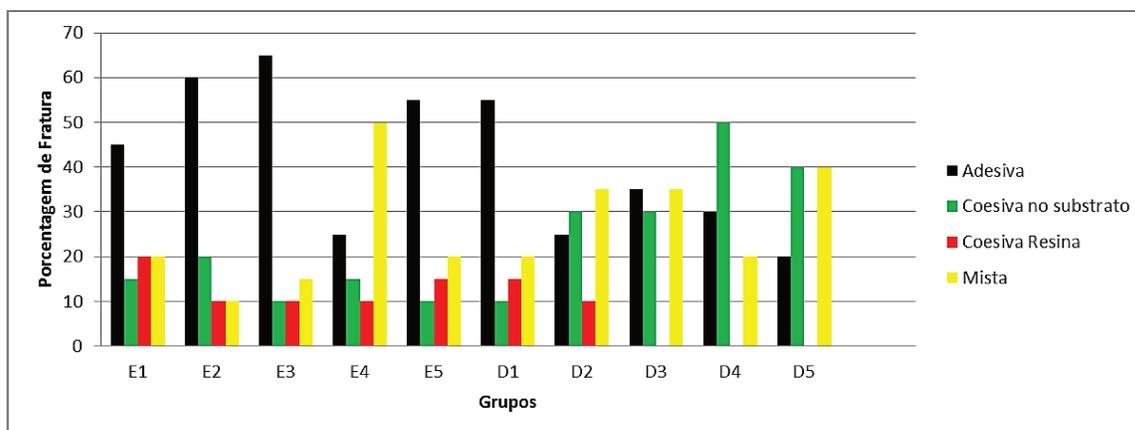


Figura 1 – Análise do padrão de fratura após ensaio mecânico

Fotomicrografias das análises qualitativas das fraturas podem ser vistas nas Figuras 3, 4, 5,6 e 7.

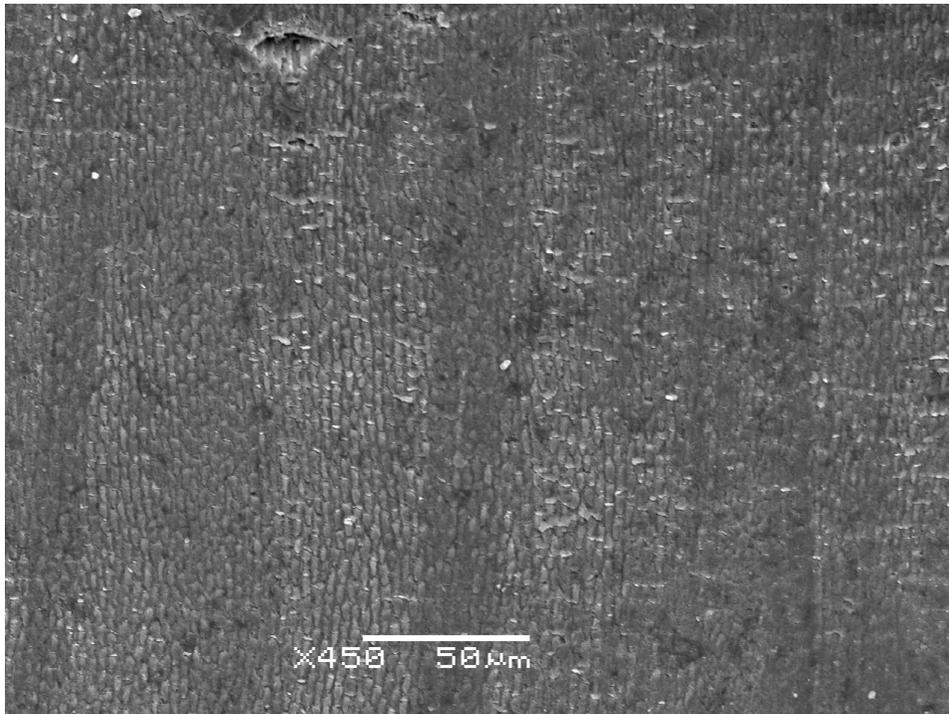


Figura 3 - Fotomicrografia representativa de fratura adesiva em esmalte.

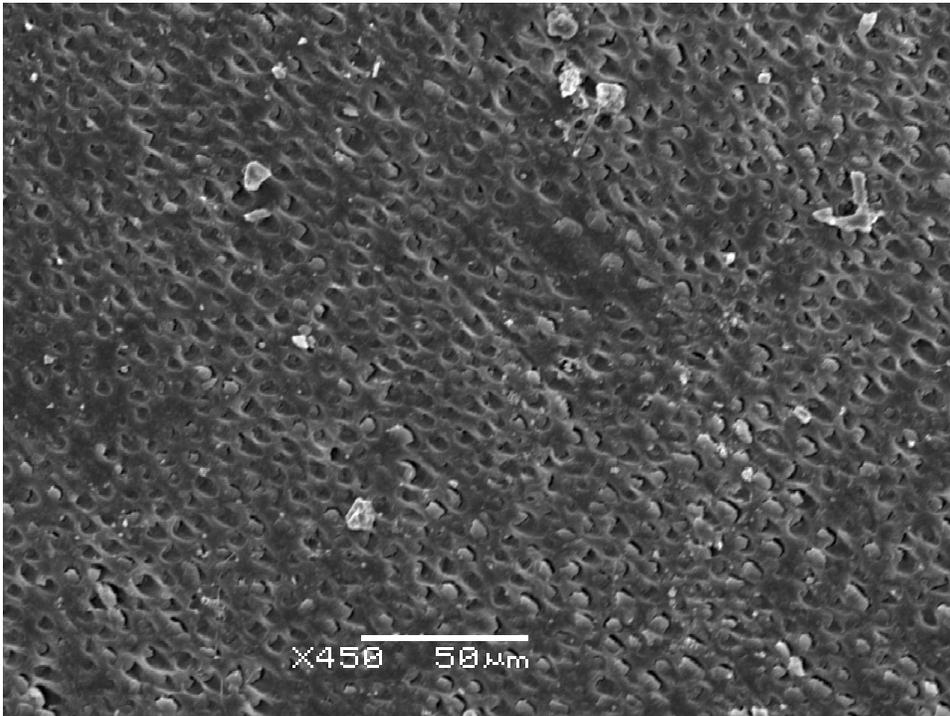


Figura 4 - Fotomicrografia representativa de fratura adesiva em dentina.

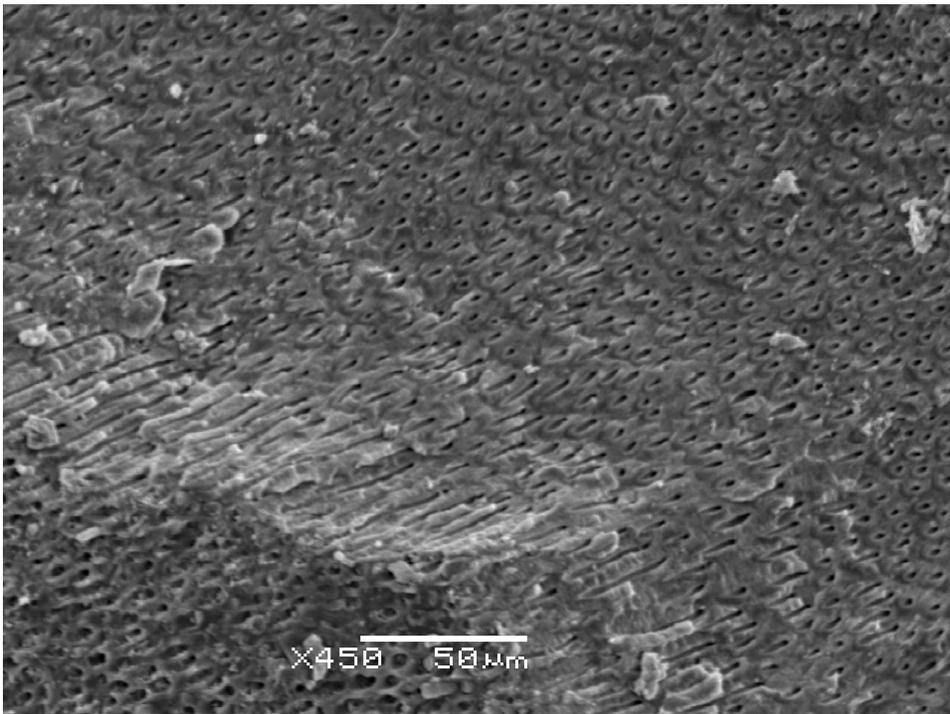


Figura 5 – Fotomicrografia representativa de fratura coesiva em dentina.

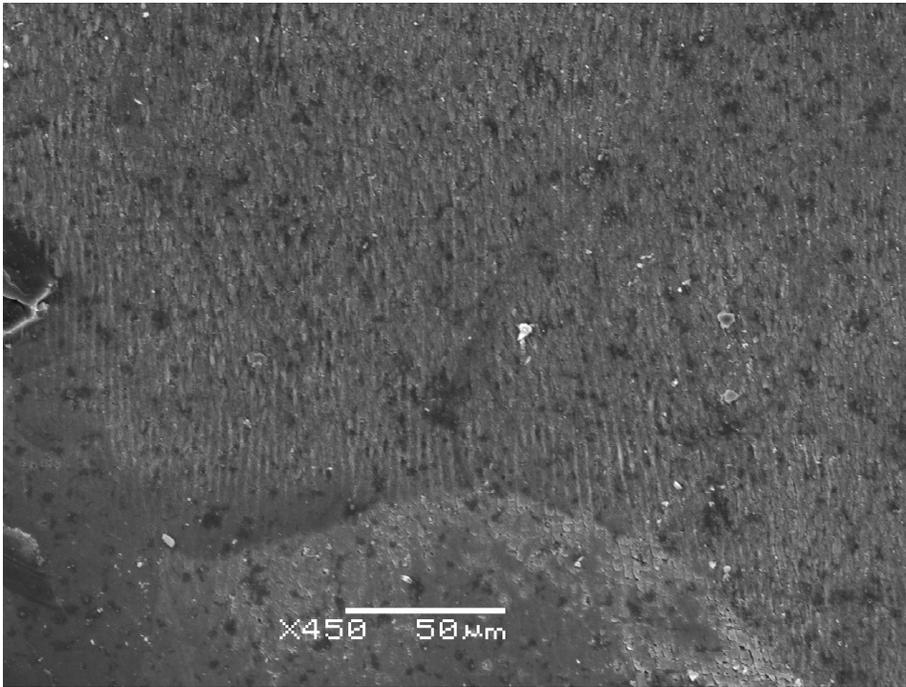


Figura 6 – Fotomicrografia representativa de fratura coesiva em esmalte.

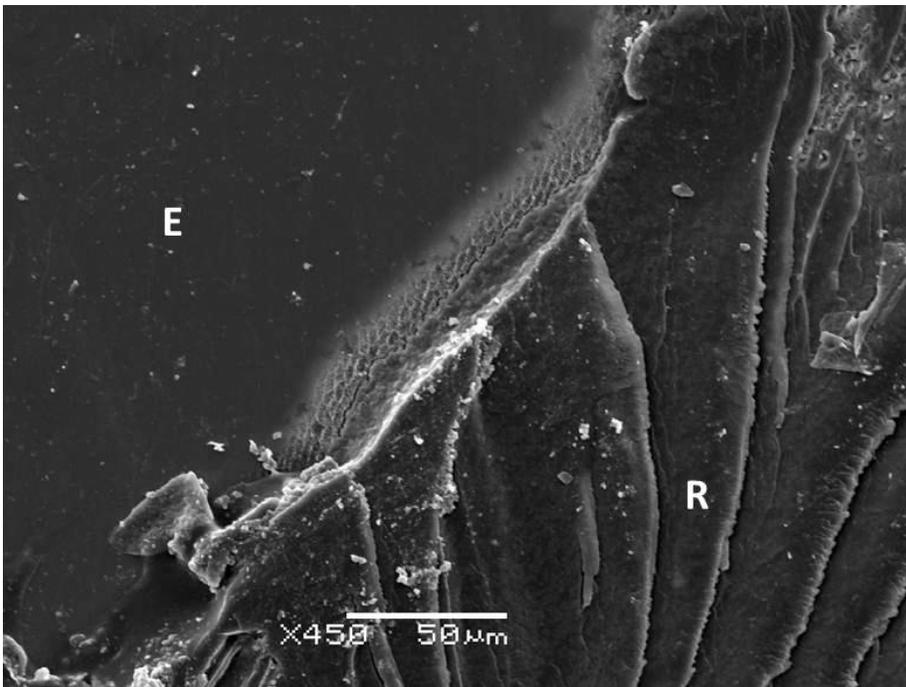


Figura 7 – Fotomicrografia representativa de fratura coesiva em resina (E- esmalte externo à área adesiva, R- Resina composta).

## Discussão

Um estudo recente mostrou que o peróxido de hidrogênio age através de uma reação de oxidação na matriz orgânica do dente<sup>21</sup>. Esta reação de oxidação gera radicais livres, ou seja, possuem elétrons não pareados em sua estrutura molecular, o que faz com que a molécula seja altamente reativa<sup>8</sup>. Assim, após difundir-se pela estrutura dental, o peróxido de hidrogênio ( $H_2O_2$ ) quebra-se liberando hidrogênio (H), oxigênio (O), radical hidroxila ( $HO\bullet$ ), radical perhidroxila ( $HO_2\bullet$ ), íon superóxido ( $O_2^-\bullet$ ) uma espécie reativa de oxigênio, e água ( $H_2O$ ), dependendo de fatores como calor, luz ultravioleta e condições alcalinas<sup>8</sup>. Neste estudo, apenas a dentina apresentou menor resistência de união após ser clareada. Oxigênios reativos interferem negativamente na resistência de união de adesivos odontológicos a substratos dentais, devido à polimerização inadequada do compósito restaurador<sup>9</sup>.

Para o esmalte clareado e restaurado após 24h não foi encontrada diferença estatística quando comparado ao grupo controle (sem clareamento). Estes achados estão de acordo com os achados de Dishman et al., (1994). Isto pode ter acontecido devido ao armazenamento dos espécimes em saliva artificial a 37 °C, armazenamento este suficiente para que os radicais livres se difundissem do esmalte para o meio. A difusão para a superfície externa e a difusão pela circulação pulpar são vias para eliminação dos agentes oxidantes residuais da reação clareadora<sup>25</sup>, sendo que este processo de imersão em saliva tem capacidade de ser responsável pela completa reversão dos valores de resistência de união do esmalte clareado<sup>30</sup>. Um ponto a se levar em consideração é que o espécime deste estudo possuía uma área de dentina do mesmo tamanho da área de esmalte, possibilitando assim a difusão dos radicais livres dos dois substratos, esmalte e dentina, diferentemente dos estudos onde se utilizou toda a coroa dental, recoberta por esmalte, se tornando uma barreira para a difusão dos radicais da dentina para o meio<sup>30,11</sup>. Também foi levado em conta que a saliva usada neste estudo não continha enzimas que pudessem

degradar os radicais livres residuais no substrato, o que descarta a possibilidade de uma degradação enzimática dos radicais livres<sup>31</sup>.

Como dito anteriormente, a reação responsável pelo clareamento ocorre no conteúdo orgânico do dente<sup>21</sup>, encontrado em maior quantidade na dentina. Posto que o peróxido de hidrogênio tem a capacidade de difusão pela estrutura dental<sup>33</sup>, encontrar-se-ia mais radicais livres resultados da dissociação do peróxido em dentina<sup>16</sup>. Desta forma o tempo de armazenamento não foi suficiente para a total remoção dos radicais livres em dentina, afirmação que pode ser confirmada pela redução da resistência de união em dentina, que foi aumentada quando houve a ação de um agente capaz de diminuir esta concentração de radicais livres.

Quanto maior a concentração de peróxido, maior a redução da resistência de união<sup>30</sup>, além disso o período de espera para que o substrato retorne as condições normais de resistência de união depende da concentração do clareador e do tempo de contato do mesmo com a estrutura dental<sup>34</sup>. Como no presente estudo foi feita uma sessão clínica de clareamento, ou seja, um tempo reduzido de contato peróxido-dente, obteve-se uma menor concentração de oxigênio residual para ser liberado da amostra, passível de ser difundido do esmalte<sup>35</sup>.

A decisão sobre o tempo de aplicação do agente antioxidante estudado foi determinado em estudo piloto e baseando-se na literatura existente que testaram outros agentes antioxidantes, como o ascorbato de sódio<sup>6, 9, 16</sup>. O tempo de 10 minutos (grupos 3, 4, 7 e 8) é um tempo razoável de aplicação clínica<sup>24,30</sup>. O tempo de 30 minutos (grupos 9 e 10) de aplicação foi testado para assegurar um maior tempo de contato da substância sobre o esmalte dental. Apesar disto não foi encontrada diferença estatística entre os dois tempos de aplicação. Visto que os valores de resistência de união não chegaram a retornar aos obtidos no grupo controle, é possível que seja necessário se avaliar um tempo maior de contato do produto sobre o dente e até mesmo outras concentrações, ou mesmo como no estudo de Lai et al., (2002), a imersão de coroas dentais clareadas na

substância antioxidante, assim uma grande área de contato entre substrato e agente antioxidante pode ser obtida.

A aplicação do agente antioxidante apenas na área a ser restaurada também foi avaliada, nos grupos onde não se fez a delimitação da área de aplicação (9 e 10). Desta forma, é possível que mais agente antioxidante pudesse difundir-se por entre a estrutura dental reagindo com os radicais livres de oxigênio. Apesar do tempo de aplicação ser maior quando não se fez a delimitação, não houve diferença estatística entre a aplicação do antioxidante de forma delimitada, apenas na área a ser restaurada, ou sobre toda a superfície de esmalte da amostra.

Uma grande porcentagem de falhas adesivas em esmalte clareado pode sustentar a hipótese de que os radicais livres residuais levaram uma menor quantidade de *tags* resinosos em esmalte seja formada<sup>24</sup>, ou até mesmo levar à formação de bolhas na camada resinosa<sup>26</sup>, entretanto estes radicais residuais não influenciaram negativamente a resistência de união.

Ainda quanto ao padrão de fratura, pode-se observar o baixo índice de fraturas coesivas em resina, principalmente na superfície de dentina, onde os grupos 7, 8 e 9 não apresentaram falhas coesiva em resina. Isto denota que a área de adesão foi realmente testada, tendo em vista que no ensaio de microcislhamento o carregamento é aplicado o mais próximo possível da área de adesão, gerando poucas falhas coesivas em resina<sup>36,37</sup>.

Também não foi encontrada diferença significativa quando a aplicação do agente oxidante foi feita antes ou após o condicionamento ácido em dentina. Desmineralizando-se a dentina seus espaços intra e intertubulares são aumentados, e a *smear layer*, que foi padronizada nas amostras deste estudo, e que é uma barreira adicional à difusão do antioxidante, é removida<sup>27</sup>. Assim, era esperado que o agente antioxidante apresentasse resultados melhores quando aplicado após o condicionamento ácido, através de uma maior difusão na dentina, entretanto isto não ocorreu. Como não houve diferença quando feita aplicação antes do condicionamento ácido em comparação

com a aplicação após o condicionamento ácido, um ponto a ser levado em consideração é a menor sensibilidade da técnica adesiva aplicando-se o antioxidante antes do condicionamento ácido, já que as fibras colágenas ficam menos tempo expostas<sup>27</sup>.

Este agente antioxidante levou a um aumento na resistência de união da dentina em relação à dentina clareada. Não obstante, por se tratar de uma substância não estudada anteriormente para este fim, estudos futuros precisam ser desenvolvidos para total elucidação do seu potencial redutor em substrato dental. A cinética de reação deste agente também precisa ser elucidada.

### **Conclusão**

Foi possível concluir que o agente antioxidante testado apresentou potencial de ação para reverter parcialmente à diminuição da resistência de união causada pela presença de radicais livres decorrentes do processo clareador em dentina.

### **Referências**

- 1- Kihn PW. Vital tooth whitening. Dent Clin North Am. 2007 Apr;51(2):319-31, viii.
- 2- Joiner A. Review of the effects of peroxide on enamel and dentine properties. J Dent. 2007 Dec;35(12):889-96. Epub 2007 Oct 26.
- 3- Bittencourt ME, Trentin MS, Linden MS, de Oliveira Lima Arsati YB, França FM, Flório FM et al. Influence of in situ postbleaching times on shear bond strength of resin-based composite restorations. J Am Dent Assoc. 2010 Mar;141(3):300-6.
- 4- Lima DA, Aguiar FH, Liporoni PC, Munin E, Ambrosano GM, Lovadino JR. In vitro evaluation of the effectiveness of bleaching agents activated by different light sources. J Prosthodont. 2009 Apr;18(3):249-54. Epub 2009 Feb 2.
- 5- Minoux M, Serfaty R. Vital tooth bleaching: biologic adverse effects-a review. Quintessence Int. 2008 Sep;39(8):645-59.
- 6- Silva APB, Efeito do tempo de aplicação de gel antioxidante sobre a resistência de união ao esmalte clareado [tese], Piracicaba: FOP/UNICAMP; 2006.

- 7- Teixeira ECN, Turssi CP, Hara AT, Serra MC. Influence of post-bleaching time intervals on dentin bond strength. *Braz Oral Res* 2004;18(1):75-9.
- 8- Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res*. 1990 Oct;69(10):1652-8.
- 9- Lima AF, Fonseca FM, Freitas MS, Palialol AR, Aguiar FH, Marchi GM. Effect of Bleaching Treatment and Reduced Application Time of an Antioxidant on Bond Strength to Bleached Enamel and Subjacent Dentin. *J Adhes Dent*. 2010 Nov 8. doi: 10.3290/j.jad.a19813.
- 10- Yatabe M, Seki H, Shirasu N, Sone M. Effect of the reducing agent on the oxygen-inhibited layer of the cross-linked reline material. *J Oral Rehabil*. 2001 Feb;28(2):180-5.
- 11- Unlu N, Cobankara FK, Ozer F. Effect of elapsed time following bleaching on the shear bond strength of composite resin to enamel. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008 Feb;84(2):363-8.
- 12- Adibfar A, Steele A, Torneck CD, Titley KC, Ruse D. Leaching of hydrogen peroxide from bleached bovine enamel. *J Endod*. 1992 Oct;18(10):488-91.
- 13- Uysal T, Basciftci FA, Uşümez S, Sari Z, Buyukerkmen A. Can previously bleached teeth be bonded safely? *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2003 Jun;123(6):628-32.
- 14- Lai SC, Mak YF, Cheung GS, Osorio R, Toledano M, Carvalho RM et al. Reversal of compromised bonding to oxidized etched dentin. *J Dent Res*. 2001 Oct;80(10):1919-24.
- 15- Lai SC, Tay FR, Cheung GS, Mak YF, Carvalho RM, Wei SH et al. Reversal of Compromised Bonding in Bleached Enamel. *J Dent Res*. 2002 Jul;81(7):477-81.
- 16- Kaya AD, Türkün M. Reversal of dentin bonding to bleached teeth. *Oper Dent*. 2003 Nov-Dec;28(6):825-9.
- 17- Kimyai S, Valizadeh H. The effect of hydrogel and solution of sodium ascorbate on bond strength in bleached enamel. *Oper Dent*. 2006 Jul-Aug;31(4):496-9.
- 18- Türkün M, Celik EU, Kaya AD, Arici M. Can the hydrogel form of sodium ascorbate be used to reverse compromised bond strength after bleaching? *J Adhes Dent*. 2009 Feb;11(1):35-40.

- 19- Gutteridge JM. Biological origin of free radicals, and mechanisms of antioxidant protection. *Chem Biol Interact.* 1994 Jun;91(2-3):133-40.
- 20- da Silva AP, Lima AF, Cavalcanti AN, Marchi GM. Effects of 3% sodium ascorbyl phosphate on the hardness and bond strength of human enamel bleached with 10% carbamide peroxide. *Gen Dent.* 2010 Jul-Aug;58(4):e174-8.
- 21- Eimar H, Siciliano R, Abdallah MN, Nader SA, Amin WM, Martinez PP, Celemin A, Cerruti M, Tamimi F. Hydrogen peroxide whitens teeth by oxidizing the organic structure. *J Dent.* 2012 Aug 24. pii: S0300-5712(12)00226-6. doi: 10.1016/j.jdent.2012.08.008. [Epub ahead of print]
- 22- Sasaki RT, Flório FM, Basting RT. Effect of 10% sodium ascorbate and 10% alpha-tocopherol in different formulations on the shear bond strength of enamel and dentin submitted to a home-use bleaching treatment. *Oper Dent.* 2009 Nov-Dec;34(6):746-52.
- 23- Freire A, Souza EM, de Menezes Caldas DB, Rosa EA, Bordin CF, de Carvalho RM, Vieira S. Reaction kinetics of sodium ascorbate and dental bleaching gel. *J Dent.* 2009 Dec;37(12):932-6. Epub 2009 Aug 4.
- 24- Gökçe B, Cömlekoğlu ME, Ozpinar B, Türkün M, Kaya AD. Effect of antioxidant treatment on bond strength of a luting resin to bleached enamel. *J Dent.* 2008 Oct;36(10):780-5. Epub 2008 Jun 25.
- 25- Türkün M, Türkün LS. Effect of nonvital bleaching with 10% carbamide peroxide on sealing ability of resin composite restorations. *Int Endod J.* 2004 Jan;37(1):52-60.
- 26- Titley KC, Torneck CD, Ruse ND. The effect of carbamide-peroxide gel on the shear bond strength of a microfil resin to bovine enamel. *J Dent Res.* 1992 Jan;71(1):20-4.
- 27- Alex G. Is total-etch dead? Evidence suggests otherwise. *Compend Contin Educ Dent.* 2012 Jan;33(1):12-4, 16-22, 24-5; quiz 26, 38.
- 28- Schiavoni RJ, Turssi CP, Rodrigues AL Jr, Serra MC, Pécora JD, Fröner IC. Effect of bleaching agents on enamel permeability. *Am J Dent.* 2006 Oct;19(5):313-6.

- 29- Da Silva Machado J, Cândido MS, Sundfeld RH, De Alexandre RS, Cardoso JD, Sundfeld ML. The influence of time interval between bleaching and enamel bonding. *J Esthet Restor Dent*. 2007;19(2):111-8; discussion 119.
- 30- Türkün M, Kaya AD. Effect of 10% sodium ascorbate on the shear bond strength of composite resin to bleached bovine enamel. *J Oral Rehabil*. 2004 Dec;31(12):1184-91.
- 31- SUN G. The role of lasers in cosmetic dentistry. *Dental Clin North Am*. 2000. 44(4):831-49.
- 32- Dabas D, Patil AC, Uppin VM. Evaluation of the effect of concentration and duration of application of sodium ascorbate hydrogel on the bond strength of composite resin to bleached enamel. *J Conserv Dent*. 2011 Oct;14(4):356-60.
- 33- Benetti AR, Valera MC, Mancini MN, Miranda CB, Balducci I. In vitro penetration of bleaching agents into the pulp chamber. *Int Endod J*. 2004 Feb;37(2):120-4.
- 34- Dishman MV, Covey DA, Baughan LW. The effects of peroxide bleaching on composite to enamel bond strength. *Dent Mater*. 1994 Jan;10(1):33-6.
- 35- Danesh-Sani SA, Esmaili M. Effect of 10% sodium ascorbate hydrogel and delayed bonding on shear bond strength of composite resin and resin-modified glass ionomer to bleached enamel. *J Conserv Dent*. 2011 Jul;14(3):241-6.
- 36- Placido E, Meira JB, Lima RG, Muench A, de Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater* 2007;23:1086–92.
- 37- El Zohairy AA, Saber MH, Abdalla AI, Feilzer AJ. Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel *Dent Mater*. 2010 Sep;26(9):848-54. Epub 2010 May 31.

## **Conclusão**

A partir dos resultados obtidos nos 2 capítulos, pode-se concluir que:

- A resistência de união no teste de microcisalhamento não é afetada pelo tipo de matriz utilizada, sendo os três tipos estudados eficazes. A matriz experimental de macarrão tornou este processo mais simples e seguro, pois não apresentou falhas pré-teste.
  
- A substância antioxidante experimental tem potencial para reverter parcialmente os efeitos dos radicais livres sobre a resistência de união a dentina.

## Apêndice

### 1 - Metodologia ilustrada do capítulo 1

#### 1.1- Delineamento experimental

- Unidades experimentais: 20 fragmentos de dentes bovinos com dentina exposta
- Fatores em estudo:
  - Matrizes para confecção dos cilindros de resina (três níveis): 1 - Matriz feita com silicone; 2 - Matriz experimental confeccionada com macarrão perfurado; 3 - Matriz de Tygon
- Variável de resposta: Resistência de união por microcisalhamento (MPa).

#### 1.2- Confeção dos corpos de prova

Vinte incisivos bovinos extraídos foram limpos e armazenados em solução aquosa de timol a 0,1%, tamponado (Dinâmica, Piracicaba, SP, Brasil) por 24 horas. Após a separação da parte coronária e radicular, em cortadeira metalográfica (Isomet 1000; Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) (Figura 1) com irrigação, foram removidas as arestas incisais e gengivais, obtendo-se um fragmento com 1,4 cm de altura e 0,8 cm de largura (Figura 2).



Figura 1 - Cortadeira metalográfica (Isomet 1000, Buehler)

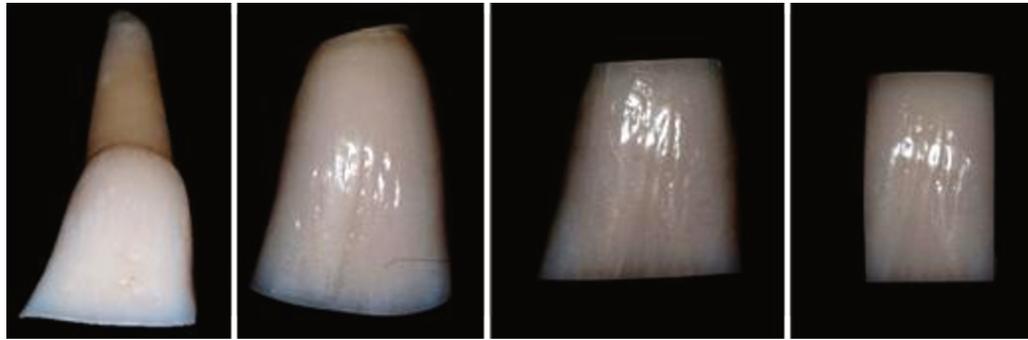


Figura 2 – Sequência de cortes para obtenção do fragmento dental

As superfícies vestibulares foram lixadas em politriz giratória (Arotec, Cotia, SP, Brasil) com lixas de carbeto de silício (Norton, São Paulo, SP, Brasil) #120. As superfícies linguais também foram lixadas, obtendo-se um fragmento com 3 mm de espessura e superfícies paralelas. Os fragmentos dentais foram submetidos à limpeza em cuba ultrassônica (Marconi, Piracicaba, SP, Brasil), e a fim de se padronizar a *smear layer*, cada superfície vestibular foi lixada com lixa de carbeto de silício #600 durante 1 minuto. (Figura 3), após isto o fragmento pronto foi armazenado em água destilada (Figura 4).

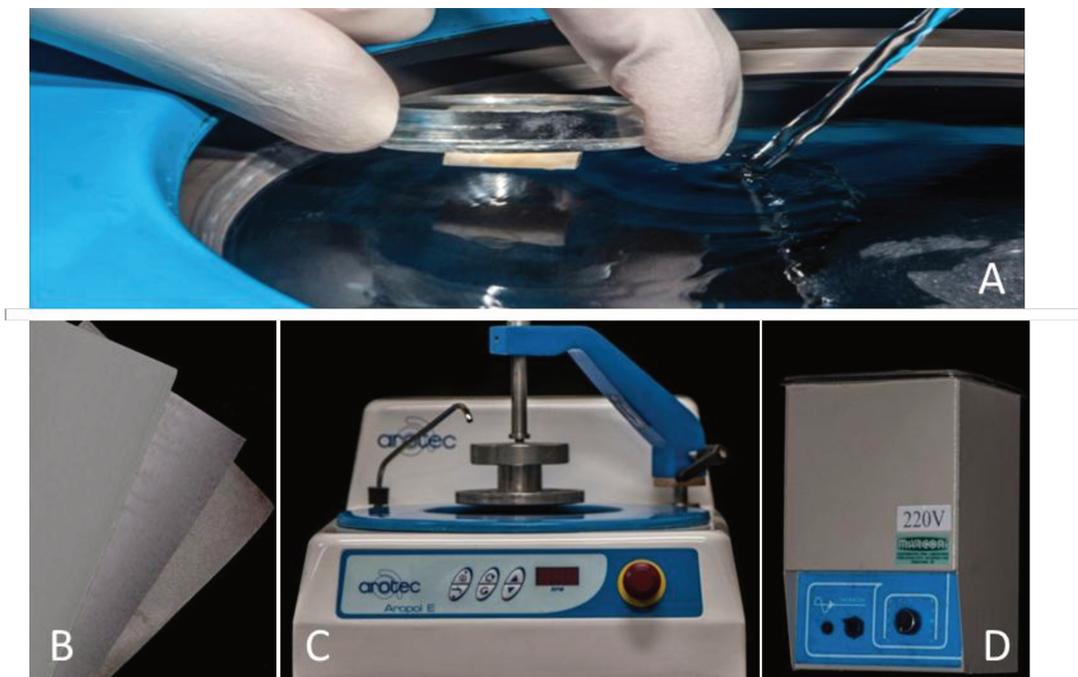


Figura 3 – A- Amostra em “stub” posicionada com cera para ser lixada; B – Lixas de carbeto de silício; C - Politriz giratória (Arotec, Aropol E); D - Cuba ultrassônica (Marconi)

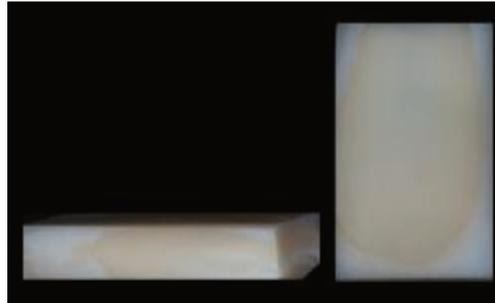


Figura 4 – Fragmento dental preparado

## 1.2- Confeção das matrizes

### 1.2.1- Matriz de silicone

Duas placas de vidro justapostas foram utilizadas. O silicone de adição de consistência pesada (Express XT, 3M ESPE) foi então manipulado em uma das placas e pressionado entre as placas até que estivesse com a altura de 1 mm, assim que o material tomou presa foi retirado. Com um perfurador manual (Golgran, São Paulo, SP, Brasil) foram feitos orifícios no silicone, e com uma tesoura cortou-se fragmentos contendo um orifício cada (Figura 5).

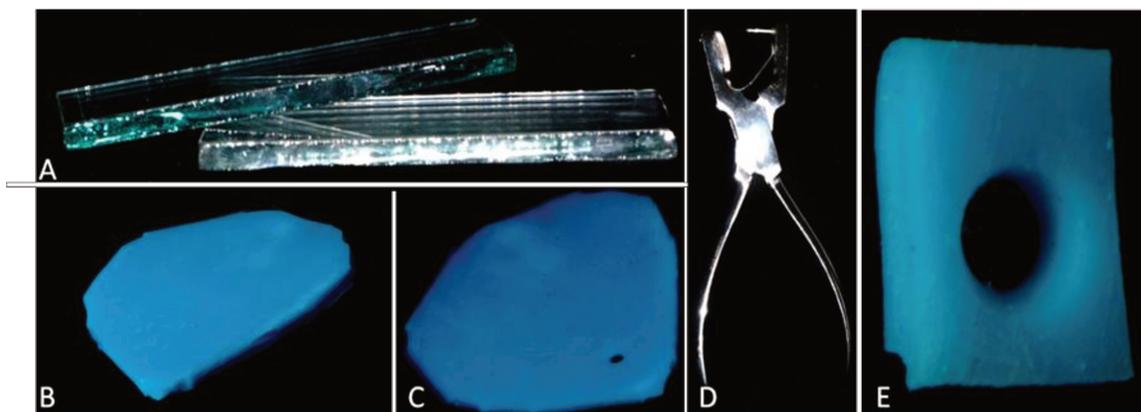


Figura 5 – A – Duas placas de vidro; B- Silicone após a presa entre as placas; C – Silicone após perfuração com perfurador manual (D); E – Matriz recortada

### 1.2.2- Matriz de macarrão

Cada unidade de macarrão perfurado (Furadinho 6, Pastificio Santa Amália) foi levada à cortadeira metrológica (Figura 6) e, sem irrigação, foram feitos cortes consecutivos de 1 mm, obtendo-se fragmentos perfurados (Figura 7).



Figura 6 – Cortes consecutivos no macarrão

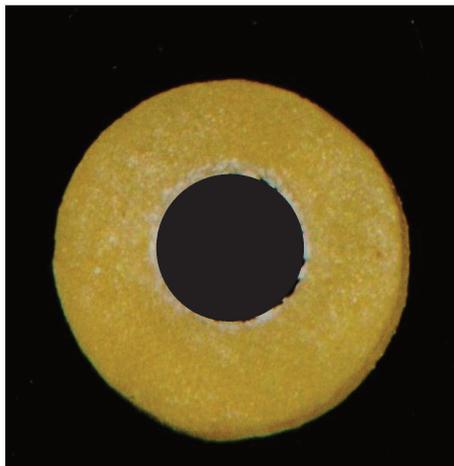


Figura 7 – Matriz de macarrão

### 1.2.3- Matriz de Tygon

Uma fita adesiva dupla face foi colada sobre uma régua, e o tubo Tygon (Tygon tubing, Saint-Gobain Performance Plastic) sobre a fita, possibilitando cortes espaçados em 1 mm paralelos entre si com lâmina de barbear (Gillette) (Figura 8)

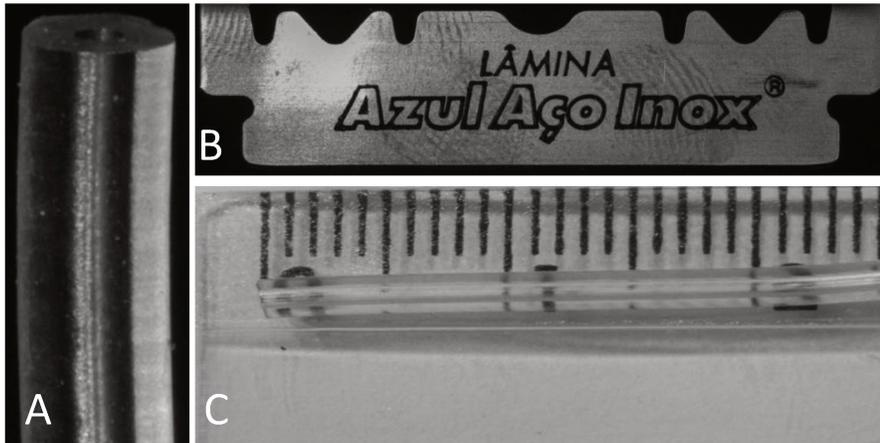


Figura 8 – A- Tubo Tygon; B – Lâmina de barbear; C- Tubo Tygon posicionado sobre uma régua com fita dupla face possibilitando os cortes

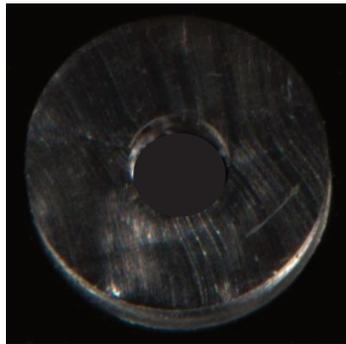


Figura 9 – Matriz de Tygon

### 1.3- Procedimentos adesivos

Os cilindros de resina composta foram confeccionados com adesivo convencional simplificado (Single Bond/3M ESPE) e resina nanoparticulada (Filtek Z 350/ 3M ESPE). (Figura 10)



Figura 10 – Single Bond e Filtek Z-350

Em cada fragmento dental, um pilar de resina foi confeccionado com cada tipo de matriz. Foram feitas delimitações das áreas adesivas, com uma fita adesiva (Adere Tapefix) perfurada. Após isto foi feita a hibridização: condicionamento ácido (Condac 37%) durante 15 segundos seguido de lavagem com água por 10 segundos, remoção do excesso de água com bolinhas de algodão, aplicação de 2 camadas subsequentes de adesivo, leve agitação por 15 segundos, leve jato de ar por 5 segundos. Antes da fotoativação do adesivo, as matrizes foram posicionadas. Em seguida, o adesivo foi fotoativado por 10 s com aparelho tipo LED (FLASH lite 1401, Discus Dental, Culver City, CA, EUA). Após a polimerização da camada híbrida, as matrizes foram preenchidas com resina flow Filtek Z-350 e fotoativadas durante 40 s (Figura 11).

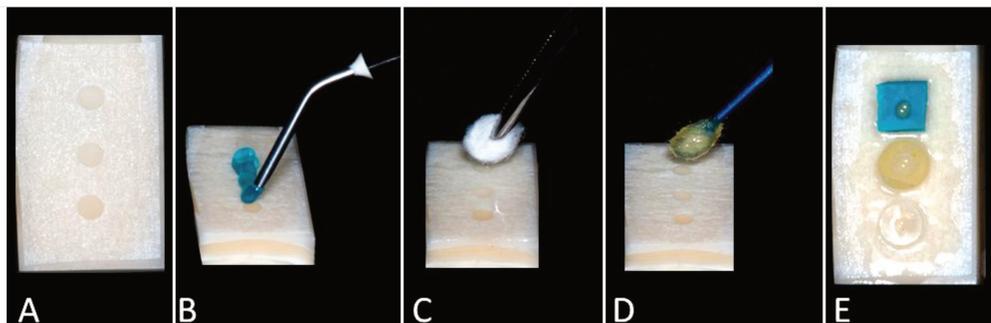


Figura 11 – A- Delimitação das áreas adesivas; B – Condicionamento ácido; C – Controle da umidade; D- Aplicação do adesivo; E- Posicionamento das matrizes

Após a inserção da resina composta, o conjunto foi armazenado por uma hora em água. A matriz de macarrão foi facilmente removida. As matrizes de silicone e Tygon foram divididas fazendo-se dois cortes equidistantes com uma lâmina de bisturi número15C (Lamedid) (Figura 12).

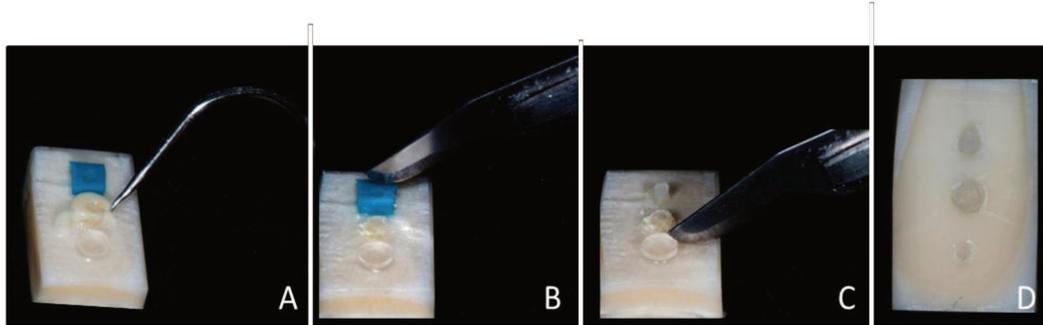


Figura 12 – A - Remoção da matriz de macarrão; B- Remoção da matriz de silicone; C- Remoção da matriz de Tygon; D- Pilares expostos após remoção das matrizes e fita delimitadora

#### 1.4- Ensaio de microcisalhamento

Após 24 horas de armazenagem em água destilada as amostras foram colocadas em um dispositivo de microcisalhamento adaptado a uma máquina ensaio universal (EMIC DDL 500), e aplicada a força cisalhante a 1 mm/s até a fratura. (Figura 13)

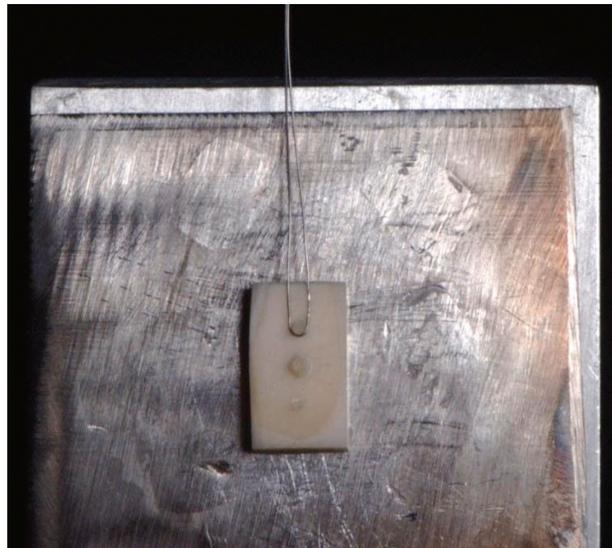


Figura 13 – Ensaio mecânico

## 2 - Metodologia ilustrada do capítulo 2

### 2.1- Delineamento experimental

- Unidades experimentais: 100 fragmentos de dentes bovinos

- Grupos em estudo (Grupos em esmalte e dentina): Grupo controle; Grupo clareado com peróxido de hidrogênio 35% (PH), restaurado sem aplicação de agente antioxidante; Grupo clareado (PH), aplicação de agente antioxidante antes do procedimento restaurador por 10 minutos; Grupo clareado (PH), aplicação do agente antioxidante após condicionamento ácido por 10 minutos; Grupo clareado (PH), aplicação do agente antioxidante antes do procedimento restaurador por 30 minutos.

-Variável de resposta: Resistência de união por microcislamento (MPa).

-Forma de designar o tratamento das unidades experimentais: processo aleatório, por meio de sorteio.

### 2.2 – Confecção dos fragmentos dentais

Foram utilizados 100 dentes incisivos bovinos. Após a separação da raiz da coroa, estas foram analisadas com aumento de 4x em lupa (Figura 14) para que coroas com algum defeito que pudesse prejudicar o estudo fossem substituídas. Em uma cortadeira de precisão metalográfica foram obtidos fragmentos de 6x6 mm. Estes fragmentos foram planificados para ter 1 mm de espessura em esmalte e dentina, para isso utilizou-se lixas de carbeto de silício de granulação 400, em politriz giratória (Figura 15). Após a planificação as faces de esmalte foram polidas com lixas de carbeto de silício granulação 600 e 1200, e discos de feltro associados à pasta diamantada de granulometria decrescente (Figura 16). Após o polimento do esmalte, para padronização da *smear layer*, cada superfície de dentina foi lixada com lixa de carbeto de silício #600 durante 1 minuto. Exceto após a etapa de padronização da *smear layer* entre cada aplicação de lixa ou disco de feltro as amostras foram submetidas à limpeza em cuba ultrassônica.



Figura 14 – Lupa para avaliação visual

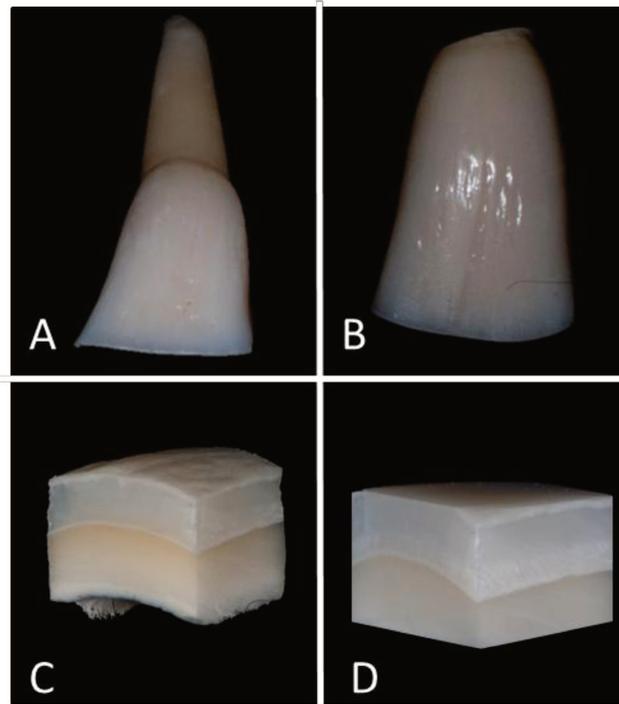


Figura 15 – A-Incisivo bovino; B –Coroa do incisivo; C- fragmento após cortes; D- Fragmento dental planificado.

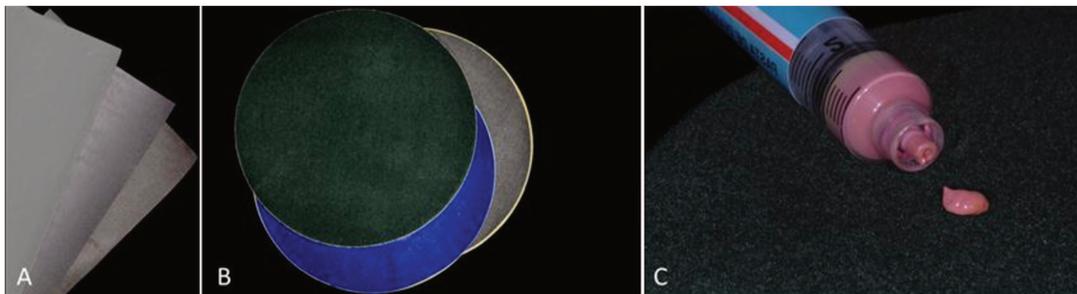


Figura 16- A- Lixas de carbeto de silício; B- Discos para polimento; C – Pasta de polimento associada ao disco.

### 2.3 – Divisão dos grupos experimentais

As amostras foram randomicamente divididas entre os 10 grupos experimentais (n=10) citados abaixo.

Tabela 1 – Divisão dos grupos experimentais (esmalte – E dentina - D), e protocolo de aplicação do agente antioxidante.

GRUPO	CLAREAMENTO	APLICAÇÃO DO AGENTE ANTIOXIDANTE	TEMPO DE APLICAÇÃO	PROTOCOLO DE APLICAÇÃO DO ANTIOXIDANTE
1	Não	Não		-
2	Sim	Não		-
3	Sim	Antes do procedimento restaurador	10 min	Posicionamento de fita com duas perfurações delimitando a área testada, aplicação de 20µL do agente sobre cada perfuração, após 10 minutos lavagem por 30 segundos e início dos procedimentos adesivos
4	Sim	Durante o procedimento restaurador	10min	Posicionamento de fita com duas perfurações delimitando a área testada, condicionamento ácido do substrato, aplicação de 20µL do agente sobre cada perfuração, após 10 minutos lavagem por 30 segundos
5	Sim	Antes do procedimento restaurador sem delimitação	30min	Aplicação de 40µL do agente sobre o substrato, após 30 minutos lavagem por 30 segundos, aplicação da fita delimitadora e início dos procedimentos adesivos

### 2.4- Procedimento clareador

Os espécimes que foram submetidos ao tratamento com peróxido de hidrogênio a 35 % (Figura 17) passaram por 3 aplicações de 15 minutos, do gel no esmalte dental, conforme orientação do fabricante, com uma camada de aproximadamente 1,0 mm

(Figura 18). Após as aplicações, os espécimes foram então abundantemente lavados em água corrente e armazenados em saliva artificial em temperatura de  $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2$  por 24 horas.



Figura 17 – Agente clareador: (Whiteness HP - FGM)

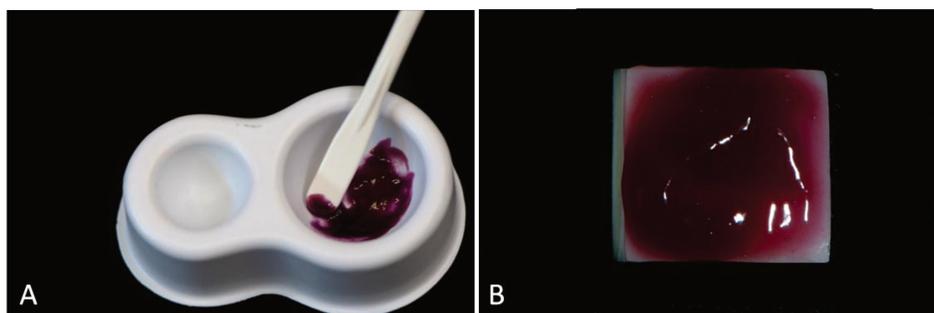


Figura 18- A- Manipulação do gel; B- Fragmento com gel aplicado em esmalte

## 2.5- Aplicação do agente antioxidante

Em cada amostra foi aplicada uma fita adesiva perfurada em dois lugares, para possibilitar a confecção de dois pilares por amostra. Nos fragmentos dos grupos E5 e D5, esta fita foi colocada apenas após a aplicação do agente antioxidante, para permitir que o mesmo fosse aplicado sobre todo o substrato. Nos grupos E3 e D3, o agente antioxidante foi aplicado durante 10 minutos antes do procedimento restaurador, com auxílio de uma pipeta,  $20\mu\text{L}$  em cada furo da fita adesiva mencionada acima (Figura 19). Feito isto, o substrato foi lavado durante 30 segundos com jato de água. Nos grupos 4 e 8 o agente antioxidante foi aplicado como descrito acima, entretanto após o condicionamento ácido. Nos grupos E5 e D5, aplicou-se  $40\ \mu\text{L}$  em todo o substrato a ser testado, durante um

período de 30 minutos (Figura 20). Após esta aplicação, o fragmento foi lavado por 30 segundos, e a fita delimitadora foi posicionada.

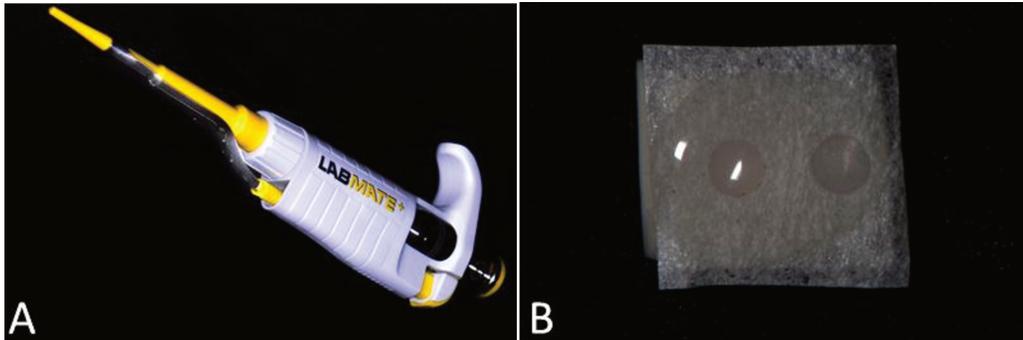


Figura 19 – A- Pipeta utilizada para quantificar aplicação do agente antioxidante; B- Agente antioxidante aplicado sobre a fita delimitadora

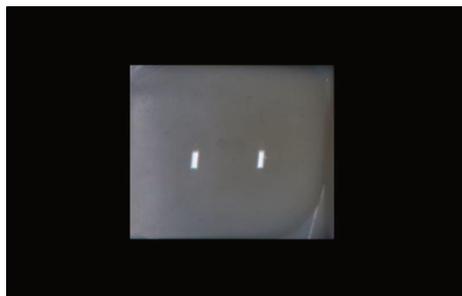


Figura 20 – Agente antioxidante aplicado em toda superfície do fragmento

## 2.6- Procedimentos adesivos

Para a confecção dos pilares a serem cisalhados, utilizou-se adesivo convencional de dois passos Adper Single Bond 2 e resina composta do tipo flow Filtek Z-350 da seguinte maneira: Condicionamento ácido durante 30 segundos em esmalte e 15 segundos em dentina seguido de lavagem com água pelo mesmo tempo de aplicação do ácido. Quando em dentina, somente o excesso de água foi removido com bolinhas de algodão umedecidas. Fez-se aplicação de duas camadas subsequentes de adesivo, leve agitação por 15 segundos, leve jato de ar por 5 segundos (Figura 21). Antes da fotoativação do adesivo, matrizes de macarrão perfurado foram posicionadas sobre os

furos da fita delimitadora, o adesivo foi fotoativado com aparelho LED por 10 s. Após a polimerização do adesivo, as matrizes foram preenchidas com resina e fotoativadas durante 40 s(Figura 22). Os corpos de prova eram armazenados em água destilada durante 2 horas, após este tempo, a matriz encontrava-se amolecida e foi removida (Figura 23). Estes procedimentos foram feitos com auxílio de lupa em ampliação de 4x (Figura 13).

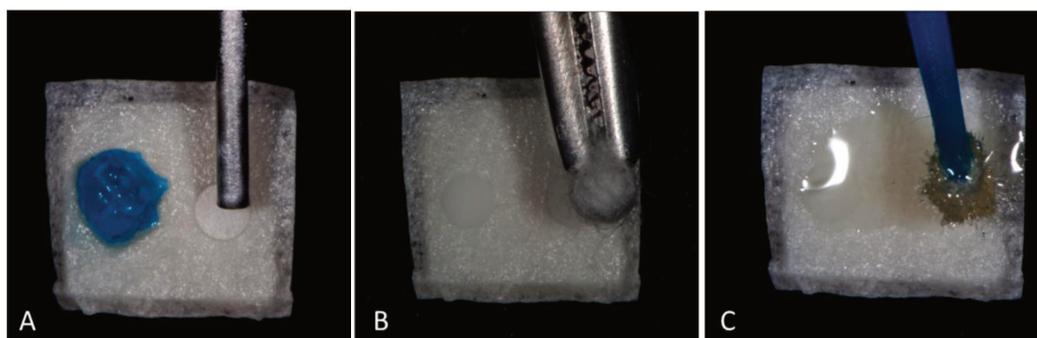


Figura 21 - A – Condicionamento ácido; B- Controle da umidade; C- Aplicação do adesivo

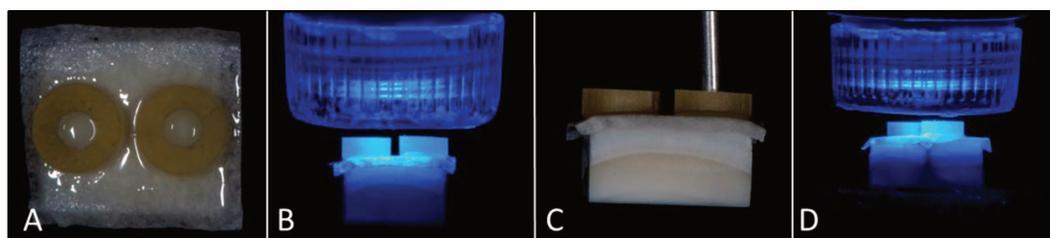


Figura 22 – A - A- Posicionamento da matriz; B- Fotoativação do adesivo; C- Inserção da resina flow; D- Fotoativação da resina.

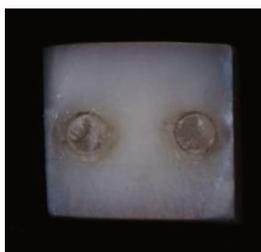


Figura 23 – Cilindros após remoção das matrizes

## 2.7- Teste de microcisalhamento e análise do padrão de fratura

Os corpos de prova foram colados em um dispositivo de microcisalhamento adaptado a uma máquina de ensaio universal, com uma célula de carga de 5 Kg, a uma velocidade de 1 mm/min até a falha da amostra (Figura 24). A análise dos padrões de fratura foi feita em Lupa acoplada a um computador, amostras representativas foram cobertas com ouro para avaliação qualitativa em microscopia eletrônica de varredura (Figura 25).

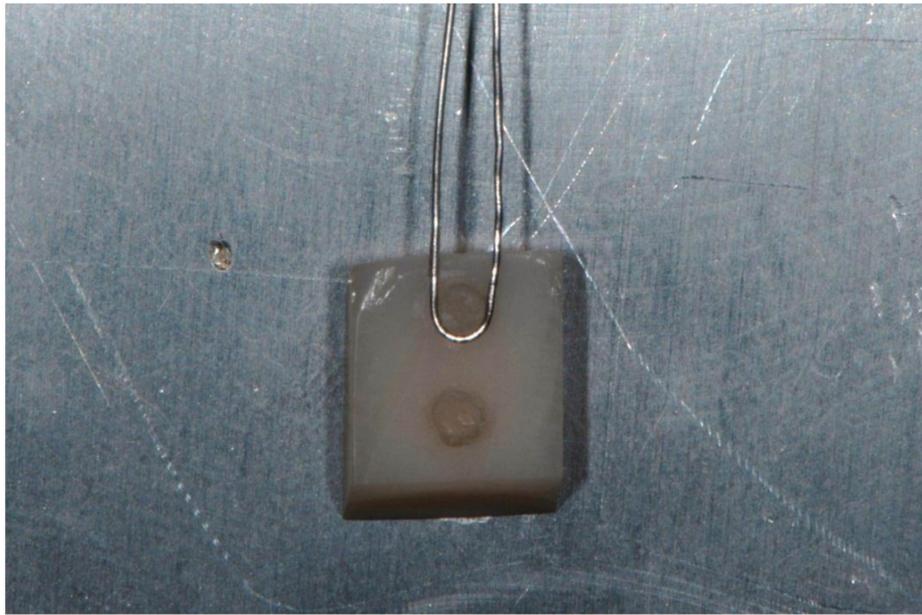


Figura 24 – Ensaio de microcisalhamento

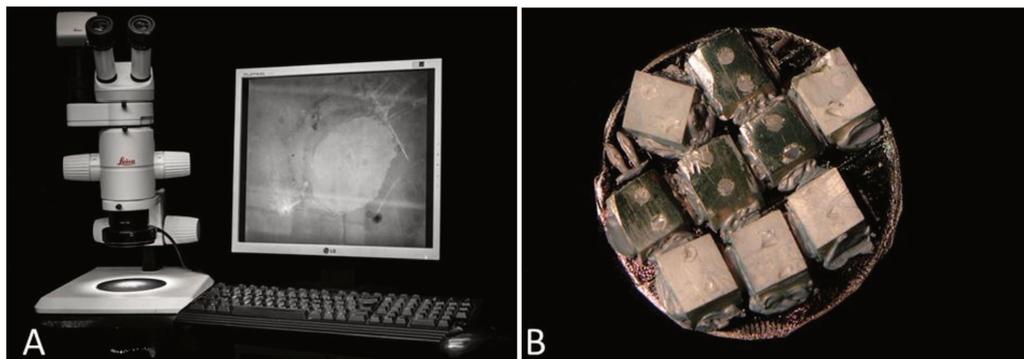


Figura 25 – A- Lupa acoplada a computador; B- Amostras recobertas com ouro para análise em microscopia eletrônica de varredura