



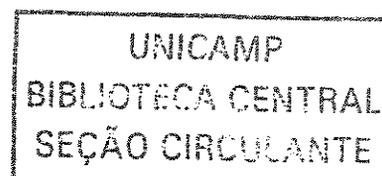
Universidade Estadual de Campinas
Faculdade de Odontologia de Piracicaba

VANESSA GALLEGO ARIAS
Cirurgiã-Dentista

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À
MICROTRAÇÃO DE SISTEMAS ADESIVOS,
UTILIZANDO-SE, COMO PRÉ-TRATAMENTO,
CONCENTRAÇÕES E TEMPOS DE APLICAÇÃO
DE HIPOCLORITO DE SÓDIO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para a obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica, na área de Dentística.

PIRACICABA
2003





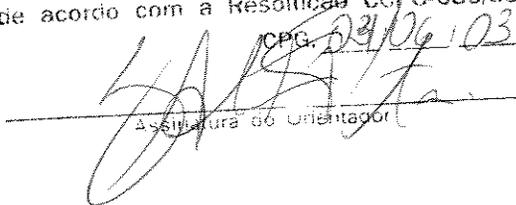
Universidade Estadual de Campinas
Faculdade de Odontologia de Piracicaba

VANESSA GALLEGO ARIAS
Cirurgiã-Dentista

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À
MICROTRAÇÃO DE SISTEMAS ADESIVOS,
UTILIZANDO-SE, COMO PRÉ-TRATAMENTO,
CONCENTRAÇÕES E TEMPOS DE APLICAÇÃO
DE HIPOCLORITO DE SÓDIO.**

Este exemplar foi devidamente corrigido,
de acordo com a Resolução CCEG-036/83

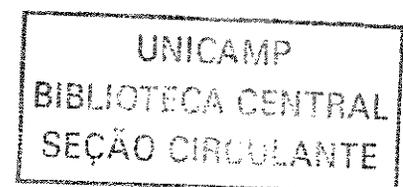
CPG. 03/06/03


Assinatura do Orientador

Dissertação apresentada à Faculdade
de Odontologia de Piracicaba, da
Universidade Estadual de Campinas,
para a obtenção do título de Mestre em
Clínica Odontológica, na área de
Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Luiz André Freire Pimenta

PIRACICABA
2003



100-40-0078

UNIDADE	CRB
Nº CHAMADA	TUNICAMP
	Ar41a
V	EX
TOMBO BC/	55165
PROC.	16-184103
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	08/08/03
Nº CPD	

CM001B7126-7

BIB ID 296362

Ficha Catalográfica

Ar41a Arias, Vanessa Gallego.
 Avaliação da resistência à microtração de sistemas adesivos, utilizando-se, como pré-tratamento, concentrações e tempos de aplicação de hipoclorito de sódio. / Vanessa Gallego Arias. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2003.
 xxiv, 146p. : il.

Orientador : Prof. Dr. Luiz André Freire Pimenta.
 Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Adesão. 2. Materiais dentários. 3. Resinas compostas. 4. Dentina. I. Pimenta, Luiz André Freire. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marilene Girello CRB/8-6159, da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP.



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de MESTRADO, em sessão pública realizada em 21 de Fevereiro de 2003, considerou a candidata VANESSA GALLEGO ARIAS aprovada.

1. Prof. Dr. LUIZ ANDRE FREIRE PIMENTA

A handwritten signature in black ink, written over a horizontal line.

2. Prof. Dr. SAULO GERALDELI

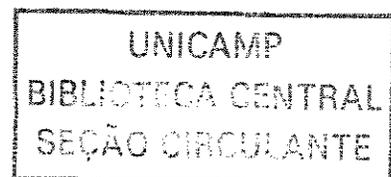
A handwritten signature in black ink, written over a horizontal line.

3. Profa. Dra. GISELLE MARIA MARCHI BARON

A handwritten signature in black ink, written over a horizontal line.

“O homem foi criado para construir pirâmides e versos, descobrir continentes e mundos, e caminhar sempre com um saco de interrogações na mão e uma caixa de possibilidade na outra.”

(Nizan Guananes)



Dedicatória

À DEUS

“É impossível proceder ao infinito na série dos seres que se geram sucessivamente. Deve-se admitir, por isso, que existe um ser necessário que tenha em si toda a razão de sua existência, e do qual procedam todos os outros seres. A este chamamos de DEUS.”

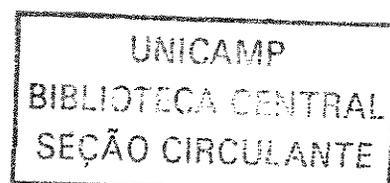
(S. Tomás de Aquino)

Aos meus pais, José Arias e Werleide B. Gallego Arias, dedico não só a tese, mas todas as realizações da minha vida, pois em todos os momentos de desânimo vocês foram a minha força, nos de tristeza, o meu conforto, quando precisei ser forte, vocês foram o meu escudo e nas vitórias e alegrias, foram os meus maiores fãs. Obrigada, AMO VOCÊS!

À minha avó, Zaira, e ao meu avô, Silvestre (em memória), por me ensinarem a importância da união e do amor, para a obtenção da Felicidade.

À minha irmã Viví, Tia Nica, Tia Amélia e a Sônia, por torcerem e sempre me apoiarem.

Ao Roberto F. Pecorari, por me fazer feliz e apoiar meus sonhos, demonstrando amor, dedicação, paciência, compreensão e companheirismo. Você me ensinou que a palavra dois é muito mais que apenas um número cardinal. TE AMO!



AGRADECIMENTOS ESPECIAIS:

Ao meu orientador e amigo Luiz André Freire Pimenta, por tornar possível todas as minhas idealizações profissionais, mostrando-me a estrada a percorrer, orientando as dificuldades a serem superadas, ensinando as melhores formas de percorrê-la, mas acima de tudo respeitando as decisões individuais tomadas. Obrigada por acreditar em mim.

Ao amigo e colega de trabalho Caio R.M.Soeiro, pela demonstração de dedicação, competência e inteligência, durante todos os momentos árduos e difíceis, mostrando sua força e vontade de vencer os obstáculos. Muito obrigada, essa Tese também é sua.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, em nome do seu Diretor, Thales Rocha de Matos Filho.

Ao coordenador de pós-graduação Lourenço Correr Sobrinho e a coordenadora de pós-graduação de clínica odontológica Brenda P. Figueiredo de Almeida Gomes.

À Fundação de amparo à pesquisa (FAPESP) pelo suporte financeiro, viabilizando o desenvolvimento da pesquisa.

À Julie Uribe, por ter cedido os produtos da Heraeus-Kulzer, possibilitando a realização desta pesquisa.

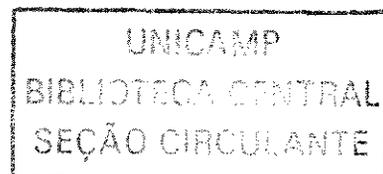
Ao Jorge , por ter cedido os produtos da Generic/Pentron, possibilitando a realização desta pesquisa.

Ao Prof. Dr. Kitajima Watanabe, por fornecer os produtos e a ceder as dependências do NAP/MEV (ESALQ) para a realização dos preparos dos espécimes de microscopia eletrônica de varredura.

À Profa. Dra. Gláucia M.B.Ambrosano, por ter me ensinado a importância da Bioestatística, mostrando que podemos ultrapassar as barreiras, as quais, muitas vezes, acreditamos ser intransponíveis. Obrigada por sua orientação tão especial.

À Profa. Dra. Giselle M.M. Baron, por sua forma doce, delicada e compreensiva de ser e ensinar.

Aos professores da Dentística por terem dividido o conhecimento e a experiência, orientando de maneira objetiva e humana a arte de ensinar.



Às amigas Mirela, Alessandra e Maria Carolina. Os caminhos são, algumas vezes, tortuosos e esburacados, podendo existir momentos difíceis e tristes, porém apenas com união e amizade somos capazes de superá-los, tornando-os mais tranquilos e momentâneos.

Às amigas Patfu, Mônica e Dani pelo apoio, amizade e os ótimos momentos juntas.

“Os amigos verdadeiros são aqueles que vêm compartilhar a nossa felicidade quando chamamos, e a nossa tristeza sem serem chamados.”

À amiga Ana Karina, te admiro como profissional competente e inteligente, e principalmente como pessoa, simples, sincera, doce e boa.

Aos amigos de Mestrado e Doutorado, os quais aprendi a conviver e reconheci muitos amigos verdadeiros que serão mantidos sempre em evidência no meu coração.

À Paula Crazy e funcionários, pelas pequenas ajudas que tiveram grandes conseqüências, pois só através de um trabalho em equipe é que conseguimos alcançar nossos objetivos individuais.

Aos alunos de graduação, os quais aprendi que ensinar é muito mais que indicar os procedimentos corretos a serem feitos. Ensinar é escutar, entender as dificuldades individuais e trocar experiência de vida. Obrigada, também aprendi muito com cada um de vocês.

Muito obrigada a todos por terem passado em minha vida de maneira tão marcante.

SUMÁRIO

RESUMO	1
ABSTRACT	3
1 INTRODUÇÃO	5
2 REVISÃO DE LITERATURA	13
2.1 Sistemas de união	13
2.2 Tratamentos dentinários com NaOCl para a remoção de colágeno	27
2.3 Ensaio de microtração	51
2.4 Túbulos dentinários e dentina bovina	58
3 PROPOSIÇÃO	65
4 MATERIAIS E MÉTODOS	67
4.1 Ensaio de microtração	67
4.1.1 Seleção e preparo dos dentes	67
4.1.2 Aplicação dos sistemas de união, das soluções de hipoclorito de sódio e do compósito odontológico	70
4.1.3 Condicionamento ácido	73
4.1.4 Obtenção, modo de aplicação e lavagem das	74

soluções de hipoclorito de sódio	
4.1.5 Aplicação dos sistemas de união	75
4.1.6 Aplicação do compósito odontológico	76
4.1.7 Obtenção das fatias para o ensaio de microtração	78
4.1.8 Ensaio mecânico	82
4.2 Preparo dos corpos-de-provas para a observação em microscópio eletrônico de varredura	89
4.2.1 Padrão superficial dentinário	89
5 RESULTADOS	93
5.1 Ensaio de microtração	93
5.2 Microscopia eletrônica de varredura	102
5.3 Padrão de fratura	104
6 DISCUSSÃO	107
7 CONCLUSÃO	123
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	125
ANEXOS	131

RESUMO

O objetivo deste estudo *“in vitro”* foi avaliar a resistência da união de sistemas adesivos à dentina, quando submetida ao pré-tratamento com hipoclorito de sódio (NaOCl) em três concentrações (1%, 5% e 10%) e tempos de aplicação (15, 30 e 60s). Foram selecionados 300 dentes bovinos, armazenados em solução salina 0,9%, com timol. O desgaste do esmalte vestibular e o polimento da dentina superficial exposta foram realizados em máquina Politriz (Maxigrind, Solotest), empregando-se lixas de óxido de alumínio (Al_2O_3) de granulações de número 180, 400 e 600. A seguir, as amostras foram distribuídas, aleatoriamente, em 20 grupos, sendo utilizados os sistemas adesivos: Gluma Comfort Bond (Heraeus-Kulzer) no G1 ao G10 e Bond One (Pentron) no G11 ao G20. Cada sistema adesivo apresentou 10 grupos (n=15), sendo o G1 e o G11 considerados como controles, seguindo as recomendações dos respectivos fabricantes. Os corpos-de-prova foram condicionados com ácido fosfórico a 37% e uma solução (sol.) de NaOCl a 1% foi aplicada nos grupos G2, G3, G4, G12, G13 e G14 durante 15, 30 e 60s, respectivamente. Nos grupos G5, G6, G7, G15, G16 e G17 foi aplicada sol. de NaOCl a 5%, durante 15, 30 e 60s, respectivamente e nos grupos G8, G9, G10, G18, G19 e G20 foi aplicada sol. de NaOCl a 10% durante 15, 30 e 60s, respectivamente. Os corpos-de-prova foram “restaurados” com resina composta Filtek Z-250 (3M Dental Products), através da confecção de um bloco

de compósito. A resina foi inserida em 3 incrementos, sendo fotoativada por 40 segundos a cada incremento. Cortes seriados foram realizados em cada dente, obtendo-se fatias com espessura de 0,7- 1 mm, em cortadeira metalográfica ISOMET 1000 (Buehler). Entalhes na interface de união destas fatias foram realizados, obtendo-se uma constrição com formato de ampulheta, com área de união de 0,7-1mm². O teste de microtração foi realizado em máquina de ensaio Universal (EMIC DL 500), com velocidade de 0,5mm/min. Os resultados foram analisados por meio da Análise de Variância (ANOVA), em esquema fatorial 2 X 3 X 3, com dois tratamentos adicionais. A análise estatística demonstrou que não houve diferença entre os diferentes sistemas adesivos e as diferentes concentrações de NaOCl. Entretanto, os resultados demonstraram que houve diferença estatisticamente significativa para a variável tempo de aplicação ($p=0,00016$). Os resultados mostraram que a medida que o tempo de aplicação da solução de NaOCl aumentou, os valores decresceram linearmente. Concluiu-se que a utilização de diferentes concentrações de NaOCl não melhorou os valores de resistência da união; entretanto, o aumento do tempo de aplicação de NaOCl interferiu negativamente nos valores da resistência da união .

ABSTRACT:

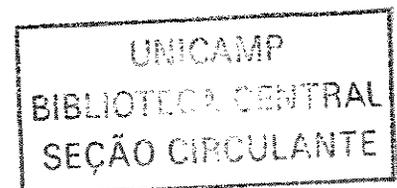
The aim of this *in vitro* study was to evaluate the tensile bond strength of adhesive systems to dentin, with three concentrations (1%, 5%, and 10%) and application time (15, 30 and 60s) of sodium hypochlorite (NaOCl) solution, as dentin pre-treatment. Three hundred bovine teeth were selected and stored in a 0.9% saline solution with thymol. The buccal surface was flat ground and the dentin surface was polished (Politriz -Maxigrind Solotest), with 180, 400 and 600-grit Aluminium oxide (Al_2O_3) abrasive paper. The teeth were randomly allocated to 20 groups and treated with Gluma Comfort Bond and Bond One. G1 to G10 were applied Gluma Comfort Bond and G11 to G20 were applied Bond One (n=15), according to manufactures' instructions. Groups G1 and G11 were considered control groups. After the etching, 1% NaOCl solution was used for G2, G3, G4, G12, G13 and G14, during 15, 30 and 60s, respectively. For the groups G5, G6, G7, G15, G16 and G17, 5% NaOCl solution was used during 15, 30 and 60s, respectively, and for G8, G9, G10, G18, G19 and G20, 10% NaOCl solution was used during 15, 30 and 60s, respectively. The specimens were restored with the Filtek Z-250 (3M Dental Products), building a flat crown. This composite resin was applied to three increments and light cured for 40s each. The teeth were sectioned with a slow-speed diamond saw, obtaining slices ranging from 0.7—1mm in thickness. The slices were trimmed and shaped to hourglass form (0.7—1mm² bonded surface area). These specimens were

submitted to tensile load at a cross head speed of 0.5mm/min. The data were analyzed by ANOVA, using a *post hoc* test interations 2x3x3, plus two additional treatments. No statistical difference was observed between the adhesive systems and different concentrations. However, statistically significant difference was observed for application time. The increase in the application time resulted in a decrease in the bond strength values ($p=0,00016$). In conclusion, the application of different NaOCl concentrations did not improve the bond strength values; however, the increase in the application time interfered negatively with the tensile bond strength when NaOCl was used.

1 INTRODUÇÃO

O aumento do número de pacientes que procuram os cirurgiões-dentistas, não apenas por motivos preventivos ou curativos, mas também por motivos estéticos, devido à insatisfação com seus sorrisos, denota a maior preocupação por parte destes na busca por um sorriso harmonioso e natural. Concomitantemente a essa busca por estética, o desenvolvimento dos materiais odontológicos propiciou a origem da dentística cosmética.

Dentro desse novo parâmetro, os compósitos odontológicos se apresentam como um dos principais materiais de eleição, não exclusivamente devido ao seu caráter estético, mas também devido a sua praticidade de uso, quando comparado com as técnicas indiretas. Além disso, as técnicas adesivas, que utilizam resinas fluidas, conhecidas como sistemas de união, proporcionam união da resina à estrutura dental e o selamento marginal, limitando os desgastes necessários para a obtenção de microretenção.



O uso do condicionamento ácido é aceito como um pré-tratamento dos procedimentos adesivos para melhorar a união entre o esmalte e a resina (BUONOCORE, 1955). Entretanto, a adesão em dentina se torna mais complexa devido a sua estrutura e atividade biológica (PRATI *et al.*, 1991). Enquanto o esmalte apresenta cerca de 92% em volume de hidroxiapatita, a dentina contém apenas 45% em volume de matéria inorgânica (hidroxiapatita). Além disso, sua matriz orgânica é rica em fibras colágenas do tipo I. Com isso, os sistemas de união precisam se comportar de maneira eficiente frente aos diferentes substratos encontrados.

Adicionalmente a essa composição, a estrutura espacial da dentina é caracterizada por uma conformação tubular, distribuída de maneira radial a partir da câmara pulpar até a junção amelo-dentinária, sendo o diâmetro dos túbulos crescentes a medida que se aproximam da polpa. Circundando esses túbulos dentinários, encontra-se uma dentina altamente mineralizada, denominada de dentina peritubular. Entre a dentina peritubular (entre dois túbulos), localiza-se uma dentina intertubular, rica em colágeno, cujo volume varia inversamente proporcional à concentração de túbulos de acordo com a distância da polpa. Considerando que, em condições normais, esses túbulos dentinários encontram-se preenchidos pelo fluido tissular oriundo da polpa, além dos prolongamentos citoplasmáticos dos odontoblastos, uma variação

da umidade regional da dentina em função de sua morfologia é encontrada (MARSHALL *et al.*, 1997).

O ataque ácido em dentina é utilizado para promover a desmineralização da mesma e expor as fibras colágenas presentes na dentina intertubular, removendo a "smear layer" (FUSAYAMA *et al.*, 1979). Segundo NAKABAYASHI (1982), uma união adequada é promovida com 2 μ m de profundidade de desmineralização dentinária. Porém, com a utilização de ácidos fortes, a remoção da matéria inorgânica se faz rapidamente, sendo também capaz de alcançar uma dentina mais profunda (PHRUKKANON *et al.*, 1999).

O conceito de união dentinária baseia-se na afirmativa de que o sucesso de uma união efetiva depende da penetração de monômeros hidrófilos por entre as fibras colágenas expostas pelo tratamento ácido e o encapsulamento dos cristais de hidroxiapatita na base da dentina descalcificada (KANCA, 1992; NAKABAYASHI *et al.*, 1992a; NAKABAYASHI, 1992b; PERDIGÃO *et al.*, 2000; VARGAS *et al.*, 1997), criando uma zona de resina-reforçada, conhecida como camada híbrida (NAKABAYASHI, 1982). Entretanto, a presença de nanoinfiltração tem sido relatada nessa camada de resina-

reforçada (SANO *et al.*, 1994a), sugerindo a presença de porosidades (SANO *et al.*, 1994a; SANO *et al.*, 1995b; SANO *et al.*, 1995c).

A presença de uma camada densa de fibras colágenas recobrimdo a superfície dentinária desmineralizada com ácidos fortes torna a penetração da resina mais difícil, diminuindo a concentração do agente de união nessa região (PASHLEY *et al.*, 1993). Além disso, também é observada uma grande quantidade de água residual entre as fibras colágenas, dificultando a penetração da resina nessa camada (BURROW *et al.*, 1994). Com a penetração incompleta do adesivo até a região mais profunda do colágeno exposto forma-se uma zona porosa na camada híbrida e, conseqüentemente, um colapso do colágeno subsuperficial (PHRUKKANON *et al.*, 1999). Esta zona porosa de colágeno colapsado permite a penetração de produtos bacterianos e água entre a interface adesivo/dentina (SANO *et al.*, 1995b; SANO *et al.*, 1995c).

Com a exposição de água por um longo período, essa região de colágeno sem a presença do infiltrado resinoso sofre hidrólise (BURROW *et al.*, 1996), ocorrendo uma deterioração na união entre o compósito e a dentina,

conseqüentemente resultando em uma diminuição dos valores de união (VARGAS *et al.*, 1997; WAKABAYASHI *et al.*, 1994).

Portanto, as fibras colágenas envolvidas nesse processo de formação da camada híbrida, representam um delicado substrato, pois um adequado controle da umidade local deve ser realizado para que ocorra uma penetração completa dos agentes de união por entre essas fibras. Dessa forma, o colágeno sem suporte contribui para a dificuldade da técnica durante os procedimentos adesivos (PRATI *et al.*, 1999).

Na tentativa de caminhos alternativos na melhora dos valores de união, longevidade e selamento marginal, através da obtenção de uma camada híbrida bem impregnada, foram lançados no mercado os sistemas de união auto-condicionantes. Entretanto, ainda em um nível laboratorial, alguns autores (WAKABAYASHI *et al.*, 1994; BARBOSA *et al.*, 1994; FRANKENBERGER *et al.*, 2000; VARGAS *et al.*, 1997) sugerem a remoção deste delicado substrato (fibras colágenas), para a obtenção de uma estrutura mineralizada, podendo ser comparada com o esmalte dental, o qual tem efetividade de união comprovada. Para isso, enzimas proteolíticas (colagenase) (GWINNETT *et al.*, 1996) ou substâncias desproteinizantes são utilizadas para remoção do

colágeno exposto (WAKABAYASHI *et al.*, 1994; PIOCH *et al.*, 1999; SABOIA *et al.*, 2000).

A remoção do colágeno pode facilitar a penetração da resina na dentina desmineralizada, ocorrendo uma retenção micromecânica entre a resina e os cristais de hidroxiapatita (NAKABAYASHI *et al.*, 1992b; VAN MEERBEEK *et al.*, 1993).

Um dos possíveis agentes empregado é o hipoclorito de sódio (NaOCl), o qual vem sendo utilizado em concentração de 10%, geralmente, com a variável tempo de aplicação (PERDIGÃO *et al.*, 2000; WAKABAYASHI *et al.*, 1994) ou em concentrações de 5% (BARBOSA *et al.*, 1994; FRANKENBERGER *et al.*, 2000; VARGAS *et al.*, 1997) com tempos de aplicação pré-estabelecidos. Porém, existem poucos relatos na literatura da permutação dessas duas variáveis (concentração do agente e tempo de aplicação). Sob esse aspecto, gera o questionamento da necessidade de mais pesquisas direcionadas nessa área com a finalidade de obter respostas para as alterações superficiais dentinárias causadas durante a exposição da dentina desmineralizada pelo agente em diferentes concentrações e tempos de aplicação, correlacionando as alterações superficiais ocorridas com os valores de adesão promovida entre

o material e o substrato dentinário. Assim torna se importante a definição de um protocolo a ser adotado em relação à concentração e o tempo de aplicação do NaOCl para a obtenção de dentina desproteinizada e sua resposta nos valores de resistência da união.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 SISTEMAS DE UNIÃO

O desenvolvimento da Dentística adesiva foi possível a partir de BUONOCORE, em 1955, que apresentou o tratamento superficial do esmalte com ácidos objetivando o aumento da retenção. Foram utilizados o fosfomolibdato a 50%, contendo tungstênio de sódio, em união com uma solução de ácido oxálico a 10% e o ácido fosfórico ($H_3 PO_4$) a 85%. Os resultados demonstraram um aumento de retenção das resinas acrílicas, quando comparados com os dentes não tratados, sendo a maior retenção para os dentes tratados com ácido fosfórico. A formação de precipitado, produzido pelo ácido oxálico, pode ter sido a causa da menor retenção para esse grupo. Já o ácido fosfórico, além da melhor retenção, apresentou uma técnica de manuseio mais simples.

FUSAYAMA *et al.*, em 1979, avaliaram a propriedade adesiva de um material comparado a um compósito odontológico. Superfícies de esmalte e

dentina foram preparadas através do desgaste das superfícies vestibulares de incisivos centrais e oclusais de molares humanos. Também, foram preparadas superfícies de dentina cariada, removendo-se a primeira camada de dentina infectada. As superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 40% por 60s, lavadas e secadas. Os autores utilizaram três compósitos diferentes: Adaptic, Concise e Palakav, sendo estes manipulados segundo as recomendações dos fabricantes. Os espécimes foram armazenados em água destilada em diferentes temperaturas, sendo estas a 37°C ou temperatura ambiente, por 1 semana, 1 mês ou 3 meses, antes de serem submetidos ao teste de tração. Cada grupo apresentou 20 unidades experimentais. Os resultados demonstraram que após uma semana de armazenagem as resinas Adaptic e Concise uniram-se ao esmalte (condicionado ou não); entretanto, não houve uma união com a dentina. Palakav mostrou pouca união à dentina, mas não se uniu ao esmalte. Clearfil mostrou uma união significativa em esmalte e dentina. Todos os materiais utilizados no estudo mostraram alguma união ao marfim. Clearfil mostrou os maiores valores de resistência para todas as superfícies analisadas. Os valores foram maiores em esmalte do que em dentina e houve melhora nos valores de resistência nas superfícies que foram condicionadas tanto em esmalte quanto em dentina. Com relação ao tempo de armazenamento, o aumento do mesmo resultou em aumento para o Clearfil e diminuiu para o Palakav. Os autores concluíram que o condicionamento

ácido aumentou a resistência da união tanto para esmalte quanto para dentina.

NAKABAYASHI *et al.*, em 1982, avaliaram a efetividade da resina 4-META na união ao esmalte e à dentina. Foram utilizadas soluções de ácido cítrico e cloreto férrico a 1% e os mesmos ácidos nas concentrações de 10 % e 3% respectivamente, por 30s, para condicionar a superfície dentinária. Após a cimentação de cilindros de resina e a estocagem por 24 horas em água destilada à 37° C, os mesmos foram submetidos ao teste de tração, a velocidade de 2mm/min. A resistência adesiva foi de 18 MPa na dentina condicionada. A análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV) sugeriu que o monômero com os grupamentos hidrófilos e hidrófobos promoviam união por infiltração e polimerização no interior do substrato condicionado. Os autores concluíram que os substratos dentais podem ser reforçados por monômeros biocompatíveis que penetram nas irregularidades do substrato para a sua posterior polimerização.

PRATI *et al.*, em 1991, estudaram o efeito da pressão intrapulpar na resistência ao cisalhamento de três cimentos de ionômero de vidro (GC lining cement, Vitrabond e Zionomer) e quatro sistemas de união (Gluma/

Scotchbond, Scotchbond 2, MBL e Clearfil Photo Bond). Foi utilizada a dentina vestibular, sendo aplicados os materiais, segundo as recomendações dos fabricantes. Os respectivos agentes condicionantes foram utilizados na superfície dentinária sendo restauradas com resina composta, a qual foi inserida em matriz posicionada sob a dentina e polimerizada. Após 5 min ou 24h da confecção dos corpos-de-prova, o teste de cisalhamento foi realizado, sendo comparados com amostras que tiveram aplicação dos agentes adesivos e da resina composta sob pressão intrapulpar de 36cm de solução salina. Os resultados demonstraram que após 24 horas, em dentina superficial, a pressão intrapulpar reduziu os valores de resistência ao cisalhamento para os sistemas de união MBL, Scotchbond 2 e Ziomomer. Para o sistema adesivo Clearfil PB bond, os valores de resistência aumentaram enquanto que para o Vitrabond, GC lining cement e Gluma/Socthbond a pressão intrapulpar não afetou os valores de cisalhamento. Entretanto, em dentina profunda, o Scotchbond 2 e Clearfil PB os valores foram significativamente menores após 24h, quando comparados com o de dentina superficial, na presença de pressão intrapulpar. Apenas o cimento de ionômero de vidro Vitrebond não foi afetado pela presença de pressão intrapulpar em dentina profunda. Os autores concluíram que a pressão intrapulpar pode afetar os valores de união.

NAKABAYASHI *et al.*, em 1992a, analisaram a união “*in vivo*” da resina 4-META/MMA-TBB a 5% na dentina humana. Dentes indicados para extração, devido problemas periodontais, foram tratados com solução de ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3%, conhecida como solução 10: 3, por 10s e 30s. Após a realização dos tratamentos, os dentes foram extraídos e levados para a análise em microscopia eletrônica de transmissão (MET). O exame microscópico revelou a formação de uma camada, denominada camada híbrida, criada pela impregnação e envolvimento das fibras colágenas e encapsulamento dos cristais de hidroxiapatita pelo agente resinoso. A união foi considerada estável e duradoura, porém podendo apresentar falhas a longo prazo. Esta falha seria decorrente da hidrólise dos peptídeos do colágeno que não teriam sido totalmente envolvidos pela resina.

NAKABAYASHI, em 1992b, através de uma revisão de literatura, relatou os princípios da união da resina 4-META, quando aplicada sobre a dentina. Uma melhora na união é conseguida pelo aumento da penetração intertubular e a impregnação da dentina, quando se utiliza a resina 4-META/MMA-TBB, após a aplicação da solução 10: 3. A adição do cloreto férrico ao ácido cítrico proporcionou uma estabilização do colágeno, durante a remoção dos minerais, preservando sua configuração tridimensional. Dessa forma, o monômero resinoso penetrou de forma eficiente por entre as fibras

colágenas. A polimerização deste se deu através da ação do iniciador tri- n- butil-borano (TBB) em conjunção com o oxigênio e a água, os quais serviram como co-catalisadores. Essas duas substâncias estão disponíveis no substrato dentinário e seus túbulos. Uma vez polimerizada, a resina formou um entrelaçado com as fibras colágenas e deixou encapsulados os cristais de hidroxiapatita, criando uma área ácido-resistente denominada como camada híbrida.

KANCA, em 1992, avaliou a resistência de união ao cisalhamento do sistema adesivo All Ecth em dentina com diferentes padrões de umidade. Para isso, foram utilizados 60 molares humanos. Dentro de anéis de metal, 50 dentes foram incluídos em resina acrílica. A dentina foi exposta, utilizando-se lixas abrasivas de granulação 320 e os dentes permaneceram em água, a uma temperatura de 4°C, durante 24 horas, para a sua total hidratação e aquecidos até atingirem a temperatura corporal. As amostras foram divididas, aleatoriamente, em cinco grupos. O sexto grupo apresentou 10 dentes, os quais foram montados como descrito, porém foi exposto o esmalte oclusal para os procedimentos adesivos. No G1 a dentina foi secada por 5s e condicionada com ácido fosfórico a 10% durante 20s. Os dentes foram lavados por 10s e secados por 10s com jatos de ar a uma distância de 2cm. Foi misturada uma gota do primer A com o primer B e aplicadas em quatro

camadas. Uma fina camada de resina foi colocada e fotopolimerizada por 20s. Um cilindro de compósito odontológico Bisfil foi aderido, em um único incremento, à área de união. No G2 foram realizados os mesmos procedimentos que no grupo anterior; entretanto, após o condicionamento ácido, a dentina foi secada por apenas 3s. O G3 apresentou o mesmo tratamento que o G1 exceto que, após o condicionamento ácido e a lavagem com água, as amostras foram secadas com papel absorvente para a remoção do excesso de água. No G4 os dentes foram condicionados com ácido fosfórico a 37% durante 15s e secados por 10s. Os mesmos procedimentos realizados nos G1 foram adotados. No G5 foi realizado os mesmos passos que o G4; entretanto, a superfície dentinária foi secada com papel absorvente. E no G6 o esmalte dos dentes foi condicionado com ácido fosfórico a 37% durante 15s, lavado por 10s e secado por 10s. Os mesmos procedimentos restauradores do G1 foram realizados. Os resultados demonstraram que os valores de cisalhamento para o G4 foram significativamente inferiores aos G1 e G2, os quais não diferiram entre si, porém foram inferiores aos grupos 3, 5 e 6. Os grupos 3, 5 e 6 foram semelhantes entre si. O autor sugeriu que o comportamento do “primer” é superior quando a dentina deixada úmida.

VAN MEERBEEK *et al.*, em 1993, estudaram morfologicamente, através de MEV e MET, a zona de interdifusão de resina/dentina criada pela utilização de sistemas de união, os quais removem a “smear layer” e desmineralizam a dentina superficial. Discos de dentina humana foram obtidos e tratados com Clearfil Liner Bond System e compósito odontológico de baixa viscosidade (Clearfil Protect Liner). As áreas transversais das amostras foram condicionadas com feixe de íons de argônio para a observação em MEV. As secções dos espécimes preparados para a observação em MET foram descalcificadas com uma solução de EDTA para facilitar a microtomia e separação da zona de interdifusão. Tanto o MEV quanto o MET mostraram a presença da zona de interdifusão unida à dentina inalterada e ao compósito resinoso. O MET apresentou três subcamadas na zona de interdifusão com características ultraestruturais e de colorações distintas. Uma camada mais externa corada e difusa. Abaixo desta camada, há a presença de colágeno parcialmente alterado, sendo envolvido e direcionado paralelamente à interface e perpendicular aos túbulos dentinários. A região inferior desta camada é caracterizada pela presença de uma camada eletro-densa e uma série de projeções coradas na região da trama de colágeno. E, finalmente, uma terceira camada densa, contendo cristais de hidroxiapatita, presentes desde a porção de dentina desmineralizada até a dentina inalterada. A difusão resinosa na dentina desmineralizada foi observada, entretanto, foi diminuindo conforme a profundidade dentinária. O efeito da desmineralização foi

gradualmente diminuindo, deixando cristais de hidroxiapatita na base da zona de interdifusão. Estes cristais foram resistentes ao tratamento com EDTA e os procedimentos de descalcificação do preparo para MET, sugerindo o encapsulamento pela resina.

PASHLEY *et al.*, em 1993, analisaram a permeabilidade dentinária aos sistemas de união além da análise da microestrutural em MEV. Foram utilizados terceiros molares inclusos, os quais eram armazenados em solução salina. Os dentes tiveram suas coroas seccionadas obliquamente em relação à junção cimento-esmalte. A dentina foi fraturada com o auxílio de cinzéis. Na mesma amostra, em metade da superfície, a “smear layer” foi criada através da utilização de lixas abrasivas com diferentes granulações, na outra metade da superfície fraturada a dentina não apresentou a “smear layer”, sendo padronizada a profundidade dentinária dos dois tratamentos. Dois fragmentos retangulares, um de cada superfície foram obtidos, sendo realizados 4 tratamentos diferentes. Cada fragmento apresentou metade da superfície tratada, deixando a outra metade como controle. O G1 representou uma dentina fratura e condicionada com ácido fosfórico a 37% durante 30s, deixando o substrato úmido antes da fixação do mesmo. O G2 representou a dentina fraturada condicionada com ácido e secada com ar antes da fixação. O G3 apresentou a superfície coberta pela “smear layer”

condicionada e mantida úmida. E no G4 a dentina apresentou-se com a presença da “smear layer” condicionada e mantida seca. As amostras foram fixadas em formaldeído, desidratadas em uma seqüência ascendente de etanol e fraturadas transversalmente antes da secagem ao ponto crítico. Os espécimes foram metalizados e analisados em MEV. Os resultados demonstraram que as amostras fraturadas apresentaram os túbulos expostos em certas regiões, porém não se mostraram diferentes quando se compararam os corpos-de-prova mantidos úmidos com os secados. O condicionamento ácido mostrou um aumento do diâmetro do túbulo, além do aumento da porosidade intertubular dentinária. A secagem das amostras, após o condicionamento mostrou uma camada de colágeno colapsada, sendo os espaços interfibrilares reduzidos. Para o grupo 3 houve a presença de uma fina camada de debris sobre a superfície impedindo a exposição da matriz dentinária, independente da umidade mantida. Já para as amostras condicionadas e úmidas houve a presença de túbulos dentinários expostos, entretanto não eram tão definidos como o grupo das amostras fraturas (G1). No G4 a superfície mostrou-se alterada alternando regiões com a presença de porosidades com regiões que houve uma obliteração das fibras colágenas nos túbulos dentinários. Os autores concluíram que a permeabilidade dentinária tem uma grande importância para a adequada infiltração e, conseqüentemente, uma união efetiva .

SANO *et al.*, em 1994a, estudaram a infiltração marginal entre a interface resina/dentina através da criomicroscopia eletrônica de varredura e utilização do corante de nitrato de prata. Foram utilizados 10 dentes bovinos, os quais apresentaram restaurações classe V na região cervical. As cavidades foram condicionadas com ácido fosfórico a 37% durante 40s, lavadas por 15s e secadas por 10s. Foi aplicado o sistema adesivo Clearfil PhotoBond e o compósito odontológico Photo Clearfil Brighth. Das dez cavidades, em 5 foram realizados os preparos para a criomicroscopia e 5 foram coradas com uma solução aquosa de nitrato de prata durante 24horas, imersas em uma solução reveladora e metalizadas com ouro para a análise em microscópio eletrônico de varredura. As imagens mostraram uma excelente adaptação marginal do material com as paredes cavitárias, não apresentando fendas. Entretanto, o corante de nitrato de prata apresentou uma penetração entre a camada híbrida e entre a resina e a dentina, sem a presença de fendas marginais. Os autores concluíram que o monômero do sistema adesivo Clearfil Photo Bond não foi capaz de penetrar totalmente na dentina desmineralizada após o tratamento ácido, deixando assim uma zona porosa por entre a camada híbrida, a qual serviu de passagem para o corante.

SANO *et al.*, em 1995b, examinaram a microinfiltração na camada híbrida através das microscopias eletrônicas de varredura (MEV) e transmissão

(MET). Foram utilizados dentes humanos, sendo obtidos pares de discos dentinários apresentando 1-1,5mm de espessura. Os discos de dentina foram condicionados com ácido fosfórico a 10% durante 10s, lavados e secados. Os sistemas de união utilizados foram o All-Bond 2 e o Clearfil Liner Bond System, sendo restaurados com compósito odontológico e armazenados em água destilada por 24h. Os espécimes foram seccionados perpendicularmente à área de união, sendo metade utilizada para a MEV e a outra para a MET. As amostras foram recobertas com esmalte, deixando 1mm aquém da restauração sem a proteção do esmalte, e imersas em corante de nitrato de prata durante 24 horas. Os preparos para a observação das microscopias foram realizados e os resultados demonstraram que em ambos os sistemas de união houve infiltração do corante na camada híbrida, demonstrando a presença de porosidades. Os autores concluíram que é importante a determinação da localização e morfologia destas porosidades, as quais podem permitir a hidrólise do colágeno e degradação dos monômeros presentes nos sistemas de união.

SANO *et al.*, em 1995c, examinaram a migração do nitrato de prata na interface adesiva utilizando-se cinco sistemas de união. Para isso, foram utilizados 35 terceiros molares humanos. Cavidades classe V foram preparadas e restauradas com os sistemas de união All-Bond 2, Superbond C & B,

Scotchbond Multi-Purpose, Clearfil Liner Bond System e KB-200 (experimental). As cavidades foram restauradas com compósito odontológico Silux em incremento único. As amostras foram seladas com esmalte, deixando livre 1mm ao redor da restauração. As amostras foram imersas em solução corante de nitrato de prata por 24h, lavados e deixados em uma solução reveladora por 8h. Secções de 5mm de espessura foram realizadas longitudinalmente no centro da restauração. Através das microscopias eletrônicas de varredura foram calculadas as porcentagens totais das áreas infiltradas pelo corante na superfície dentinária. Os resultados demonstraram que não houve a presença de corante ou a formação de fendas nas margens localizadas em esmalte, porém, nas margens em dentina, a penetração do corante foi observada. A microinfiltração para os sistemas de união, em ordem decrescente, foi: All-Bond 2, Superbond C&B, Scotchbond Multi-Purpose, Clearfil Liner Bond System e KB-200. Os autores classificaram esse tipo especial de microinfiltração, que se caracteriza por apresentar uma zona porosa na camada híbrida sem a formação de fendas marginais, como nanoinfiltração.

BURROW *et al.*, em 1996, avaliaram após três anos a resistência ao cisalhamento de sistemas de união com e sem a aplicação do ““primer””. Para isso, foram utilizados dentes bovinos, os quais tiveram o esmalte desgastado com lixas abrasivas, expondo a superfície dentinária. As áreas adesivas foram

delimitadas com papel adesivo perfurado, apresentando um diâmetro de 4mm. As superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 37% durante 40s, posteriormente lavadas e secadas (sem que ocorresse a desidratação). O “primer” foi aplicado à dentina, permanecendo durante 60s e os espécimes foram restaurados com o sistema adesivo Clearfil Photobond, recebendo uma fina camada de Protect Liner, e compósito odontológico Photo Clearfil Brigh. O grupo controle foi preparado da mesma forma que o primeiro grupo, entretanto não recebeu a aplicação do “primer”. Os valores de resistência adesiva foram avaliados nos tempos 1 dia, 1 mês, 3 meses, 6 meses, 1 ano e 3 anos. Cada grupo apresentou 10 amostras. Os resultados demonstraram que houve uma pequena diminuição dos valores de resistência ao cisalhamento no grupo controle após 3 anos, porém para o grupo que foi aplicado o “primer” uma diminuição significativa foi observada ($p < 0,05$). Os valores apresentados para o grupo Controle foram menores (5,2 MPa) que o grupo que utilizou o “primer” (10,6 MPa) após 1 ano ($p < 0,01$). Mas após 3 anos os valores de resistência de união foram similares entre si. O grupo Controle ocorreu apenas fraturas adesivas. As fraturas no grupo que utilizou o “primer” foram coesivas em dentina inicialmente, mas após 1 ano as falhas foram na base da camada híbrida. As microscopias eletrônicas de varredura demonstraram a presença da camada híbrida no grupo que utilizou-se o “primer”, entretanto para o grupo Controle houve uma infiltração mínima do monômero resinoso. Os

autores concluíram que o uso do "primer" possibilita a obtenção de valores de união altos em um período curto de tempo.

2.2 TRATAMENTOS DENTINÁRIOS COM NaOCl PARA REMOÇÃO DE COLÁGENO

WAKABAYASHI *et al.*, em 1994, avaliaram o efeito da dissolução e remoção do colágeno na resistência adesiva inicial e na durabilidade da união em dentina, através do teste de tração. Foram utilizados dentes humanos, armazenados em soro fisiológico ou água destilada. As superfícies oclusais foram seccionadas e polidas com uma lixa abrasiva de granulação número 600. O G1, considerado grupo Controle, foi aplicado ácido fosfórico a 40 % por 30s. No G2, após a realização dos mesmos procedimentos do G1, utilizou-se NaOCl a 10% durante 60s. No G3, o NaOCl foi aplicado durante 120s e no G4 o condicionamento ácido foi aplicado durante 60s e o tratamento com hipoclorito de sódio foi semelhante ao G3. Um cilindro de metal, de 4mm de diâmetro, foi cimentado à dentina, utilizando-se o sistema adesivo Clearfil New Bond e o cimento Panavia EX. As amostras foram estocadas em água destilada, durante 24 horas, e o teste de tração realizado em uma velocidade de 2mm/min. Os resultados demonstraram aumento da resistência adesiva para os espécimes tratados com NaOCl quando

comparados ao grupo Controle. Os melhores resultados foram para o G4. A resistência adesiva foi examinada após 2500, 5000 e 10000 ciclos térmicos entre 4 e 60°C. Os espécimes tratados com NaOCl apresentaram os valores mais altos de união, embora tenha havido um decréscimo de valores com o aumento dos ciclos térmicos para todos os grupos. Sendo assim, os autores sugeriram a relação da quantidade de colágeno superficial com os valores de resistência adesiva.

BARBOSA et al., em 1994, pesquisaram os efeitos do NaOCl na integridade e permeabilidade dentinária. Foram selecionados 80 segmentos de dentes aleatoriamente divididos em 4 grupos. Os fragmentos foram desidratados por 12 horas e pesados. Um grupo apresentando 20 fragmentos de dentes foi submerso em NaOCl a 5% durante 24 horas. Em um segundo grupo, foi realizado o mesmo tratamento do primeiro, porém foram tratados com hidróxido de hidrogênio a 35% por 24 horas. O terceiro grupo foi considerado controle positivo, sendo colocados em ácido nítrico 5% (pH=0,5) e, como grupo Controle negativo, 20 espécimes foram imersos em água destilada. As amostras foram secadas, novamente, durante 12 horas e pesadas. As condutâncias hidráulicas foram medidas. Os autores relataram que o uso de NaOCl resultou em um aumento da permeabilidade, sendo esses

que o colágeno foi removido. A análise em MEV mostrou que no G1 houve falha adesiva na camada híbrida ou entre esta e a resina. Já os G2 e G3 se caracterizaram, predominantemente, por apresentarem falhas coesivas na resina, através de fraturas na base dos “Tags”. Também foi avaliada a influência da dissolução do colágeno na adaptação marginal das restaurações. Os resultados demonstraram que os grupos em que o colágeno foi removido não foram estatisticamente diferentes entre si, porém o grupo Controle apresentou performance significativamente melhor. Esse fato foi atribuído pelo baixo módulo de elasticidade da camada híbrida, a qual funcionaria como uma área absorvedora de tensão, ocorrido durante a contração de polimerização da resina.

GWINNETT *et al.*, em 1996, demonstraram a importância da rede de colágeno na resistência adesiva de restaurações em dentina. Análises em MEV e MET foram utilizadas para demonstrar as interfaces adesivas tanto com formação da camada híbrida, quanto sem a formação da mesma. Foram analisados 4 grupos contendo 10 dentes. Destes grupos 2 foram considerados grupos controles e 2 grupos experimentais. Os grupos Controles utilizaram o condicionamento com ácido fosfórico a 10% e a solução 10: 3, durante 10s, respectivamente. Nos grupos experimentais, após o condicionamento dentinário, a mesma foi tratada com a enzima colagenase tipo II, em uma

concentração de 0,1%, durante 6 horas de digestão. Para a realização das restaurações foram utilizados os sistemas All Bond 2 / Bisfill e Amalgambond / Epic. Após 24 horas de imersão em água a 37°C, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de cisalhamento a uma velocidade de 0,5mm/min. Os resultados não mostraram diferenças significativas entre os grupos. As análises microscópicas mostraram uma superfície dentinária irregular com uma grande quantidade de porosidade, bem como a ausência de uma zona híbrida, nos grupos experimentais. O colágeno não contribuiu na resistência adesiva dos materiais testados. Dessa forma, sua remoção não aumentou os valores de união, quando os materiais foram utilizados segundo as recomendações do fabricante.

VARGAS *et al.*, em 1997, avaliaram o efeito da aplicação de uma solução de NaOCl a 5%, por 2 min, na resistência adesiva em dentina. As superfícies mesiais e distais de 28 terceiros molares humanos foram desgastadas e polidas para a exposição da dentina. Os dentes foram divididos, aleatoriamente, em 4 grupos (n=14), sendo utilizados os sistemas de união Scotchbond Multi-Purpose (SBMP) e o All-Bond 2 (AB2). Os corpos-de-prova foram restaurados com o compósito odontológico Z-100 e armazenados por 24 horas em água destilada a 37° C. Foram realizados 300 ciclos térmicos entre 5 e 55°C e o teste de Cisalhamento foi conduzido na velocidade de 5mm/min.

Os resultados foram analisados pelos testes ANOVA e Duncan a um critério, os quais demonstraram que o uso de NaOCl resultou em uma aumento da resistência adesiva para o AB2, enquanto que para o SBMP não houve diferenças significativas entre o grupo tratado com NaOCl e o grupo Controle. A análise da interface adesiva em MEV revelou a presença da camada híbrida para o tratamento convencional com ácido fosfórico e a sua ausência quando o NaOCl foi utilizado. Foi concluído que uma melhor união pode ser conseguida através da remoção do colágeno, o que facilitaria a difusão da resina para o interior da dentina desmineralizada; entretanto, o aumento da resistência adesiva pode ser obtido somente para alguns materiais.

INAI *et al.*, em 1998, avaliaram o efeito da remoção do colágeno na resistência ao cisalhamento de 5 sistemas de união aplicados à dentina. Foram testados os adesivos Prime & Bond 2.1, One Step, SBMP Plus, Single Bond, e o TMG-8 (adesivo experimental). A dentina foi tratada com H_3PO_4 (grupo Controle), NaOCl a 13%, por 2 min, ou H_3PO_4 seguido de NaOCl a 13%, por 2 min. Houve um aumento na força adesiva para o sistema adesivo Prime & Bond 2.1 quando aplicado em dentina sem colágeno (tratada com H_3PO_4 e NaOCl) em comparação com os outros tratamentos, os quais não diferiram entre si. Para o sistema One Step, o tratamento somente com NaOCl reduziu a força de união, enquanto que a remoção do colágeno não interferiu na união. Os

sistemas SBMP Plus e Single Bond apresentaram redução nos valores de união da dentina desproteinizada. Os autores concluíram que a remoção do colágeno resultou em aumento da resistência adesiva para o material à base de acetona, Prime & Bond 2.1.

PIOCH *et al.*, em 1999, analisaram o efeito da remoção do colágeno da dentina humana através da utilização de NaOCl a 10%, durante 60s na resistência à tração dos sistemas de união Syntac (Ivoclar-Vivadent), Gluma CPS (Bayer Dental) e Prime & Bond 2.1 (Dentsply De Trey). As interfaces adesivas produzidas com e sem a aplicação do NaOCl foram observadas em MEV e microscopia de varredura a laser. A remoção do colágeno reduziu significativamente a resistência adesiva para os materiais que continham água como solvente (Syntac e Gluma CPS). Para o adesivo à base de acetona (Prime & Bond 2.1), ocorreu um aumento significativo nos valores de união. Os autores argumentaram que devido à alta volatilidade, a acetona pode deslocar a água da superfície dentinária com maior facilidade e levar os monômeros resinosos até os espaços nanométricos e anastomoses, criados pelo agente desproteinizante (NaOCl). A formação da camada híbrida ocorreu apenas nos grupos tratados com ácido, os quais apresentaram “tags” volumosos, com a presença de carga no seu interior, assim como os grupos desproteinizados.

TOLEDANO *et al.*, em 1999, demonstraram as mudanças provocadas pela utilização de NaOCl, na rugosidade e capacidade de molhamento da dentina pela água ou por um “primer”. Foram obtidas superfícies planas de dentina superficial e profunda, na face oclusal, de vinte terceiros molares. Essas superfícies foram polidas com lixas abrasivas de carboneto de silício nº 600. Quantidades pré-estabelecidas de água deionizada ou “primer” (SBMP Plus) foram gotejadas nas superfícies dentinárias após os seguintes tratamentos: Dentina planificada sem tratamento (grupo Controle – presença de “smear layer”); dentina condicionada com H₃PO₄ a 35% por 15s; o mesmo tratamento dentinário descrito foi realizado seguido da desproteinização com NaOCl a 5% durante 2 min. O ângulo de contato foi medido através de um programa de análise de imagens e a rugosidade foi determinada com um perfilômetro. O condicionamento ácido resultou em maior capacidade de molhamento da dentina pelo “primer” ou pela água, devido um aumento na rugosidade superficial e abertura dos túbulos dentinários. Em dentina superficial, a remoção do colágeno aumentou a capacidade de molhamento, quando comparado com o grupo controle (sem tratamento); entretanto, foi semelhante ao grupo condicionado. Já para dentina profunda, o grupo tratado com NaOCl apresentou um ângulo de contato significativamente menor que o grupo condicionado. O ângulo de contato, em dentina profunda, foi sempre menor do que a formada em dentina superficial. Com relação à rugosidade superficial, o condicionamento ácido aumentou a rugosidade tanto em

dentina superficial quanto em dentina profunda. Em dentina superficial, a desproteção não afetou a rugosidade, quando comparada com o grupo Controle. Entretanto para a dentina profunda, a remoção de colágeno apresentou rugosidade semelhante ao grupo condicionado. A rugosidade em dentina superficial foi menor do que em dentina profunda. Os autores sugeriram que os resultados obtidos estão em função da existência de maior número de túbulos, na região dentinária mais profunda e, conseqüentemente, uma difusão lateral do “primer” nas paredes destes pode ocorrer em adição à difusão vertical, que ocorre na dentina superficial. Foi concluído que mais pesquisas devem ser realizadas para um melhor esclarecimento dos benefícios da remoção das fibras colágenas para a melhora da união e do selamento marginal.

PERDIGÃO *et al.*, em 1999, avaliaram a ultramorfologia da dentina superficial e profunda após o condicionamento com ácido fosfórico a 35% e o uso de NaOCl a 5% durante 2min, após o condicionamento ácido prévio. Para isso, dois discos dentinários (superficial e profundo) foram obtidos de cada 10 terceiros molares humanos. A dentina foi polida com papel abrasivo de carbonato de silício de granulação 600, durante 1min. Os espécimes foram mantidos úmidos e analisados em microscópio de força atômica (MFA). Metade dos espécimes (5 discos dentinários superficiais e 5 profundos) foram

desproteinizados esfregando 5% de NaOCl à superfície, sendo lavados por 30s com água destilada. Após a análise em MFA, todos os discos dentinários foram fixados por uma solução de glutaraldeído e paraformaldeído, desidratados em álcool e secados ao ponto crítico. Os espécimes foram montados em “stubs” de alumínio para a análise em microscópio eletrônico de varredura de emissão de campo (FEISEM). Os resultados demonstraram que os espécimes tratados com ácido fosfórico apresentaram em sua superfície uma camada granular de sílica, a qual não alcançou a área do colágeno peritubular. A sílica se distribuiu mais uniformemente na dentina superficial do que na dentina profunda. Além da deposição de sílica, as porosidades intertubulares se mostraram obstruídas. Em uma vista lateral, a dentina intertubular foi desmineralizada em uma profundidade entre 2 a 2,5 μ m para a dentina superficial e 2,5 a 3 μ m para a dentina profunda. A desproteinação com NaOCl a 5% removeu o colágeno exposto tanto na dentina superficial quanto em dentina profunda. Esta superfície sem colágeno apresentou um extenso labirinto de túbulos laterais secundários e anastomoses, principalmente na região intertubular e peritubular da superfície dentinária. Este fenômeno diminuiu a área de dentina intertubular quando comparado com os espécimes condicionados. Na dentina profunda desproteínizada, a anastomose dos túbulos não foi observada tão frequentemente na área intertubular, mas foi facilmente observada na região peritubular. Os autores concluíram que a desproteinação promoveu uma dentina com uma ultramorfologia complexa

de transição quando comparada com a dentina desmineralizada e a dentina intacta. Este labirinto de túbulos secundários pode ser responsável pelos valores de união obtidos com os sistemas de união atuais de condicionamento total.

PRATI *et al.*, em 1999, avaliaram os efeitos de uma solução de NaOCl na remoção da camada desmineralizada através da análise morfológica da camada híbrida e da resistência de união ao cisalhamento com diferentes tratamentos dentinários. Foram utilizados terceiros molares humanos. Discos dentinários foram obtidos e polidos com lixas abrasivas de granulação 600, sendo utilizadas dentina superficial e dentina profunda. Os discos foram tratados com H₃PO₄ a 35% por 20s, sendo considerados como grupo Controle (tratamento A); o tratamento B foi aplicada uma solução de NaOCl a 1.5% por 2 min, após a realização do condicionamento ácido; no tratamento C, foram realizados os mesmos procedimentos que o tratamento anterior entretanto não foi realizado o condicionamento prévio da dentina; e por último, no tratamento D, os mesmos procedimentos do tratamento C foram realizados, entretanto, utilizou-se uma solução de NaOCl a 10% durante 120 horas, para a remoção total das fibras colágenas. Os sistemas de união utilizados foram o Optinbond FL, Prime & Bond 2.0, Scotchbond MP Plus e Single Bond. As micrografias demonstraram que as fibras colágenas foram removidas com o tratamento com NaOCl. O tamanho e o diâmetro dos túbulos dentinários e o número de

canais laterais aumentaram com o tratamento com o agente desproteinizante. O NaOCl aplicado na “smear layer” não alterou a morfologia dentinária. Os “tags” de resina apresentaram um diâmetro maior após o condicionamento e desproteinização se comparado apenas com a desmineralização do condicionamento ácido. A camada híbrida foi observada apenas nas amostras que não foram desproteinizadas. Os tratamentos que apresentavam condicionamento/ NaOCl obtiveram resistência ao cisalhamento menores quando utilizaram os sistemas de união Scotchbond MP plus e Single Bond, mas para os sistemas de união Optibond FI e Prime & Bond 2.0 houve aumento dos valores de cisalhamento quando comparados com os grupos apenas condicionados. O tratamento D produziu uma infiltração da resina na dentina mineralizada que foi designada de camada híbrida reversa. Os autores concluíram que o uso do NaOCl demonstrou melhora nos valores de união para alguns sistemas de união, além de apresentar a formação de uma camada híbrida reversa, podendo ser um novo mecanismo de retenção. Entretanto, este mecanismo ainda não é recomendado para o uso clínico, porém pode ser uma nova maneira de se obter a união da resina.

BEDRAN de CASTRO *et al.*, em 2000, estudaram a influência da remoção do colágeno na resistência ao cisalhamento de três sistemas de união de frasco único. Para isso, foram utilizados 120 incisivos bovinos,

armazenados em 2% de formaldeído, e polidos com lixas de óxido de alumínio com granulações de número 320 a 600. Os dentes foram divididos em 6 grupos aleatórios (n=15). As áreas adesivas foram pré-determinadas com papeis adesivos perfurados no centro, cuja a perfuração apresentava 3mm de diâmetro. O G1: foi condicionado com ácido fosfórico 37% (SDI), durante 15s, lavados e tratados com uma solução de 10% NaOCl durante 60s. Foi utilizado o sistema adesivo Bond One, confeccionando-se um cilindro de resina Z100, sendo polimerizado por incrementos. G2: realizou-se os mesmos procedimentos do grupo anterior, porém sem a utilização do pré-tratamento com NaOCl. G3: as superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico 37%, lavadas e desproteinizadas com 10% de NaOCl, como o G1. Foi utilizado o sistema adesivo Optibond SOLO, seguindo as recomendações do fabricante. Os procedimentos restauradores foram semelhantes ao G1. G4: foram realizados os mesmos procedimentos do grupo anterior, porém, sem a desproteinação do colágeno exposto. G5: os espécimes foram condicionados, lavados e desproteinizados com o G1, aplicando-se o sistema adesivo Single Bond conforme as recomendações dos fabricantes. G6: os procedimentos foram semelhantes ao grupo anterior, porém sem a desproteinação com a solução de NaOCl. As amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento em máquina universal de ensaio EMIC, apresentando uma velocidade de avanço de 0.5mm/min. As médias em MPa foram analisadas pela análise de variância e teste de Tukey. Amostras adicionais foram preparadas para a observação em

microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os resultados apresentaram um aumento significativo nos valores de cisalhamento para todos os sistemas de união nos grupos em que utilizou-se o NaOCl, exceto para o sistema adesivo Optibond SOLO. O sistema Optibond SOLO não apresentou diferenças estatísticas significantes quando comparados com o grupo sem colágeno. Os sistemas de união não diferiram estatisticamente entre si. Os autores concluíram que a remoção de colágeno pode aumentar os valores de união, dependendo do sistema adesivo utilizado.

SABOIA *et al.*, em 2000, avaliaram os efeitos da remoção do colágeno na resistência ao cisalhamento de dois sistemas de união de frasco único. Foi utilizado como substrato a dentina planificada de terceiros molares. Foram utilizados os sistemas de união Prime & Bond 2.1 e Single Bond. Nos grupos Controle (G1 e G3), após a aplicação do ácido fosfórico a 37%, os adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes, enquanto que nos grupos experimentais (G2 e G4), após o condicionamento ácido foi aplicada uma solução de NaOCl a 10%, por 1min, para remover o colágeno exposto pelo condicionamento ácido. Foram confeccionados cilindros de 3mm de diâmetro e 5mm de altura com compósito odontológico Z100. Após 24 h, em ambiente úmido, foi realizado o teste mecânico de cisalhamento na velocidade de 0,5mm/min. Amostras adicionais foram

preparadas para a observação em MEV. Os resultados demonstraram que a remoção do colágeno resultou no aumento da resistência adesiva para o “primer” a base de acetona (Prime & Bond 2.1), e diminuiu a resistência adesiva quando foi utilizado o “primer” a base de água (Single Bond). A união realizada em superfície com colágeno resultou em valores de união semelhantes para os dois sistemas de união. Os autores relatam que houve uma predominância de falhas coesivas em dentina para os espécimes do grupo com hipoclorito e Prime & Bond 2.1. A análise em MEV demonstrou diferenças morfológicas marcantes entre os espécimes dos grupos tratados e não tratados com hipoclorito de sódio, sendo que apenas nas amostras em que o colágeno não foi removido houve a formação da camada híbrida.

FRANKENBERGER *et al.*, em 2000, compararam a resistência adesiva e a adaptação marginal em restaurações de resina realizadas através da técnica convencional e após o tratamento da dentina condicionada com NaOCl a 5% durante 60s. Para isso, 150 cavidades foram feitas em discos de dentina de terceiros molares humanos e restauradas com os sistemas de união SBMP Plus, EBS, Solid Bond, Prime & Bond 2.1 e Syntac Sprint, em associação com as resinas compostas indicadas pelos respectivos fabricantes. Discos de dentina sem preparo serviram como Controle. Após 24 horas em água e 1150 ciclos térmicos, em banhos entre 5 e 55°C, réplicas foram feitas para a análise

da adaptação marginal em MEV e o teste de "push-out", a uma velocidade de 0,5mm/min, foi realizado. As réplicas foram metalizadas e as interfaces, analisadas com 200 vezes de aumento. A qualidade marginal foi calculada como a razão entre a extensão de margem sem fenda em relação ao perímetro total da cavidade, através de um programa de imagens. O tratamento com NaOCl resultou em decréscimo da resistência adesiva e aumento da quantidade de fendas marginais. Os autores relataram que esses valores mais baixos em relação aos encontrados em testes de cisalhamento de espécimes tratados com NaOCl podem ter ocorrido em função da configuração do teste de "push-out" com relação à direção e distribuição dos túbulos dentinários.

PERDIGÃO *et al.*, em 2000, analisaram o efeito da remoção do colágeno através da aplicação do gel de NaOCl a 10% (AD gel/ Kuraray) na resistência ao cisalhamento de dois sistemas de união de frasco único. Foram usados 80 incisivos bovinos. Os sistemas de união Prime & Bond NT (Dentysply) e Single Bond (3M Dental Products) foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante (grupos Controle) ou após o tratamento da dentina com o gel de NaOCl a 10% por 15, 30 ou 60s (grupos experimentais). Os espécimes foram submetidos a 500 ciclos térmicos (5 - 55°C) e armazenados em água 37°C por 24 horas. O aumento no tempo de aplicação do NaOCl resultou em

decréscimo progressivo dos valores de resistência adesiva, independente do sistemas adesivo utilizado. Para o Single Bond, a aplicação do AD gel por 60s, reduziu em 38% a resistência adesiva em relação ao grupo Controle, enquanto que para o Prime & Bond NT, a redução foi de 31%. Os autores concluíram que a camada de colágeno desempenha um papel importante no mecanismo de união dos materiais testados, através da formação da camada híbrida.

PHRUKKANON S. *et al.*, em 2000, avaliaram a resistência à tração modificando a dentina bovina desmineralizada com 12,5% de NaOCl ou 0,1% (w/w) de colagenase tipo I. A dentina bovina foi desgastada até a exposição da dentina superficial e os dentes foram condicionados com ácido fosfórico a 35%. O NaOCl foi aplicado por 30s, 1 e 2min e a colagenase por 1, 3 e 6h. Nos grupos controles não foram utilizados o tratamento desproteinizante. Antes dos procedimentos de união, as amostras foram levadas ao microscópio de força atômica (MFA). Uma área de 2,3mm de diâmetro foi condicionada e tratada com os agentes desproteinizantes, sendo utilizados os sistemas de união One Coat Bond ou Single Bond, seguindo as recomendações dos respectivos fabricantes. Cilindros de resina foram unidos e o ensaio foi realizado na velocidade de 1mm/min. As micrografias demonstraram uma mudança progressiva na superfície do colágeno com o aumento do tempo do tratamento com NaOCl ou com a colagenase. Os resultados de união

demonstraram que para os dois sistemas adesivos, o uso de 1min de NaOCl e 3h de colagenase, aumenta significativamente os valores de união quando comparado com os grupos controles ou com os demais grupos. A maioria das fraturas foram adesivas com regiões coesivas em resina. Os autores concluíram que os valores de união não são dependentes da espessura da camada híbrida, mas da qualidade desta camada formada.

DI RENZO *et al.*, em 2001, avaliaram as modificações químicas dentinárias provocadas pelo tratamento com NaOCl e o ácido maleico. As modificações químicas foram caracterizadas através do microscópio fotoacústico (FTIRS), com mensuração dos espectros formados. Para isso, foram utilizados fragmentos dentinários de molares humanos, os quais tiveram seus esmaltes removidos, lavados, secados a vácuo e seus espectros mensurados através do FTIRS. As amostras foram imersas em uma solução comercial de NaOCl a 12%, durante 30 min, lavados com água, secadas a vácuos e seus espectros, novamente, medidos. Estas foram expostas na solução (NaOCl) em intervalos de $t= 0, 1/2, 1, 2, 6, 18, 30$ e 48 horas. Para avaliar a ação do NaOCl, após o condicionamento ácido, as amostras foram condicionadas com ácido maleico, durante 2min, lavadas e os espectros medidos. As amostras foram expostas à solução de NaOCl, nos tempos 0, 10 e 30s, 1, 2, 5, e 15min. Após cada intervalo de tempo, os corpos-de-prova foram lavados,

secados e seus espectros medidos. O espectro da hidroxiapatita também foi medido para a comparação com a dentina desproteïnizada. Os resultados demonstraram que os espectros são dependentes do tempo de exposição com o NaOCl. A hidroxiapatita se mostrou insolúvel em NaOCl, para os grupos não condicionados. Após 6 horas imersão em NaOCl sem condicionamento, os discos de dentina mostraram-se mais brilhantes, indicando uma penetração profunda do agente nas amostras, entretanto, não houve uma remoção total do material orgânico nas amostras não condicionadas. Os espectros para as amostras condicionadas com ácido mostraram perda de mineral e a presença de uma área rica em matéria orgânica. Já para as amostras condicionadas e tratadas com NaOCl, durante 10, 30 e 60s mostrou um espectro intermediário quando comparado com as amostras condicionadas e com as amostras condicionadas e tratadas com NaOCl por 2min. Para os espécimes tratados com o agente desproteïnizante por 2min, o material orgânico foi removido. Para este tempo, o espectro mostrou-se semelhante ao da dentina mineralizada. Os tempos superiores mostraram que não houve diferença nos espectros. Os autores concluíram que o tratamento com ácido e NaOCl por 2min, removeu a "smear layer" e apresentou uma composição similar a da dentina mineralizada.

PIOCH *et al.*, em 2001, estudaram a influência na nanoinfiltração em dentina do tratamento com NaOCl. Foram selecionados 40 molares humanos. Os ápices foram selados com resina auto polimerizável e restaurações classe V foram preparadas, apresentando 3x3mm e 2mm de profundidade, sendo localizadas as margens cervicais em dentina ou cimento. Os sistemas de união aplicados foram: Syntac Classic e Gluma CPS sendo restaurados com as respectivas resinas de cada fabricante, ou seja, Tetric para o sistemas adesivo Syntac classic e Pekafile para o Gluma CPS. Dos 40 dentes, 20 foram condicionados com ácido fosfórico a 37% durante 15s e 20 dentes foram tratados com uma solução de NaOCl a 10% por 60s. Os respectivos sistemas de união e resinas compostas foram aplicados e as restaurações foram polidas com discos Sof-lex. As superfícies foram seladas, e os espécimes foram imersos em solução corante de nitrato de prata durante 24h. Os espécimes foram lavados e submersos em uma solução reveladora por 8h. Os dentes foram incluídos em metacrilato e seccionados paralelamente ao eixo axial, separando as restaurações em duas partes. As superfícies foram polidas com lixas de granulações 500, 1200, 2400 e 4000, utilizando-se água como lubrificante. Para as observações em MEV, os espécimes foram secados e montados em “stubs” de alumínio, permanecendo em um dissecador a vácuo, e posteriormente metalizados com ouro. Os resultados demonstraram que todos os espécimes (dos dois sistemas de união), que não foram tratados com NaOCl, apresentaram nanoinfiltração em alguma região. Já para os grupos

tratados com NaOCl não houve penetração estatisticamente significativa. Os sistemas de união apresentaram comportamentos semelhantes. Os autores concluíram que a remoção do colágeno evitou a formação da nanoinfiltração para os materiais testados.

OYARZÚN *et al.*, em 2002, estudaram o efeito da solução de NaOCl a 5%, durante 2min, na estrutura molecular, do colágeno e nas glicosaminoglicanas (GAGs) da dentina mineralizada e desmineralizada. Para isso, foram selecionados pré-molares e molares humanos, de pacientes com faixa etária entre 20 e 25 anos, com indicações ortodônticas de extração. Os dentes foram armazenados em solução salina contendo 0,01% de azida de sódio. Discos dentinários, da porção radicular, foram obtidos (n=40) e aleatorizados em 4 grupos. Sendo o G1: (Controle) tratado com água destilada por 2 minutos, fixados em 10% de formaldeído por 96 horas, e desmineralizados em 5% de ácido fórmico por mais 96 horas. No G2: os discos foram tratados com 5% de NaOCl (Clorox) por 2min, fixados e desmineralizados como no grupo Controle. No G3: foram fixados com formaldeído a 10% e depois tratados com 5% de NaOCl por 2min. E no G4: os discos foram desmineralizados com ácido fórmico, tratados com a solução de NaOCl e depois fixados com formaldeído. Após o tratamento dentinários, as amostras foram processadas através da imunomarcação, para a análise em

microscópio Nikon Microphot-FXA. Os resultados demonstraram que o G1 apresentou colágeno do tipo I de forma uniforme na matriz intertubular. Para G2 houve a presença de bandas com perda de fluorescência. Entretanto, em determinadas áreas a imunofluorescência foi semelhante ao grupo Controle. Já nos grupos 3 e 4, o NaOCl produziu uma perda de imunoreatividade. Dessa forma, os autores sugeriram que a utilização de 5% de NaOCl induziu alterações no colágeno e nas glicosaminoglicanas, destacando o papel da hidroxiapatita na estabilidade da matriz orgânica.

OSORIO *et al.*, em 2002, analisaram o efeito do pré-tratamento dentinário com hipoclorito de sódio (NaOCl), através da análise da capacidade de molhamento (CA), cisalhamento (SBS) e microinfiltração (ML). Também foi avaliado a nanoinfiltração (NL) e a análise das interfaces adesivas através de microscopia eletrônica de transmissão (MET). Para as análises da CA, SBS e ML, terceiros molares humanos foram seccionados em dois níveis diferentes. O primeiro nível foi obtido através do corte de uma dentina superficial e o segundo, de uma dentina profunda. As superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 35% ou com ácido fosfórico a 35% e a aplicação de 5% de NaOCl por 2min. Após o tratamento superficial dentinário, o sistema adesivo Single Bond (3M Dental Products) foi aplicado e as amostras foram restauradas com o compósito odontológico Z-100 (3M Dental Products).

O tratamento com NaOCl demonstrou um aumento da capacidade de molhamento das amostras. Já para o teste de SBS, o pré-tratamento com NaOCl, produziu os menores valores quando comparados com os espécimes tratados com ácido fosfórico. Para os testes ML e NL, os valores foram semelhantes entre os tratamentos com NaOCl e condicionamento ácido. O teste de ML demonstrou que os escores de infiltração foram maiores para as margens gengivais quando comparadas com as oclusais. As observações em MET demonstraram, que o uso de NaOCl não removeu completamente o colágeno, devido a presença de camada híbrida remanescente em algumas regiões. Foi verificado que houve nanoinfiltração ao longo da base da camada híbrida ou entre a camada do copolímero de ácido polialquênico, do sistema adesivo, para ambos os grupos. Os autores sugerem que interações químicas adversas podem ter ocorrido entre o remanescente de colágeno e/ou a dentina mineralizada tratada com NaOCl. Os autores concluíram que não houve vantagens no uso de NaOCl, com o sistema adesivo utilizado.

SABOIA *et al.*, em 2002 avaliaram os efeitos da remoção de colágeno na microinfiltração de dois sistemas de união de frasco único. Os autores selecionaram 40 terceiros molares humanos. Os dentes tiveram suas coroas seccionadas na junção cimento-esmalte e, em cada dente, foram realizados dois preparos, com 2mm de diâmetro e 2mm de profundidade. Os

ápices e as câmaras pulpares foram selados com resina Z100 e as cavidades foram aleatorizadas. Os sistemas de união utilizados foram o Prime& Bond 2.1 e o Single Bond. No G1 (Controle) as cavidades foram condicionadas com ácido fosfórico a 36%, durante 15s, lavadas e feita a hibridização, seguindo as recomendações do fabricante, do sistema adesivo Prime & Bond 2.1. No G2: as cavidades foram condicionadas com ácido fosfórico a 36%, por 15s, lavadas e uma solução de NaOCl a 10%, por 60s, foi utilizada. As cavidades foram hibridizadas como o grupo anterior. Para o G3 (Controle): foram realizados os mesmos procedimentos de condicionamento da superfície dos grupos citados e, posteriormente, aplicado o sistema adesivo Single Bond segundo as recomendações do fabricante. Já no G4 foi utilizada, previamente à aplicação do sistema adesivo Single Bond, uma solução de NaOCl a 10%, durante 60s. Os preparos foram restaurados com resina Z100 e os espécimes submetidos a 5.000 ciclos térmicos (5-55°C), sendo armazenados por 1 ano em água destilada. Os espécimes foram selados com esmalte, deixando 1mm ao redor da restauração sem a proteção. Os mesmos foram imersos em uma solução de azul de metileno por 4h, lavados e a análise da microinfiltração foi realizada em um microscópio óptico, com um aumento de 45 vezes. Os resultados demonstraram que houve uma redução significativa na microinfiltração para o sistema adesivo Prime & Bond 2.1, já para o sistema adesivo Single Bond não houve diferença estatística no grupo que realizou a remoção do colágeno, quando comparados com os grupos Controles. Os

autores concluíram que a remoção do colágeno pode resultar em redução da microinfiltração marginal para sistemas a base de acetona; entretanto, sugere mais estudos para confirmar a efetividade da dentina tratada com hipoclorito de sódio.

2.3 ENSAIO DE MICROTRAÇÃO

SANO *et al.*, em 1994b, avaliaram a relação entre a área de união dentinária com a resistência de união de materiais adesivos. O esmalte oclusal de 20 terceiros molares humanos foi removido com disco diamantado e a superfície dentinária polida com lixa abrasiva com granulação 600. A dentina foi condicionada e restaurada com os sistemas de união: Scotchbond Multi-Purpose, Clearfil Liner Bond 2 e Vitremer, seguindo as recomendações dos respectivos fabricantes. Os dentes foram restaurados, através da confecção de uma “coroa” de compósito odontológico ou ionômero de vidro, apresentando 5mm de altura. Fatias com espessura variando de 0,5 a 3mm foram obtidas através de cortes seriados e entalhes do tipo ampulheta foram realizados nas interfaces adesivas, apresentando de área entre 0,5 x 0,5mm a 3mm x 3mm. Os espécimes foram fixados a um aparato com um adesivo de cianoacrilato e submetidos ao teste de microtração com uma velocidade de 1mm/min. O

padrão de fratura foi observado em microscópio com um aumento de 10 vezes. Os resultados demonstraram que houve relação entre a área adesiva e os valores de resistência de união para todos os sistemas de união avaliados. Os valores de união foram inversamente relacionados com a área adesiva apresentada. Áreas adesivas entre 0,4mm² apresentaram valores de resistência de união de 55 MPa para o sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2, 38 MPa para o sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose e 20 MPa para o Vitremer. Todas as fraturas das interfaces de união foram consideradas adesivas. Os autores concluíram que este teste é capaz de mensurar valores altos de resistência de união sem que ocorressem fraturas coesivas. Também permite reduzir o número de dentes utilizados.

SANO *et al.*, em 1995a, avaliaram a resistência de união, através do teste de microtração, da dentina mineralizada, desmineralizada e a dentina desmineralizada infiltrada pelos monômeros resinosos. Foram utilizados terceiros molares humanos, armazenados em solução salina contendo timol. Fatias da dentina coronária, apresentando 0,5mm de espessura foram obtidas, através do seccionamentos das coroas com disco diamantado e cortadeira metalográfica (ISOMET). Entalhes foram realizados na dentina, com um motor de alta rotação sob refrigeração constante. Para a obtenção das amostras desmineralizadas, as extremidades dentinárias das fatias foram cobertas com 2

camadas de esmalte. As amostras foram imersas em 1L de 0,5M EDTA (pH 7,4), para a desmineralização da sua porção central, sendo esta desmineralização controlada através da mensuração do módulo de elasticidade, sendo que quando este se apresentava com os menores valores, a desmineralização foi considerada terminada. Para as amostras infiltradas por sistemas de união, a dentina foi condicionada e os sistemas de união aplicados foram: Sctochbond Multi-Purpose, Clearfil Photobond, Clearfil Liner Bond, All Bond 2 e superbond C & B. Foram preparadas as fatias, as quais apresentaram uma espessura de 0,6mm e o teste de microtração foi realizado em máquina de ensaio Instron com uma velocidade de 1mm/min. Os resultados demonstraram que alguns sistemas de união, após terem formado a camada híbrida, foi capaz de restaurar e até exceder os valores de resistência à tração da dentina mineralizada. Estes sistemas de união apresentaram um aumento do módulo de elasticidade alcançado os valores iniciais ou ultrapassando os valores da dentina mineralizada. Os autores concluíram que, nas condições experimentais, os resultados demonstraram que a infiltração resinosa foi capaz de reforçar a dentina.

PASHLEY *et al.*, em 1995, realizaram uma revisão literatura dos testes de união para adesivos dentinários, analisando o substrato, as variáveis relacionadas ao condicionamento da dentina, armazenagem e ensaios

mecânicos, sendo discutidas as variáveis que podem influenciar nos resultados. Assim, quando molares inclusos forem utilizados no testes de união, as condições do uso devem ser especificadas, visto que, estes dentes apresentam alta permeabilidade, ao contrário do que ocorre clinicamente, onde a maioria das adesões são realizadas em dentes previamente restaurados ou cariados, e apresentam uma dentina alterada. Abordaram, também, o preparo da superfície da dentina em laboratório com abrasivos variados, sendo difícil de se correlacionar clinicamente. Quanto aos testes foram mencionados os qualitativos e os quantitativos. Os autores descreveram que o cisalhamento é um teste de união fácil de ser realizado, porém com grande tendência de desenvolver componentes de dobramento e com uma distribuição não uniforme de tensões. Os de tração desenvolvem, teoricamente, tensões mais uniformes se houver um alinhamento correto entre as partes. Os autores ainda chamaram a atenção para a necessidade de padronização (que só não é possível no substrato) de vários passos do processo e dos testes.

Em 1998, PHRUKKANON *et al.* estudaram o efeito do formato (cilíndrico ou retangular) e do tamanho da superfície de colagem, sobre a resistência à microtração e a distribuição de tensões de 4 sistemas de união (ScotchBond Multi Purpose, OptiBond FI, OptiBond SOLO e One-Step). Foram

cortados molares humanos no sentido longitudinal em relação ao longo eixo do dente. Uma das metades foi usada para preparar as amostras retangulares, a outra para as cilíndricas. O esmalte foi removido, os adesivos aplicados e cobertos com compósito odontológico, apresentando 9x3mm de área e 5mm de altura. Os conjuntos foram novamente seccionados longitudinalmente e usinados até atingirem o formato de ampulheta, com áreas de 1,1mm², 1,5 mm² e 3,1mm² na interface adesiva. As amostras foram colocadas em garras especialmente confeccionadas para cada tamanho e levadas à máquina de ensaios. Com relação ao formato, os resultados obtidos não detectaram diferenças estatísticas entre os grupos. Com relação a área, os valores obtidos com 1,1mm² foram significativamente maiores que aqueles com 3,1mm² em todos os grupos. Os valores de resistência obtidos com áreas de 1,1mm² e 1,5mm² não foram diferentes estatisticamente.

SCHREINER *et al.*, em 1998, avaliaram a resistência de união à dentina de 5 sistemas de união, comparando os valores de microtração com os de cisalhamento. Após a aplicação do adesivo e do compósito odontológico, os dentes foram cortados no sentido longitudinal, em fatias com 1,0mm de espessura. As laterais das fatias, na região da interface, foram desgastadas, ficando paralelas entre si, até o corpo-de-prova alcançar a área de 1,7mm². Para o teste de cisalhamento foi utilizado um cilindro com 3,4mm

de diâmetro. Na análise de variâncias os valores de resistência obtidos pelo teste de microtração foram significativamente maiores do que os obtidos por cisalhamento. Os tipos de fratura foram observados por microscopia eletrônica de varredura. Para o teste de microtração ocorreram falhas coesivas no próprio adesivo e falhas adesivas entre o adesivo e a resina composta. Já o cisalhamento apresentou um maior número de falhas coesivas.

PHRUKKANON *et al.*, em 1999, avaliaram a influência da estrutura dentinária na resistência de união à microtração de dois sistemas de união. Foram utilizados 22 pré-molares humanos, sendo armazenados em solução salina contendo timol. Os dentes foram aleatoriamente separados em dois grupos e seccionados verticalmente, separando-se o dente em mesial e distal. Metade dos dentes foram utilizados para aderir o material perpendicularmente aos túbulos dentinários e a outra metade para aderir o material paralelamente aos túbulos dentinários. Em cada tipo de orientação dos túbulos dentinários, seis regiões dentinárias diferentes foram utilizadas, sendo elas, a região de cúspide, de fissura, região vestibular, vestibulo-cervical, cervical radicular e na região central da raiz. Os sistemas de união utilizados foram Single Bond e MF-102 (experimental). Os fragmentos foram restaurados com resina composta Silux e Glaze e entalhes nas interfaces adesivas no formato de ampulheta foram realizados. Os espécimes foram levados ao teste de microtração com

uma velocidade de 1mm/min. Os resultados demonstraram que o sistema adesivo Single Bond em dentina radicular média apresentou valores menores do que nas demais regiões dentinárias. Para o sistema adesivo MF-102 não houve diferença estatística entre as diferentes regiões dentinárias. Já o sistema adesivo Single Bond apresentou uma zona porosa na base da camada híbrida. Os valores de união não foram influenciados pela orientação tubular dentinária. Os autores concluíram que a capacidade de penetração na dentina desmineralizada do sistema adesivo Single Bond pode ter sido afetada pela localização da área adesiva.

PEREIRA *et al.*, em 2001, estudaram a correlação entre os testes de microtração e nanoinfiltração de sistemas de união de frasco único e autocondicionantes. Foram utilizados 10 terceiros molares humanos, os quais tiveram a dentina média exposta, com o uso de lixas abrasivas de granulação 600, sob irrigação constante. Os sistemas de união Clearfil Liner Bond 2V e Single Bond foram aplicados na superfície dentinária de acordo com as recomendações dos fabricantes e “coroas” com a resina composta Clearfil AP – X foram confeccionadas. Estas coroas foram seccionadas perpendicularmente às interfaces adesivas, obtendo-se fatias com 0,7mm de espessura. Para a realização do preparo das amostras de nanoinfiltração, fatias alternadas do mesmo dente foram separadas e cobertas com esmalte,

deixando 0,5mm da interface adesiva sem a presença do esmalte. Como grupo controle, fatias sem a imersão em corante foram mantidas em água destilada. As amostras experimentais foram imersas em corante de nitrato de prata a 50% por 1h, e então, colocadas em solução reveladora por 12h. Todas as amostras foram levadas para a realização do teste de microtração, com uma velocidade de 1mm/min. Após as fraturas das amostras, estas foram embebidas em resina epóxica e observadas em microscópio de laser confocal, para a determinação da penetração lateral do nitrato de prata. Os resultados demonstraram que os valores de união para os sistemas de união Clearfil Liner Bond 2V foram semelhantes ($p>0,05$); entretanto, os valores de união para os espécimes corados foram diferentes. Além disso, os autores relataram que não houve correlação entre os valores de união com os valores de nanoinfiltração.

2.4 TÚBULOS DENTINÁRIOS E DENTINA BOVINA

NAKAMICHI I *et al.*, em 1982, estudaram uma possível substituição da utilização de dentes humanos para dentes bovinos nos testes de união, utilizando-se cinco cimentos e dois compósitos odontológicos. O esmalte e a dentina humana foram preparados através do desgaste da superfície

vestibular dos incisivos centrais e da superfície oclusal dos primeiros molares. Já os dentes bovinos foram desgastadas as superfícies vestibulares para a obtenção de áreas de dentina superficial (1,4 –2,1mm de dentina residual) e de dentina profunda (0,2-0,9mm de dentina residual). As superfícies foram polidas com lixa abrasiva de granulação número 600 e um tubo apresentando 5mm de diâmetro e 4mm de altura foi colocado sobre a superfície, sendo a cavidade preenchida com dois compósitos (Adaptic e Clearfil Bond System-F) e os cimentos de policarboxilato (Carlon, Unident, HY-Bond Carbo cement), de ionômero de vidro (Fuji Ionomer Type II F) e fosfato de zinco (Crown, bridge & Inlay cem). Foi realizado o ensaio de tração na velocidade de 0,8mm/min e os resultados demonstraram que o esmalte e a dentina superficial bovinos não foram diferentes estatisticamente quando comparados com os humanos, embora os valores de união serem menores nos dentes bovinos. Os valores de união, em dentina bovina, decresceram consideravelmente com o aumento da profundidade dentinária. Os autores concluíram que a utilização da dentina superficial bovina não difere da dentina humana.

SAKAE *et al.*, em 1988, analisaram as mudanças provocadas pelo tratamento de NaOCl no conteúdo mineral da dentina bovina. Para isso, foram utilizados seis dentes bovinos, os quais tiveram suas coroas seccionadas e a dentina radicular triturada para a obtenção de pó dentinário, sendo o mesmo

obtido 100mg, o qual foi tratado com 300ml de 10% de NaOCl, em temperatura ambiente por 30 min sob leve vibração. O pó foi filtrado através de uma membrana de celulose, lavado com água e secado com ar. O conteúdo de magnésio da solução foi medido através da utilização de um espectrômetro de absorção atômica. Os íons de sódio foram removidos da solução e esta foi evaporada, deixando resíduos, os quais foram dissolvidos em 50ml de água. Os íons de PO_4^{3-} , Na^+ e Mg^{2+} foram extraídos da solução e medidos. Amostras sem tratamento seguiram os mesmos procedimentos de análises. Além disso, foram realizadas análises de diferencial térmico e difração de raio-X para as amostras tratadas com NaOCl e para as amostras controles. Os resultados demonstraram que houve remoção da matéria orgânica das amostras, mudanças na cristalinidade dos cristais dentinários e a formação de calcita após o tratamento. Íons de magnésio e carbonato foram removidos dos cristais dentinários, após o tratamento com NaOCl, ao mesmo tempo que a matéria orgânica foi removida. Desta forma, os autores concluíram que os cristais dentinários remanescentes apresentaram características semelhantes dos cristais do esmalte do ponto de vista cristalográfico.

BURROW *et al.*, em 1994, avaliaram a influência de duas variáveis, sendo elas a profundidade dentinária e grau de mineralização da dentina, no teste de resistência à tração em três sistemas de união. Foram utilizados discos

dentinários de molares humanos sendo separados em “novos” (dentes de pacientes apresentando por volta de 30 anos) e “velhos” (dentes de pacientes apresentando mais que 50 anos), profundos ou superficiais. Os sistemas de união utilizados foram: Scotchbond Multi-purpose, Superbond D-liner e Liner Bond II. O teste foi realizado em máquina universal (AG 500B) a uma velocidade de 2mm/min. Os resultados demonstraram que houve diferença da profundidade e da mineralização somente para o sistema adesivo D-liner. Não houve diferença estatística significativa entre a profundidade, embora os valores da dentina profunda tenderam a ser menor. As observações em MEV demonstraram uma menor espessura de camada híbrida para o sistema adesivo Scotchbond Multi-purpose e Superbond D-liner quando comparados com o Liner Bond II. Os autores concluíram que a qualidade da camada híbrida, assim como a espessura, apresenta o fator mais importante para a obtenção de valores elevados de resistência de união.

MARSHALL *et al.*, em 1997, em uma revisão de literatura, analisaram a estrutura e propriedades do substrato dentinário e suas relações com a união. Foi enfatizado o papel do colágeno e seu reforço mineral, a distribuição desses componentes e sua organização microestrutural relacionados com as propriedades mecânicas em resposta à desmineralização. Os autores concluíram que as variações estruturais da dentina influenciam suas

propriedades e, por conseguinte, os mecanismos de união. A necessidade de mais trabalhos para entender as diferenças entre a dentina e o papel dos processos odontoblásticos no interior dos túbulos dentinários foi realizada. Os autores também enfatizaram os recentes progressos nos métodos disponíveis para o estudo da dentina, o que, sem dúvida, levará ao maior entendimento das propriedades e da estrutura deste tecido.

GIANNINI M *et al.*, em 2001, determinaram a correlação entre a densidade tubular (DT) e a área ocupada de dentina sólida (ADS) de dois sistemas de união na resistência à microtração. As coroas de dentes humanos foram removidas para a exposição da dentina superficial, média e profunda. Os dentes foram distribuídos em três grupos e os sistemas de união Clearfil Liner Bond 2V (LB) e prime & Bond 2.1 (PB) foram aplicados seguindo a recomendação dos fabricantes. Uma “coroa” de compósito odontológico, apresentando 10mm de altura, foi aplicada em incrementos e os corpos-de-prova foram seccionados obtendo-se palitos de 0,7mm² de área transversal. O ensaio foi realizado em máquina de ensaio EMIC DL-500 na velocidade de 0,5mm/min. Após as fraturas, o lado da dentina fratura foi desgastado levemente com papel abrasivo de número 1000, condicionada com ácido fosfórico a 37%, por 15s, e secada com ar. Micrografias em microscópio eletrônico de varredura com ampliações de 1000 e 4000 vezes foram

realizadas para o cálculo da densidade tubular (DT) e a ADS nos espécimes fraturados. Os resultados demonstraram que houve relação direta entre os valores de união e a ADS para os dois agentes de união. O sistema de união PB apresentou uma diminuição nos valores de união quando houve um aumento da DT, já o sistema de união LB não foi sensível as mudanças na DT. Os valores de união do sistema PB foram maiores que os do LB em dentina superficial e média. Em dentina profunda, não houve diferença estatística entre os dois agentes de união. Os autores concluíram que as variações regionais na DT e na ADS podem alterar os valores de resistência da união tanto para sistemas de união convencionais quanto para sistemas de união auto-condicionantes. Além disso, áreas de união com uma ADS mais larga promovem valores mais altos independentemente do sistema de união utilizado.

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos desse estudo "*in vitro*" foram:

- Avaliar a resistência da união à microtração de dois sistemas de união, após os pré-tratamentos dentinários com

Ácido fosfórico e aplicação de solução de hipoclorito de Sódio a 1%, 5% e 10% nos períodos de tempo de 15, 30 e 60s.

- A observação em microscópio eletrônico de varredura do padrão de remoção das fibras colágenas frente aos diferentes tratamentos utilizados.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 ENSAIO DE MICROTRAÇÃO:

4.1.1 SELEÇÃO E PREPARO DOS DENTES:

Foram selecionados 300 dentes bovinos, recém-extraídos e armazenados em uma solução salina 0,9% com timol sob refrigeração à 5°C. Estes dentes foram limpos com lâminas para bisturi nº15, montadas em um bisturi nº 3 (JON), para a remoção de restos de ligamentos periodontais e tecidos moles. O veículo utilizado para o armazenamento dos dentes foi água destilada deionizada, permanecendo em geladeira até a realização dos tratamentos superficiais.

Após a limpeza das regiões coronárias e radiculares, o esmalte vestibular das coroas foi desgastado, em Politriz (Maxigrind, Solotest, 01328000, São Paulo, SP Brasil), empregando-se discos de lixa de óxido de alumínio de granulação 180 com abundante irrigação. O esmalte foi desgastado até a exposição superficial da dentina. Após a exposição superficial dentinária, foram utilizadas as lixas de granulações nº400 e 600 para o polimento e a

formação da “Smear Layer” dentinária. O desgaste vestibular foi orientado pela anatomia dental bovina, tomando-se o cuidado de expor apenas a dentina superficial, como forma de padronização da profundidade dentinária a ser utilizada no experimento (FIG.1). Durante este procedimento, a superfície desgastada, da área a ser utilizada foi avaliada em microscópio ótico EMZ (MEIJI TECHNO, Japão), com um aumento de 10 vezes. Os dentes que apresentaram maior desgaste dentinário e, conseqüentemente, uma menor espessura de dentina remanescente foram descartados.

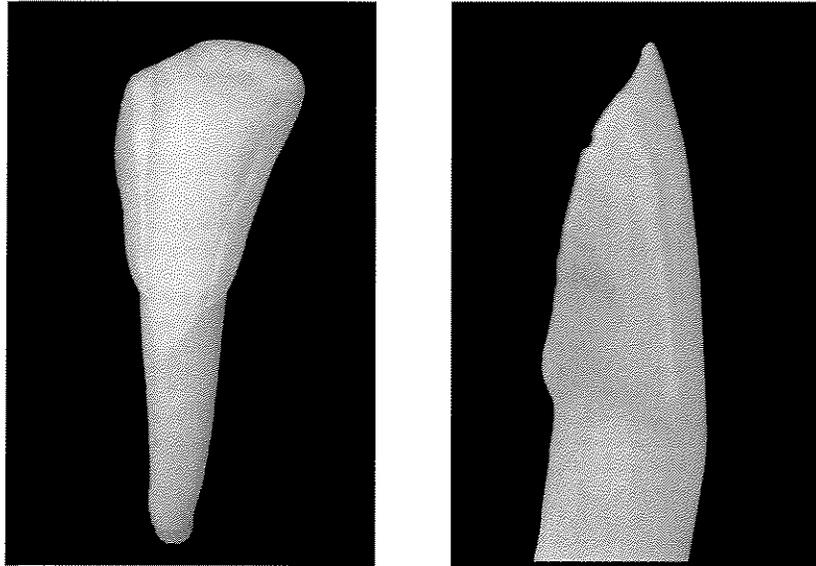


FIGURA 1 - Vista frontal e lateral do dente bovino após a remoção do esmalte vestibular e exposição da dentina superficial.

A área de união da superfície vestibular dos dentes desgastados foi delimitada com o auxílio de um paquímetro digital Mahr 16 ES (Carl Mahr Esseingen GmbH), apresentando uma demarcação de 7 mm de comprimento por 4 mm de largura (FIG.2).

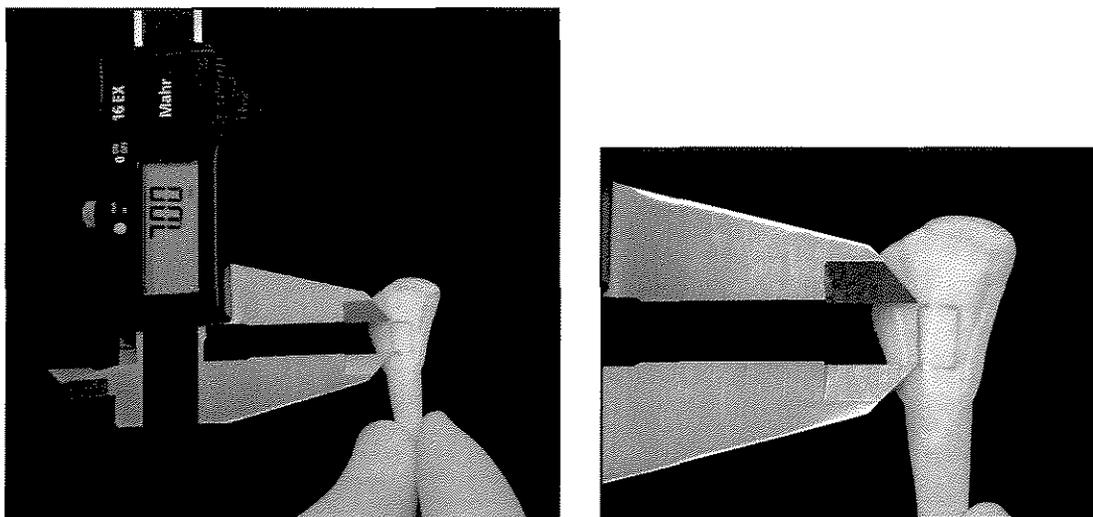


FIGURA 2- Área de união padronizada com o uso de paquímetro digital.

4.1.2 APLICAÇÃO DOS SISTEMAS DE UNIÃO, DAS SOLUÇÕES DE HIPOCLORITO DE SÓDIO E DO COMPÓSITO ODONTOLÓGICO:

Após o preparo dos corpos-de-prova, estes foram distribuídos, aleatoriamente, em 20 grupos ($n=15$), sendo utilizados os sistemas de união Gluma Comfort Bond (Heraeus-Kulzer, South Bend, In 466114, USA) e Bond One (Pentron, Wallingford, CT, 06492, USA) (QUADRO 1).

QUADRO 1- Sistemas de união utilizados no experimento e as características específicas fornecidas pelos respectivos fabricantes.

<i>Sistema de união</i>	<i>Composição</i>	<i>Lote/ validade</i>	<i>Fabricante</i>
Bond One	Metacrilato Acetona Fotoiniciadores Amina Estabilizadores	58608/ 03 2004-	Pentron® Clinical Technologies, LLC
Gluma Comfort Bond	Metacrilato 4-META Fotoiniciadores Glutaraldeído Álcool	25150/ 08 2003-	Heraeus Kulzer® Co.

Cada sistema de união constituiu 10 grupos com 15 dentes em cada grupo (n=15), sendo realizado os tratamentos dentinários conforme mostra o QUADRO 2.

QUADRO 2- Divisão dos grupos com os referidos tratamentos realizados:

<i>Grupos</i>	<i>Condicionamento ácido</i>	<i>Conc sol. de NaOCl</i>	<i>Tempo de aplicação</i>	<i>Sistema de união</i>
G1 (controle)	Ác. Fosfórico (37%)	–	–	Gluma C
G2	Ác. Fosfórico (37%)	1%	15s	Gluma C
G3	Ác. Fosfórico (37%)	1%	30s	Gluma C
G4	Ác. Fosfórico (37%)	1%	60s	Gluma C
G5	Ác. Fosfórico (37%)	5%	15s	Gluma C
G6	Ác. Fosfórico (37%)	5%	30s	Gluma C
G7	Ác. Fosfórico (37%)	5%	60s	Gluma C
G8	Ác. Fosfórico (37%)	10%	15s	Gluma C
G9	Ác. Fosfórico (37%)	10%	30s	Gluma C
G10	Ác. Fosfórico (37%)	10%	60s	Gluma C
G11 (controle)	Ác. Fosfórico (37%)	–	–	Bond One
G12	Ác. Fosfórico (37%)	1%	15s	Bond One
G13	Ác. Fosfórico (37%)	1%	30s	Bond One
G14	Ác. Fosfórico (37%)	1%	60s	Bond One
G15	Ác. Fosfórico (37%)	5%	15s	Bond One
G16	Ác. Fosfórico (37%)	5%	30s	Bond One
G17	Ác. Fosfórico (37%)	5%	60s	Bond One
G18	Ác. Fosfórico (37%)	10%	15s	Bond One
G19	Ác. Fosfórico (37%)	10%	30s	Bond One
G20	Ác. Fosfórico (37%)	10%	60s	Bond One

4.1.3 CONDICIONAMENTO ÁCIDO:

Gluma Comfort Bond:

Os corpos-de-prova dos grupos G1 a G10 foram condicionados com ácido fosfórico a 37%, lote 64960, e validade até 06-2003, (Dentsply Ind. Com. Ltda, 03211602, Petrópolis, RJ, Brasil), durante 15 segundos, lavados com água destilada durante 15s, e secados com papel absorvente, tomando o cuidado para não exercer pressão sobre a superfície dentinária.

Bond One:

Para os corpos-de-prova dos grupos onde foi aplicado o sistema de união Bond One (G11 a G20), as superfícies dentinárias foram condicionadas com ácido fosfórico a 37%, lote 64960, e validade até 06-2003, (Dentsply Ind. Com. Ltda, 03211602, Petrópolis, RJ, Brasil), durante 20s, lavados com água destilada durante 20s, e secadas com papel absorvente, tomando-se os mesmos cuidados acima citados, seguindo as instruções do fabricante. Toda a superfície demarcada foi condicionada, desmineralizando uma área de (4mm X 7mm) .

4.1.4 OBTENÇÃO, MODO DE APLICAÇÃO E LAVAGEM DAS SOLUÇÕES DE HIPOCLORITO DE SÓDIO:

As soluções de NaOCl foram obtidas em laboratório hospitalar (Hospital Fornecedores de Cana da cidade de Piracicaba- SP), apresentando três concentrações diferentes, sendo elas: 1%, 5% e 10%. O pH das soluções foi medido com o auxílio do medidor de pH 210 (RB lab) para a certificação do caráter básico das soluções (Anexo 2). As soluções foram aplicadas na área de união dentinária com o auxílio de pincéis Microbrush, de forma a encobrir toda a área de união, seguindo os tratamentos de cada grupo (QUADRO 2). O tempo de aplicação (15, 30 e 60s) foi marcado por um cronômetro digital (Cássio). Decorrido o tempo de aplicação, a superfície dentinária foi lavada durante 30 segundos e secada com papel absorvente, deixando a dentina úmida para a posterior aplicação dos sistemas adesivos. Nos grupos Controle (G1 e G11) essa etapa de aplicação das soluções de NaOCl não foi realizada, sendo aplicado os sistemas adesivos como preconizado pelos fabricantes (QUADRO 3).

4.1.5 APLICAÇÃO DOS SISTEMAS DE UNIÃO:

Os sistemas de união foram aplicados através de pincéis Microbrush, seguindo as recomendações dos fabricantes (QUADRO 3).

QUADRO 3- Modo de aplicação dos sistemas adesivos utilizados preconizado pelos respectivos fabricantes.

<i>Sistema de união:</i>	<i>Modo de aplicação:</i>
<i>Gluma Comfort Bond</i>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ <i>Aplicar 3 camadas consecutivas do adesivo;</i> ➤ <i>Esperar durante 20s;</i> ➤ <i>Secar levemente com ar durante 5s;</i> ➤ <i>Fotoativar por 20s;</i> ➤ <i>Aplicar a resina composta.</i>
<i>Bond One</i>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ <i>Aplicar duas camadas consecutivas do adesivo;</i> ➤ <i>Secar levemente com ar durante 10s;</i> ➤ <i>Fotoativar durante 10s;</i> ➤ <i>Aplicar mais uma camada de adesivo;</i> ➤ <i>Secar com ar durante 10s;</i> ➤ <i>Aplicar a resina composta.</i>

4.1.6 APLICAÇÃO DO COMPÓSITO ODONTOLÓGICO:

Os corpos-de-prova foram restaurados com resina composta Filtek Z-250 na cor A2 (3M Dental Products, St Paul, MN, 55144-1000, USA)(QUADRO 4), através da confecção de um bloco de resina (FIG.3). A resina foi inserida em 3 incrementos de 1mm cada, com o auxílio de uma espátula n°-1. Cada incremento foi fotoativado por 40 segundos, utilizando-se o aparelho fotoativador Optilux Demetron 501 (Demetron-Kerr Danbury, CT 06810 – 4153, USA), com uma intensidade média de 740mW/cm². A intensidade de luz foi medida a cada 10 amostras preparadas, para a certificação da constância dos valores.

QUADRO 4- Composição do compósito odontológico utilizado.

<i>Compósito odontológico</i>	<i>Composição</i>	<i>Fabricante</i>	<i>Lote/ validade</i>
Filtek Z-250	Zircônia Sílica Bis-GMA UDMA Bis-EMA	3M Dental Products, USA.	2PR / 02-2005



FIGURA 3- Aspecto do dente restaurado com compósito odontológico Filtek Z-250.

Os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada deionizada, em estufa de cultura, modelo 002 CB (FANEM Ltda), a 37°C, até serem fatiados, após 24 horas, e obtidas as áreas de união a serem submetidas ao ensaio de microtração.

4.1.7 OBTENÇÃO DAS FATIAS PARA O ENSAIO DE MICROTRAÇÃO:

Após o armazenamento, a parte coronária dos dentes foi separada da raiz com discos diamantados dupla face (KG Soresen Ind. Com. Ltda, 06465-130, Barueri, SP, Brasil), em baixa rotação (FIG.4) e as coroas foram fixadas com cera pegajosa (Kerr), em um suporte de acrílico, com dimensões de 5 cm x 5 cm x 1cm, para serem fixados à cortadeira metalográfica ISOMET 1000 (Buehler Ltda, Lake Bluff, IL , USA). (FIG.5).

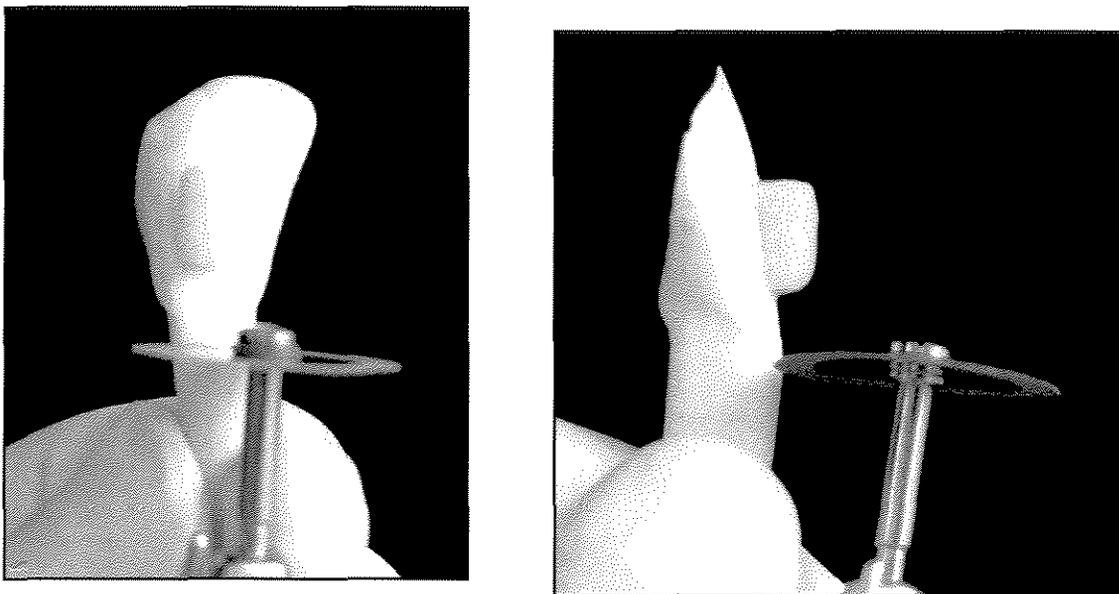


FIGURA 4- Vista frontal e lateral da região do corte radicular.

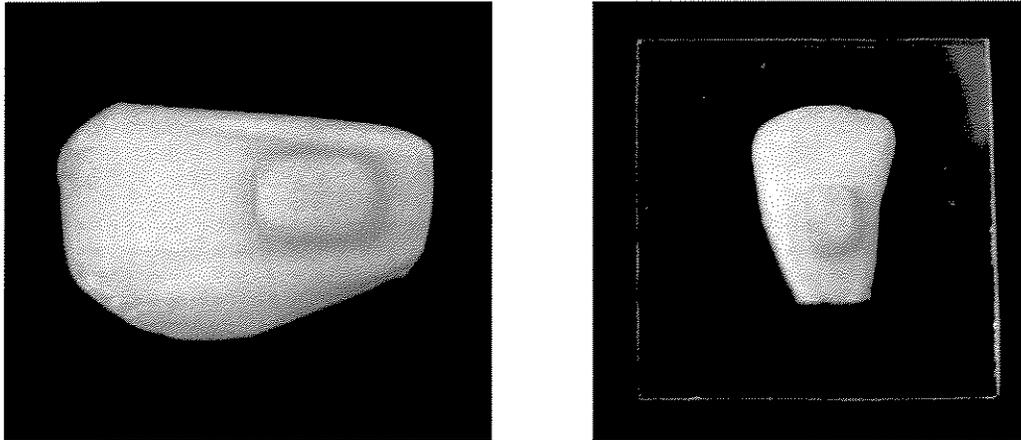


FIGURA 5- Vista do dente cortado e a porção coronária fixada na placa de acrílico.

Foi utilizado o disco de diamante de alta concentração Extec (Erios) com alta concentração, montado em cortadeira metalográfica programada na velocidade de 300 rpm sob irrigação constante com água destilada (FIG.6).



FIGURA 6 – Foto da cortadeira metalográfica ISOMET 1000.

Cortes seriados foram realizados nos sentidos mesio-distal das coroas obtendo-se fatias com espessura de 0,7- 1 mm. Posteriormente, a região lingual dos dentes foi seccionada com discos diamantados dupla face (KG Soresen Ind. Com. Ltda, 06465-130, Barueri, SP, Brasil), em baixa rotação, para a liberação das fatias de resina/ dentina da região vestibular dos dentes, obtendo-se corpos-de-prova em forma de lâminas. De cada dente foram selecionadas 4 fatias. Cada grupo apresentou 15 dentes com 4 fatias por dente (n=15). As fatias das extremidades da restauração eram descartadas, e apenas as fatias centrais foram utilizadas para a realização do entalhe do tipo

ampulheta, padronizando para todos os dentes a região do substrato a ser analisado.

Com uma ponta diamantada 2135 FF (KG Soresen Ind. Com. Ltda, 06465-130, Barueri, SP, Brasil), em alta rotação sob refrigeração constante, foram realizados entalhes na interface de união resina/dentina para a confecção de uma constrição com formato de ampulheta, conhecido como “hourglass” (FIG.7).

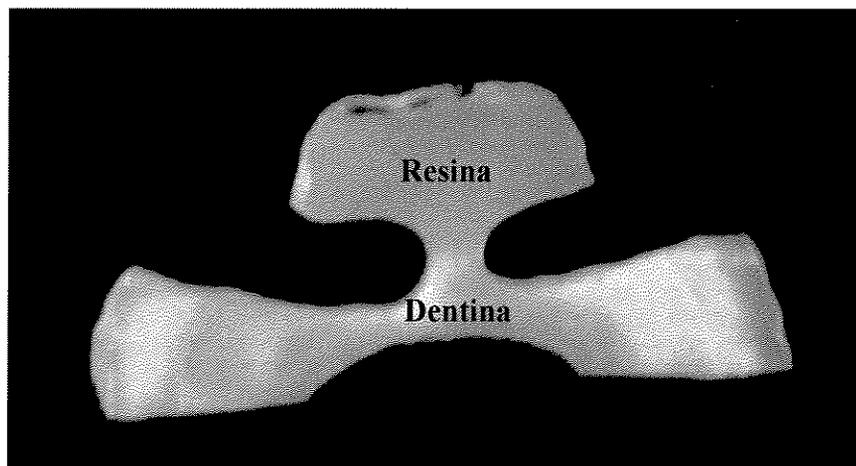


FIGURA 7 – Realização do entalhe do tipo “hourglass”.

A largura da constrição foi medida com o auxílio de paquímetro digital Mahr 16 ES (Carl Mahr Esseingen GmbH), tendo, aproximadamente, de 0,7 a 1,0 mm de largura e, dessa forma, obtendo-se uma área adesiva de no máximo 1 mm² (FIG.7). Os corpos-de-prova foram armazenados em “ependorfs” contendo água deionizada, mantidos em estufa a 37° C, durante 24 horas até a realização do ensaio mecânico.

4.1.8 ENSAIO MECÂNICO

Cada fatia foi individualmente fixada a matrizes bipartidas compostas de acrílico, as quais eram encaixadas no centro de um dispositivo também em acrílico, desenvolvido na Faculdade de Odontologia de Piracicaba, especificamente para a realização do ensaio de microtração. O aparato, MT JIG, se apresenta em processo de patente, junto à FAPESP com número de processo 02/07393-3.

Esse aparato é composto por duas partes: uma base, localizada na parte inferior, que se apresenta fixada por parafusos à máquina de ensaio Universal (EMIC DL 500, São José dos Pinhais, PR, 83020-250, Brasil), e uma

região central composta por uma haste móvel que corre livremente no interior do dispositivo, sendo esta haste fixada, na sua extremidade superior, à célula de carga de 1N para a realização do ensaio de microtração (FIG.8).

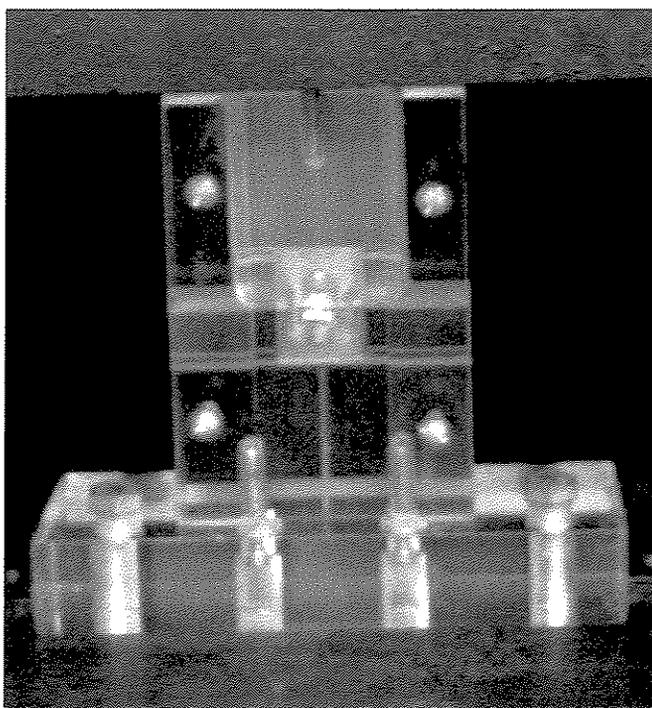


FIGURA 8- Foto do MT JIG em posição.

As fatias foram aderidas às matrizes pelas suas extremidades utilizando-se um adesivo à base de cianoacrilato, Super Bonder gel (Henkel Loctite adesivos), de modo a posicionar a área de união perpendicularmente ao longo eixo da força de tração. O centro de cada matriz apresentava uma

área perfurada com o objetivo de assegurar que nenhum vestígio de cola pudesse escorrer e, dessa forma, interferir nos valores de união da interface de união a ser medida (FIG.9). Para a aceleração da reação do adesivo Super Bonder gel, foi utilizado, com o auxílio de pincéis Microbrush, um monômero catalisador JET acrílico auto polimerizante (Clássico). Este monômero foi aplicado apenas em cima da cola nas extremidades dos corpos-de-prova, tomando-se o cuidado de não deixar o líquido entrar em contato com a área de união de cada espécime colado.

As fatias foram posicionadas de tal maneira que as interfaces de união dos corpos-de-prova ficassem no centro da perfuração da matriz bipartida e perpendiculares à força de tração (FIG.9).

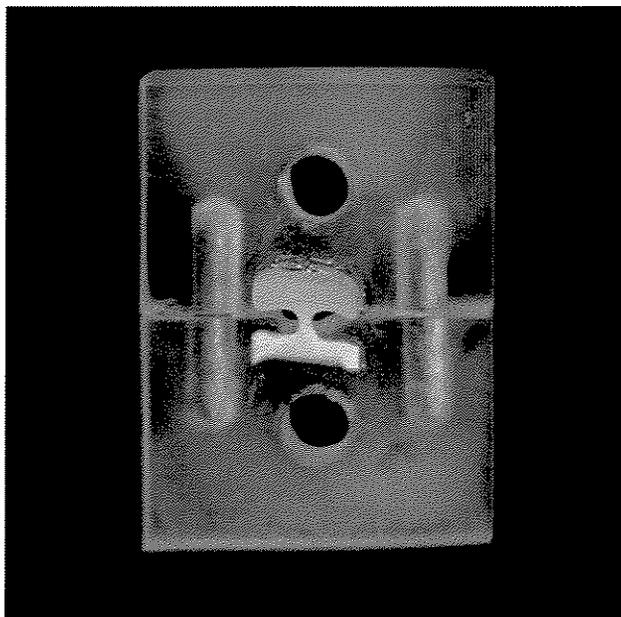


FIGURA 9 – Foto da fatia preparada colada em posição na matriz de acrílico.

As matrizes com os corpos-de-prova colados eram levadas até o aparato, ligado à máquina de ensaio, e encaixadas em sua região central, através de um dispositivo de encaixe “macho e fêmea”, onde a matriz bipartida apresentava uma perfuração em cada extremidade que era fixada em hastes metálicas localizadas uma na haste móvel do aparato e outra na base fixa do mesmo (FIG.10). O ensaio foi realizado em máquina de ensaio Universal (EMIC DL 500, São José dos Pinhais, PR, 83020-250, Brasil), na velocidade de 0,5mm/min .

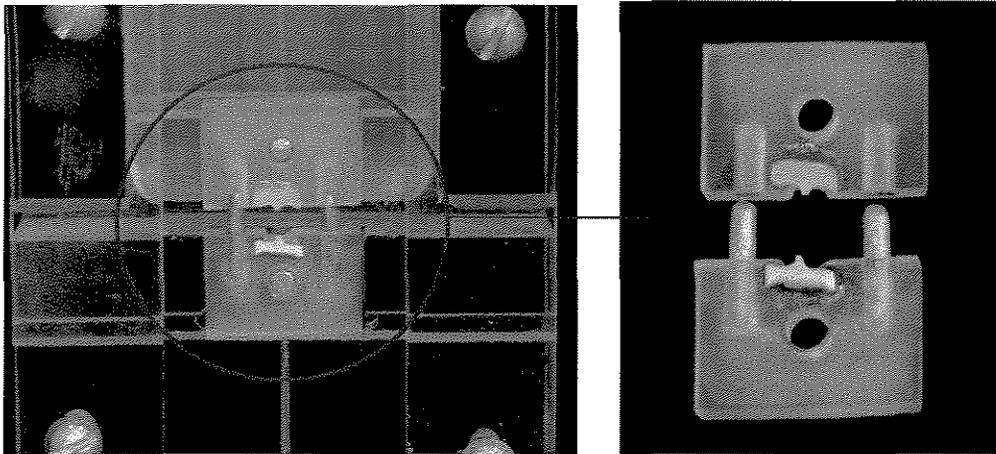


FIGURA 10 – Corpo-de-prova montado no MT JIG, após a realização do ensaio mecânico.

Todo o ensaio foi monitorado por um programa de computador, que estava interligado à célula de carga de 1N na máquina Universal de Ensaio EMIC, em escala de quilograma força (kgf). O programa apresentou na tela um gráfico representativo da carga em função do deslocamento. No momento da fratura, o movimento era interrompido imediatamente e os valores expressos em kgf (Anexo 3).

Tendo sido realizado o ensaio de microtração, as dimensões das secções da interface de união foram medidas com o auxílio de um paquímetro digital, para a obtenção dos valores reais da área de cada espécime. As áreas de união foram calculadas através da seguinte fórmula matemática:

$$A = b \times h;$$

Onde, b = base e h = altura.

Os valores obtidos em kgf, durante a realização do teste de microtração, foram divididos pela respectiva área de cada espécime, obtendo-se o valor em MPa, através da fórmula abaixo:

$$R = \left(\frac{F}{A} \right) \div 9,8$$

Onde, R= força em MPa; F= força em kgf; A= área de união

O padrão da fratura nas interfaces adesivas foi avaliado em microscópio óptico EMZ (MEIJI TECHNO, Japão) com aumento de 50 vezes e classificado em quatro tipos: adesiva, coesiva em dentina, coesiva em resina e mista.

O delineamento experimental utilizado foi inteiramente ao acaso em esquema fatorial: adesivo x concentração de NaOCl x tempo de aplicação (2 X 3 X 3), com dois tratamentos adicionais, sendo estes, os grupos Controle (sem tratamento com NaOCl).

As unidades experimentais constituíram-se de dentes, sendo 15 para cada grupo, com 4 fatias por dente. Cada dente apresentou 4 valores, um

valor por fatia, sendo realizada a média dos valores das fatias para cada dente (n=15). As fatias que foram perdidas durante a colagem ou durante o manuseio no ensaio foram desprezadas. Já para as fatias que apresentaram a perda da restauração durante a confecção do entalhe na interface de união, os valores de união foram considerados zero e somados na obtenção das médias. Os resultados foram analisados por meio da Análise de Variância (ANOVA), em esquema fatorial 2 x 3 x 3, com dois tratamentos adicionais. As comparações dos grupos tratados com NaOCl, em diferentes níveis, com os grupos controles foram realizadas pelo teste de Dunnett ($\alpha = 0,05$). Os graus de liberdade do fator tempo foram desdobrados por meio de regressão polinomial ($\alpha = 0,05$).

4.2 PREPARO DOS CORPOS-DE-PROVA PARA A OBSERVAÇÃO EM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA:

4.2.1 PADRÃO SUPERFICIAL DENTINÁRIO:

Para a realização da análise microscópica da superfície dentinária, os dentes foram cortados em fragmentos e o tratamento com ácido fosfórico e a aplicação das soluções de NaOCl em 1, 5 e 10% nos tempos 15, 30 e 60s foram realizados seguindo os grupos do QUADRO 2 e QUADRO 3, sendo os corpos-de-prova armazenados em “ependorfs” contendo água destilada deionizada, para a manutenção da estrutura protéica quando existentes. Após a realização dos tratamentos superficiais foi realizada a fixação dos corpos-de-prova com aldeído, conhecido como fixador de Karnovsky modificado, o qual é composto de glutaraldeído 2,5%, formaldeído 2,5% em tampão de Cacodilato de sódio 0,05M, pH 7,4 e cloreto de cálcio (CaCl₂) 0,001M. Os corpos-de-prova foram fixados durante 1 hora à temperatura ambiente. Este fixador penetrou nos tecidos, preservando a estrutura celular, devido ao glutaraldeído presente. Este processo de conservação das estruturas se dá através da formação de pontes entre as

moléculas devido aos dois grupamentos aldeídicos nas extremidades, criando assim uma trama tridimensional.

Na pós-fixação os corpos-de-prova foram lavados com 3 passagens de cerca de 10 minutos em tampão de cacodilato de sódio 0,05M, pH 7,4 e posterior imersão em uma solução de tetróxido de ósmio 1% em tampão de cacodilato de sódio 0,05M, pH 7,4. As amostras foram pós-fixadas durante 1 hora em capela à temperatura ambiente. O tetróxido de ósmio funcionou como uma segunda etapa de fixação, graças aos oito grupamentos ativos presente em sua estrutura, que ao reagirem com lipídeos, proteínas, ácidos nucleicos e polissacarídeos, resultam em uma trama tridimensional estabilizando a estrutura dos tecidos.

Realizado o processo de fixação das amostras, as mesmas foram lavadas com água destilada e submetidas à etapa de desidratação em soluções de concentrações crescentes de acetona (30, 50, 70, 90 e 100%), permanecendo cerca de 10 minutos em cada uma.

Ao término da desidratação, os corpos-de-prova foram levados à secagem ao ponto crítico em máquina, modelo CPD 030 (Balzers), com a finalidade de preservar as estruturas tridimensionais, sem que houvesse alterações das amostras. Em seguida, os corpos-de-prova foram fixados em “stubs” com fitas adesivas de carbono para a realização da metalização em metalizador “Super Cool” modelo SCD 050 (Balzers).

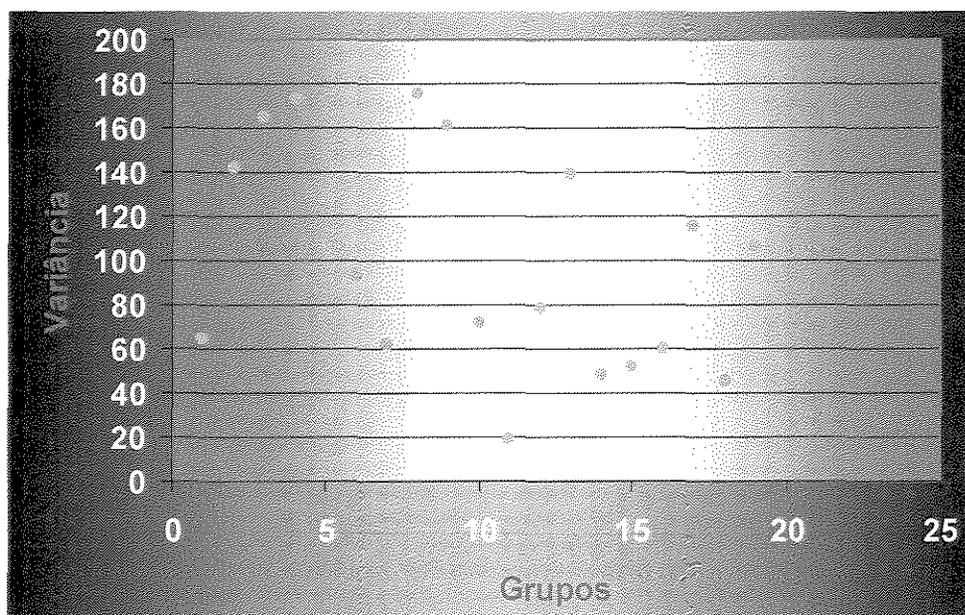
Os corpos-de-prova preparados e metalizados foram levados para a análise ao microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM 5600LV (JEOL/ Japão). Fotomicrografias, em magnitude de 1000X, 3000X e 5000X foram obtidas das regiões mais expressivas das superfícies dentinárias.

5 RESULTADOS

5.1 ENSAIO DE MICROTRAÇÃO

Após obtidos os dados, foram calculadas as variâncias dos grupos para a verificação da normalidade e homogeneidade dos dados como mostra o GRAF.1.

GRÁFICO 1- Variância (MPa^2) em função dos grupos.



Devido à falta de homogeneidade das variâncias e normalidade dos dados, os valores de resistência de união foram transformados em raiz quadrada para a execução da análise estatística, obedecendo as suposições exigidas pelo teste estatístico de análise de variância.

Realizada as transformações dos dados, a análise estatística foi realizada segundo o esquema fatorial 2 x 3 x 3, para análise dos diferentes fatores, como mostra a TAB.1

TABELA1: Análise de variância ANOVA, Fatorial 2x 3x 3 (dados transformados).

Variável	GL	SQ	QM	Valor F	Prob. > F
Ades.	1	0,593	0,593	0,291	0,59679
Conc	2	1,668	0,834	0,409	0,67048
Tempo	2	42,437	21,218	10,410	0,00016 *
Ades*conc	2	4,442	2,221	1,089	0,33844
Ades*tempo	2	4,466	2,233	1,095	0,33646
Conc*tempo	4	16,544	4,136	2,029	0,08976
Ades*conc*tempo	4	9,9196	2,479	1,216	0,30349
Resíduo	252	513,632	2,038		
Total	269	593,704			

Média Geral = 3,588

Coefficiente de variação = 39,781%

A análise de variância demonstrou que não houve diferença entre os sistemas de união e as concentrações de NaOCl, em nível de 5 % de significância. Entretanto, os resultados demonstraram que houve diferença estatisticamente significativa ($p=0.00016$) para a variável tempo de aplicação.

Foi aplicado o teste Dunnett ($\alpha=0,05$) para comparar os grupos que foram tratados com a solução de hipoclorito de sódio, com os grupos Controle dos sistemas de união Gluma Comfort Bond e Bond One. A análise demonstrou que não houve diferença estatisticamente significativa ($\alpha=0,05$) entre os grupos tratados, quando comparados com os controles (Anexo 5).

Para o desdobramento dos graus de liberdade do fator tempo de aplicação foi utilizada a regressão polinomial, como mostra a TAB. 2.

TABELA 2- Regressão polinomial para a variável tempo, realizado no programa SANEST:

Causas da variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	Valor F	Prob.>F
Regressão Linear	1	41,315	41,315	20,270	0,00007
Regressão Quadr.	1	1,121	1,121	0,550	0,53441
Resíduo	252	513,63	2,03		

NIVEIS	MEDIAS OBS.	MEDIAS ORIG.	LINEAR	QUADR.
15s	4,0667	16,5378	4,0070	4,0667
30s	3,6038	12,9876	3,6933	3,6038
60s	3,0959	9,5846	3,0661	3,0959

COEF. DETERMINAÇÃO	0,9736	1,0000
--------------------	--------	--------

Os resultados mostraram que a medida que o tempo de aplicação da solução de hipoclorito de sódio aumentou, as médias dos valores decresceram linearmente.

Os resultados da regressão polinomial foram expressos, em MPa, nos GRAF.2 e 3.

GRÁFICO 2- Resistência de união (MPa) em função do tempo de aplicação para as diferentes concentrações, do sistema de união Gluma Comfort Bond.

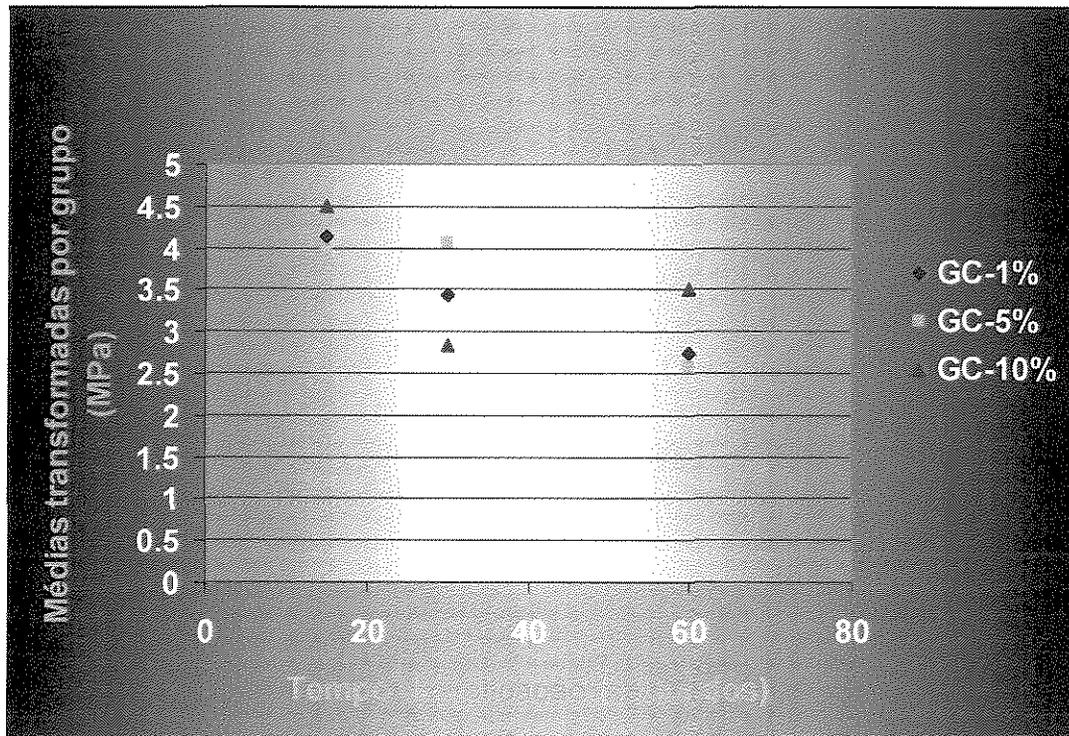


GRÁFICO 3- Resistência de união (MPa) em função do tempo de aplicação para as diferentes concentrações, do sistema de união Bond One.

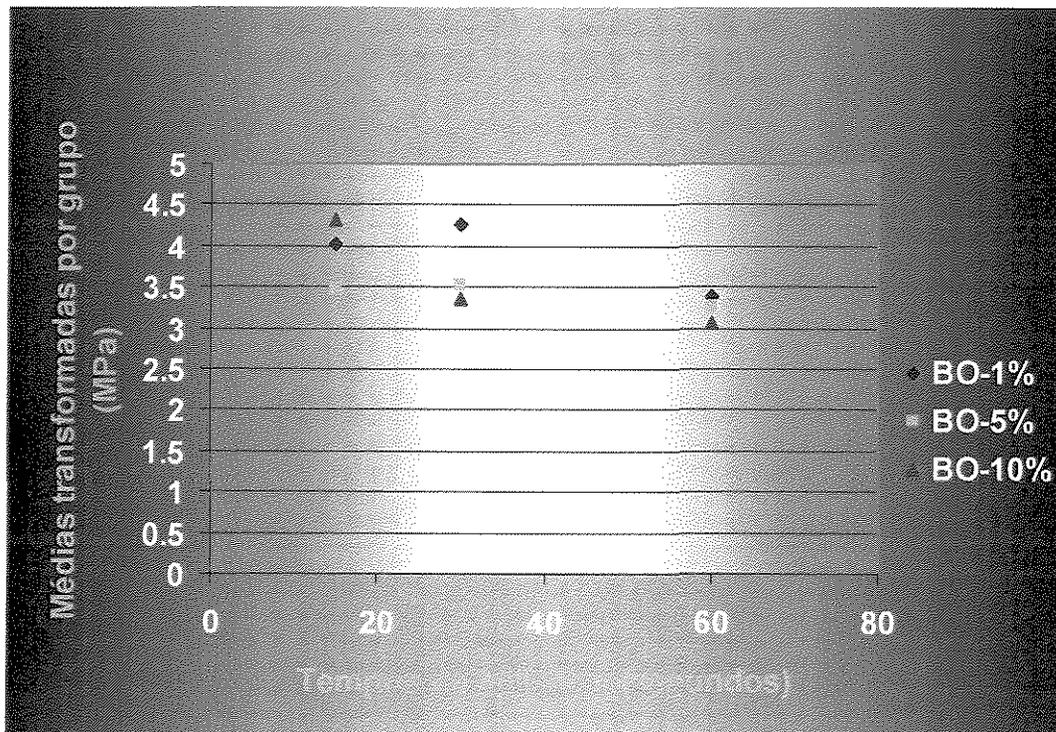
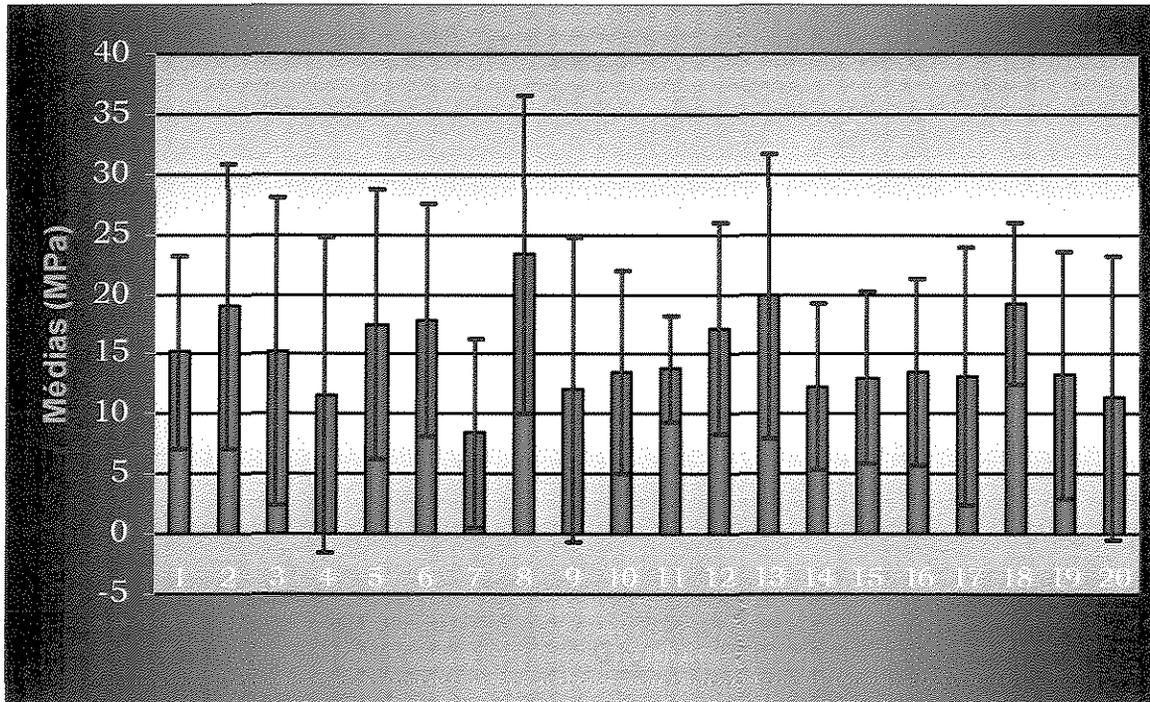


Gráfico 4- Médias originais e desvios padrão (MPa), em função dos grupos.

5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As fotomicrografias demonstraram uma alteração superficial dentinária do padrão de remoção do colágeno em função das diferentes concentrações e tempo de aplicação da solução de NaOCl, como demonstram as figuras de 12 a 20 e o tratamento superficial com ácido fosfórico e conseqüente exposição das fibras colágenas (FIG.11). Quanto maior a concentração de NaOCl uma maior quantidade de colágeno foi removida, fixando-se o tempo de aplicação. Já quando se fixa o fator concentração e aumenta o tempo de aplicação maior é a quantidade de colágeno removida.

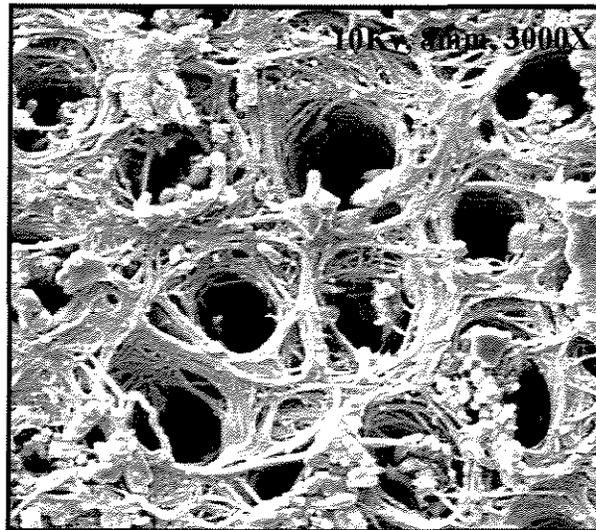


FIGURA 11- ácido fosfórico a 37%, durante 15s.

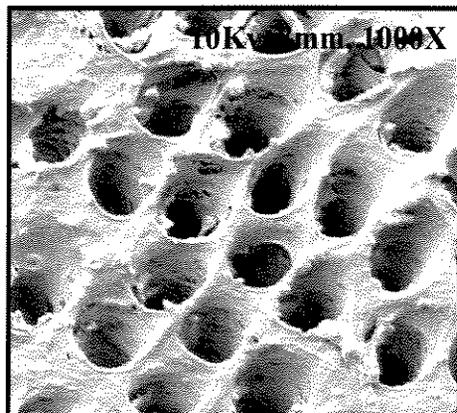


FIGURA 12 - NaOCl a 1%,
durante 15s

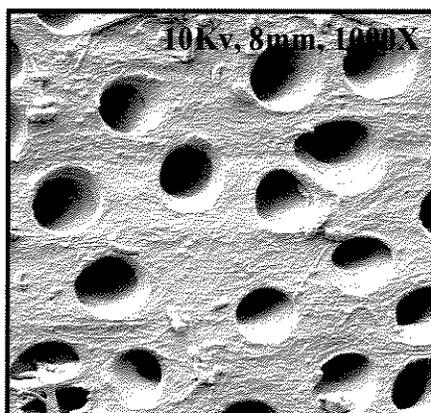


FIGURA 13 - NaOCl a 1%,
durante 30s

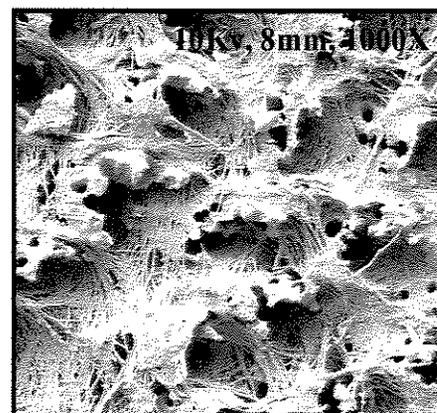


FIGURA 14 - NaOCl a 1%,
durante 60s

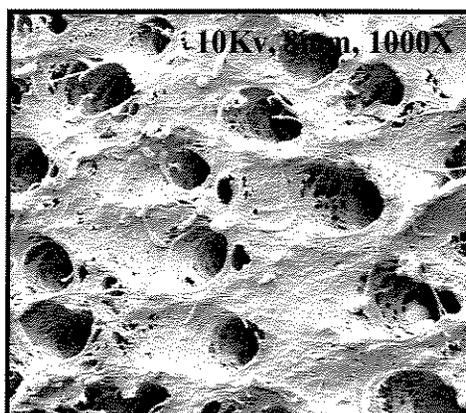


FIGURA 15 - NaOCl a 5%,
durante 15s

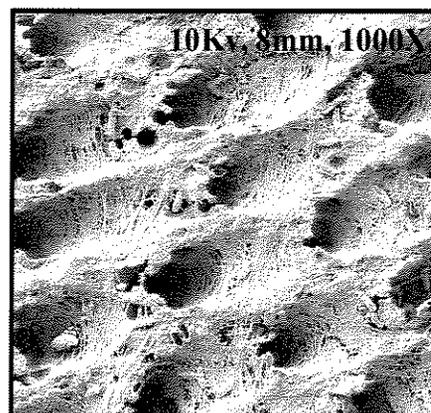


FIGURA 16 - NaOCl a 5%,
durante 30s

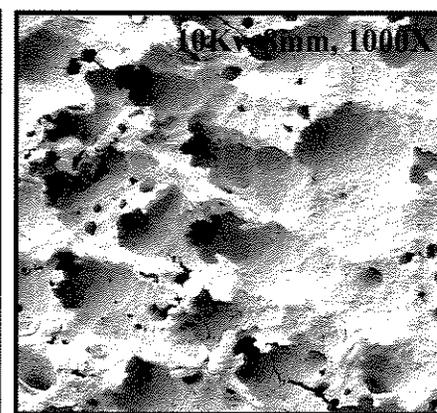


FIGURA 17 - NaOCl a 5%,
durante 60s

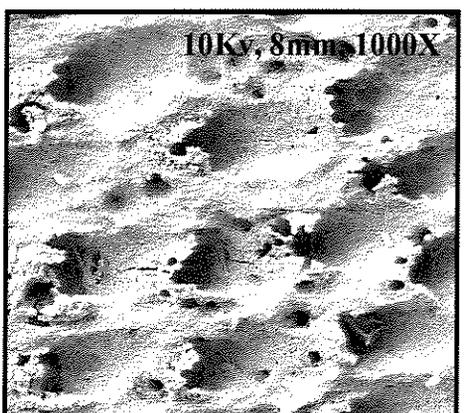


FIGURA 18 - NaOCl a 10%,
durante 15s

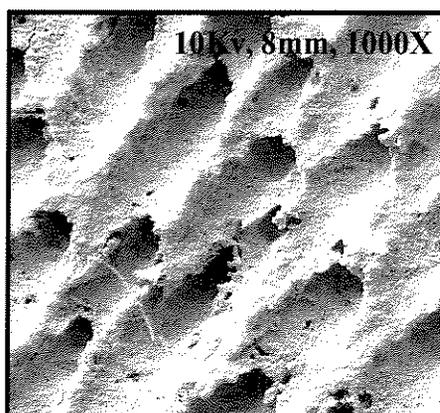


FIGURA 19 - NaOCl a 10%,
durante 30s

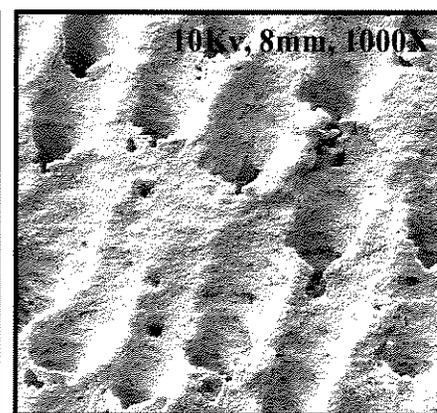


FIGURA 20 - NaOCl a 10%,
durante 60s

5.3 PADRÃO DE FRATURA

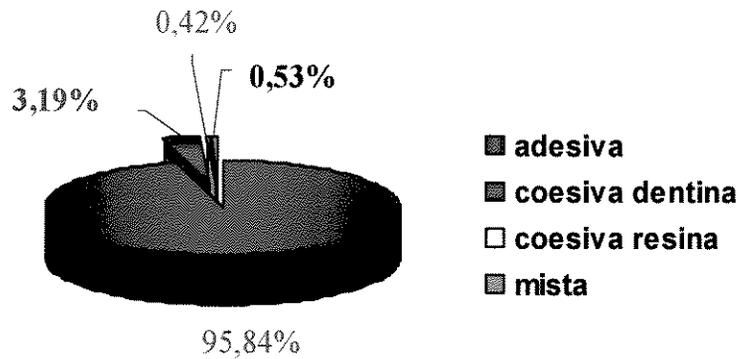
O padrão de fratura foi classificado em 4 níveis, sendo eles, adesiva, coesiva em dentina, coesiva em resina e mista. TAB. 5.

TABELA 5- Padrão de fratura das áreas adesivas.

PADRÃO DE FRATURA	NÚMERO DE OBSERVAÇÕES
Adesiva	899
Coesiva em dentina	30
Coesiva em resina	4
Mista	5

Os números observados em cada classificação foram transformados em porcentagem, como demonstra o gráfico 5.

GRÁFICO 5- Porcentagem das observações por padrão de fratura das amostras.



O padrão de fratura observado foi de 95,84% de fraturas do tipo adesiva, 3,19% de fraturas do tipo coesiva em dentina, 0,53% de fraturas mista e 0,42% de fraturas coesivas em resina. Apesar de numericamente ter sido observada a ocorrência de 4 fraturas em resina, ao se transformar em porcentagem esse valor passa a ser muito baixo.

6 DISCUSSÃO

A excelência da união é obtida através da formação de camada híbrida adequada e bem infiltrada. Entretanto, SANO *et al.* (1994a) relataram a ocorrência de nanoinfiltração na camada híbrida, sugerindo a presença de porosidades, devido à presença de colágeno exposto pelo condicionamento ácido e não infiltrado pelos monômeros resinosos (SANO *et al.*, 1994a; SANO *et al.*, 1995b; SANO *et al.*, 1995c), podendo levar à degradação dessa camada.

Foram utilizadas, neste estudo, diferentes concentrações e tempos de aplicação de uma solução de NaOCl, para a avaliação do poder de remoção das fibras colágenas na superfície dentinária desmineralizada, analisando os possíveis benefícios dessa “nova” superfície criada pela desproteção, nos valores de resistência de união. Os resultados demonstraram que o uso de diferentes concentrações não produziu diferenças estatísticas significantes nos valores de união para os sistemas Gluma Comfort Bond e Bond One quando comparado com os grupos controles (TAB. 3 e 4). A alteração da superfície dentinária, através dos diferentes níveis de remoção do colágeno ou a simples exposição dele, a curto prazo, não alterou as médias

dos valores de união. Em outras palavras, apesar do padrão superficial promovido pelas diferentes concentrações de NaOCl, como mostram as fotomicrografias (FIG.12 a 20), os valores de resistência de união foram semelhantes, quando comparados aos controles.

Os sistemas de união (Gluma Comfort Bond e Bond One) apresentaram comportamentos semelhantes na resistência à microtração. Uma união adequada é dependente do potencial de difusibilidade dos monômeros ácidos dos sistemas de união hidrófilos (NAKABAYASHI & PASHLEY, 1998). Os sistemas de união que apresentam monômeros com alto peso molecular podem dificultar a difusão em dentina desmineralizada. A molécula de HEMA, presente no sistema adesivo Bond One, apresenta um peso molecular menor, proporcionando uma facilidade de penetração. A difusibilidade do monômero nos espaços do substrato e ao longo das fibras colágenas é proporcional à concentração, temperatura e viscosidade da solução, à difusibilidade intrínseca da molécula e à afinidade do monômero pelo substrato (NAKABAYASHI & PASHLEY, 1998). O sistema adesivo Gluma Comfort Bond apresenta, em sua composição, o monômero 4-META, o qual aumenta a permeabilidade dos demais monômeros presentes na composição do agente de união, podendo ocorrer uma penetração adequada e, conseqüentemente, apresentaria um comportamento semelhante ao sistema

adesivo Bond One. Dessa forma, os sistemas de união utilizados neste estudo (QUADRO 1) apresentam monômeros resinosos com características de difusão favoráveis ao substrato.

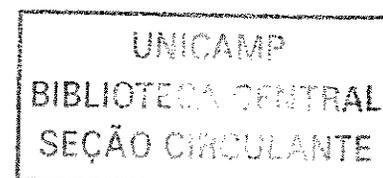
O uso de NaOCl em diferentes concentrações não diferiu estatisticamente entre si e entre os grupos controles (TAB 2 e 3). A literatura se mostra conflitante em relação aos resultados de resistência de união. Alguns autores relatam a diminuição nos valores de união (FRANKENBERGER *et al.*, 2000; PERDIGÃO *et al.*, 2000); outros demonstraram um aumento (SABOIA *et al.*, 2000; WAKABAYASHI *et al.*, 1994; BEDRAN DE CASTRO *et al.*, 2000; PIOCH *et al.*, 1999; INAI *et al.*, 1998) e alguns autores não encontraram diferença entre a desproteinização e a formação da camada híbrida (GWINNETT *et al.*, 1996; VARGAS *et al.*, 1997; UNO & FINGER, 1995; PRATI *et al.*, 1999).

Alguns autores atribuem os diferentes resultados da dentina desproteinizada a composição (BEDRAN de CASTRO *et al.*, 2000) e o solvente utilizado dos sistemas de união (PIOCH *et al.*, 1999; BEDRAN de CASTRO *et al.*, 2000; INAI *et al.*, 1998). SABOIA *et al.* (2000 e 2002) demonstraram que solventes a base de acetona apresentam valores de união mais altos e um melhor selamento marginal em dentina desproteinizada, quando comparados

com sistemas de união, que utilizam como solvente a água e/ou o álcool. Segundo os autores, a melhora na união da dentina desproteinizada utilizando-se sistemas de união à base de acetona, podem ser relacionados a dois fatores. O primeiro é devido à alta difusibilidade da acetona, assim como a alta volatilidade, que remove a água presente. O segundo fator, que pode estar associado, é a ausência do colágeno no meio, evitando que a interface sofra hidrólise.

Neste estudo, o uso do sistema de união Bond One, que apresenta como solvente a acetona, apresentou resultados semelhantes aos do sistema de união Gluma Comfort Bond, o qual é constituído por solvente à base de álcool (QUADRO 1), tanto para os grupos controles quanto para a dentina desproteinizada. Uma provável explicação é a técnica úmida, utilizada neste estudo, após a aplicação das diferentes concentrações de NaOCl, deixou fibras colágenas residuais (observadas nas fotomicrografias nas menores concentrações e/ou nos tempos de aplicação menores) não colapsadas. Com isso, a camada híbrida pode ter sido formada, fazendo com que os valores de união não fossem estatisticamente diferentes, quando comparados com os grupos controles (G1 e G11).

Segundo OSORIO *et al.*, em 2002, o uso de 5% de NaOCl por 2min. não removeu completamente as fibras colágenas, propiciando a observação de camada híbrida remanescente em algumas regiões. Além disso, o colágeno residual foi parcialmente desnaturado e desorganizado. O estudo de OSORIO *et al.* (2002) está de acordo com as observações encontradas neste estudo, pois o uso de 5% de NaOCl, nos diferentes tempos de aplicação (15, 30 e 60s), não removeu totalmente as fibras colágenas expostas. Entretanto, no estudo de imunocitoquímica realizado por OYARZÚN *et al.*, em 2002, o uso de uma solução de 5% de NaOCl por 2min, afetou a organização do colágeno e as glicosaminoglicanas (GAGs) na matriz extracelular dentinária. Ao contrário da dentina mineralizada, a dentina desmineralizada tratada com NaOCl, demonstrou uma perda acentuada de imunoreatividade na região superficial dentinária. A região tratada com NaOCl apresentou 3 zonas distintas: 1- Zona externa: os antígenos não são detectados, ou seja, não há a presença de colágeno nesta região; 2- Zona de transição: o colágeno do tipo I e o sulfato de condroitina foram parcialmente removidos; 3- Zona interna: os anticorpos produziram um sinal fluorescente semelhante às amostras do grupo Controle cujos componentes não sofreram alterações. Os autores destacaram o papel de proteção da hidroxiapatita na dentina mineralizada; pois, quando o NaOCl foi aplicado sem o condicionamento prévio, o colágeno tipo I e as GAGs não sofreram alterações.



Já para os grupos em que houve a remoção das fibras colágenas (FIG. 19 e 20), observou-se túbulos secundários laterais nas regiões peritubular e intertubular. PRATI *et al.* (1999) e PERDIGÃO *et al.*(1999) relataram que a superfície desproteinizada apresenta como característica uma maior quantidade de poros, os túbulos dentinários são mais largos e com aspecto de “funil” (PRATI *et al.*, 1999). Além disso, há a presença de túbulos secundários entre 1 - 3 μ m das entradas dos túbulos (PERDIGÃO *et al.*,1999). Essas irregularidades podem resultar em um aumento do imbricamento mecânico do monômero ao substrato. Com isso, há um aumento da capacidade de molhamento (TOLEDANO *et al.*, 1999; BARBOSA *et al.*, 1994; OSORIO *et al.*, 2002).

Dessa forma, pode-se supor que houve uma adequada formação da camada híbrida nos grupos controles, a qual funciona como uma zona com menor módulo de elasticidade, diminuindo a rigidez e, conseqüentemente, aumentando a flexibilidade (UNO & FINGER, 1995). Contudo, pode-se supor que também houve uma infiltração adequada dos monômeros na superfície desproteinizada (FIG.19 e 20) ou parcialmente desproteinizada (FIG.12 a 18).

Segundo PHRUKKANON *et al.*(2000) após a utilização de 12,5% de NaOCl por 30s, 1 e 2min houve um aumento progressivo das mudanças superficiais na dentina desmineralizada, quando observada em microscopia de força atômica; entretanto, os valores de união foram maiores quando utilizaram NaOCl a 1min ou colagenase por 3h. Segundo os autores, a espessura de camada híbrida não influenciou nos valores de união e sim a qualidade da camada híbrida, pois as micrografias demonstraram a presença de fibras colágenas residuais.

Para os grupos tratados com NaOCl, a análise estatística demonstrou que, independentemente da concentração da solução de hipoclorito de sódio, a medida que se aumentou o tempo de aplicação da solução houve um decréscimo nos valores de união linearmente ($p=0.00016$). Com isso, pode-se supor que a solução altera quimicamente a superfície independente da concentração; porém, quanto maior o tempo de contato desta solução com a superfície, mais profundamente ou maior a quantidade de substância residual pode-se depositar e reagir negativamente tanto com o sistema de união aplicado na seqüência, quanto com o substrato mineralizado.

Uma hipótese é a presença de Cloro (Cl), que pode ser depositado na superfície tratada com NaOCl. Esse Cl⁻ pode reagir com os monômeros ou com o substrato interferindo de forma negativa nos valores de união, sendo este dependente do tempo de aplicação à superfície. Entretanto, estudos futuros de microanálise de raio X, juntamente com análises químicas, devem ser realizados para a comprovação dos possíveis elementos residuais, presentes após o tratamento com NaOCl, para esclarecer possíveis interações com os sistemas adesivos e/ou com o substrato.

PERDIGÃO *et al.* (2000) utilizaram um gel de NaOCl a 10% durante diferentes tempos de aplicação (15, 30 e 60s). Segundo os autores, o aumento do tempo de aplicação resultou em decréscimo progressivo dos valores de resistência de união tanto para o sistema adesivo a base de água e álcool como para o sistema adesivo a base de acetona. Os resultados deste estudo para o fator tempo de aplicação estão de acordo com os encontrados por PERDIGÃO *et al.* (2000), porém a substância NaOCl tem por característica uma grande instabilidade, podendo reduzir sua concentração em até 10% do valor inicial do preparo das soluções em função da variação do cloro ativo. Ao se utilizar um gel de NaOCl, a capacidade de penetração é menor quando comparado com a solução. A consistência do gel pode interferir no poder de remoção e, conseqüentemente, nos resultados. Portanto, o uso de gel pode ter

removido o colágeno de forma diferente quando comparado com a solução, pois esta apresenta uma maior capacidade de molhamento e penetração.

O hipoclorito de sódio (NaOCl) por ser um desproteinizante potente, é também um potente oxidante biológico que afeta, principalmente, o colágeno do tipo I e o sulfato de condroitina (OSORIO *et al.*,2002). Dessa forma, pode-se especular que a ação oxidante do NaOCl pode deixar oxigênio residual, influenciando a polimerização dos sistemas de união.

As fotomicrografias mostraram que houve uma mudança no padrão superficial dentinário após o tratamento com hipoclorito de sódio. A imagem da superfície submetida ao tratamento com hipoclorito de sódio a 1%, por 15s (FIG.12) possibilitou visualizar a presença de colágeno superficial, sugerindo apenas uma remoção superficial, quando comparada com o grupo Controle, o qual após o condicionamento ácido expõe as fibras colágenas da dentina desmineralizada (FIG.11). Ao aumentar o tempo de exposição da superfície com a solução de NaOCl a 1% para 30 e 60s (FIG.13 e 14), verificou-se uma mudança no padrão de remoção do colágeno. Entretanto, não se observou uma superfície sem a presença das fibras (FIG.12, 13 e 14). O aumento do tempo de exposição do agente desproteinizante mostrou uma alteração

superficial do colágeno exposto, sendo que a concentração de 1% não foi capaz de remover totalmente as fibras colágenas expostas. Porém, o padrão superficial deixado pelo uso de 1% de NaOCl por 60s (FIG.14) mostrou-se semelhante ao encontrado pelo uso de 5% de NaOCl por 15s (FIG.15).

A concentração de 5% de NaOCl demonstrou um padrão de remoção do colágeno mais “intenso” (FIG.15), quando comparado com uma solução de NaOCl a 1% (FIG.12) para o mesmo tempo de aplicação. Houve evidências da presença de porosidades e de uma superfície irregular. As amostras desmineralizadas e desproteinizadas com 5% de NaOCl durante os diferentes tempos de aplicação apresentaram maior remoção das fibras a medida que o tempo de aplicação aumentou (FIG.16 e 17). Porém, quando comparam-se as superfícies tratadas com NaOCl a 10% por 60s (FIG. 20) com o padrão superficial deixado com o uso de NaOCl a 5% por 60s (FIG.17), notou-se uma mudança no padrão superficial dentinário encontrado. O uso de 5% por 60s removeu colágeno exposto; entretanto, seriam necessários estudos complementares, como por exemplo, estudos de imunocitoquímica para a análise da quantidade de colágeno removido (OYARZÚN *et al.*, 2002) e estudos a longo prazo, para a determinação da qualidade e resposta desta superfície irregular e desproteinizada, após a infiltração com monômeros resinosos, como o realizado por SABOIA *et al* (2002).

As amostras desproteinizadas com 10% de NaOCl por 15s (FIG.18) também mostraram um padrão semelhante ao ilustrado com o uso de 5% NaOCl por 60s (FIG.17). O tempo de aplicação de 30s (Fig.19) apresentou uma superfície intermediária entre os tempos 15s (FIG.18) e 60s (FIG. 20). A aplicação de 10% NaOCl por 60s propiciaram a formação de uma superfície sugerindo que ocorreu a remoção do colágeno, devido à exposição de uma superfície porosa e irregular (FIG.20). Segundo OSORIO *et al*, em 2001, ao se utilizar concentrações mais altas de NaOCl ocorre uma remoção do colágeno superficial, expondo a superfície rica em hidroxiapatita. Estas observações estão de acordo com PLOCH *et al*.(1999); INAI *et al*. (1998); BEDRAN DE CASTRO *et al*. (2000) que demonstraram que o uso de NaOCl a 10% removeu o colágeno exposto em função do condicionamento ácido.

Segundo DI RENZO *et al.*, em 2001, o tratamento desproteinizante com NaOCl a 12%, por 2 min., revela uma superfície mineral rica em hidroxila, carbonato e grupos fosfatos, os quais podem ser utilizados para a união, sendo a dentina desproteinizada quimicamente similar a não tratada com o agente condicionador. Com isso, o aumento da concentração de NaOCl pode proporcionar uma superfície rica em minerais.

Segundo PIOCH *et al.* (2001), a superfície criada pelo uso de NaOCl a 10% evitou a presença de nanoinfiltração para os materiais Syntac classic e Gluma CPS. Entretanto, os valores de resistência de união não podem ser relacionados com os encontrados para a nanoinfiltração. PEREIRA *et al.*, em 2001, demonstraram que não há correlação entre os testes de nanoinfiltração e microtração. Portanto, apesar da ausência de nanoinfiltração promovida pela ultramorfologia do substrato dentinário, estes não se relacionam com os testes de união.

Além dos fatores inerentes ao tratamento superficial, o substrato (dente bovino) e o teste (microtração) utilizados, são fatores que devem ser discutidos por influenciarem a variabilidade dos resultados.

O dente bovino pode ser um possível substituto para os dentes humanos na realização de testes de união (NAKAMICHI *et al.*, 1983). Entretanto, algumas considerações devem ser analisadas. Segundo o autor, a dentina superficial deve ser escolhida por ser mais maturada que a dentina profunda. Entretanto, o dente bovino é menos ácido-resistente, podendo resultar em uma maior profundidade de desmineralização, durante os procedimentos de condicionamento ácido (NAKABAYASHI & PASHLEY, 1998). Com isso, o

monômero dos sistemas de união terá que penetrar mais profundamente no substrato, alterando a espessura da camada infiltrada formada. Além disso, TAGAMI *et al.* (1989) (citado por NAKABAYASHI & PASHLEY, 1998) demonstraram que a dentina coronária mineralizada bovina tem permeabilidade intratubular mais baixa do que a dentina de terceiros molares humanos. Sendo assim, os “tags” formados poderão ser menores que os encontrados em dentina humana, podendo alterar os valores de resistência à microtração. Dessa forma, o substrato pode ter influenciado na permeabilidade dos sistemas de união utilizados, produzindo diferentes valores individuais, durante o ensaio de microtração. Além disso, SAKAE *et al.*, em 1988, demonstraram que o uso de NaOCl a 10% em dentina bovina, além da remoção da matéria orgânica, também remove íons de magnésio e carbonato das estruturas dos cristais da dentina. Outro fator a ser considerado é a densidade tubular. Segundo GIANNINI *et al.* (2001), a densidade tubular e a área de dentina sólida alteram os valores de união. Dessa forma, variações nos dentes humanos podem interferir nos valores individuais de cada espécime.

O teste realizado é outra variável implícita a ser analisada quando comparam-se resultados encontrados com a literatura. Dependendo da tensão inerente a cada técnica e a distribuição de tensões geradas durante a realização de cada tipo de teste, os resultados podem ser diferentes.

O ensaio de microtração, proposto por SANO *et al.* (1994a e 1994b), tem por objetivo a diminuição da área de união para a eliminação de possíveis defeitos do material, distribuindo de forma mais uniforme a tensão gerada durante a fratura, resultando em valores mais altos de união além da obtenção de fraturas predominantemente adesivas (SCHREINER *et al.*, 1998). Neste estudo, o padrão de fratura apresentou 96% de fraturas adesivas, enquanto que apenas 3% foram classificadas em fraturas coesiva e 1% em fraturas mistas.

Entretanto, a análise de pequenas áreas possibilita a mensuração de pequenas variações; com isso, diferenças em espessura e qualidade de infiltração do monômero no substrato pode resultar em valores diferentes dentro do mesmo dente, dependendo da profundidade de dentina condicionada, orientação tubular e difusibilidade do monômero (PHRUKKANON *et al.*, 1999). Dessa forma, a variabilidade dentro de cada grupo pode resultar em desvio padrão alto em relação a média por grupo analisado, aumento do coeficiente de variação, podendo dificultar a detecção de diferenças entre os tratamentos.

Segundo uma revisão de literatura dos testes de união realizada por PASHLEY *et al.* (1995), o teste de microtração apresenta valores de união mais altos, quando comparado com os demais testes, devido a diminuição da área de união, a qual reduziria possíveis defeitos do material ou irregularidades da superfície, possibilitando uma melhor distribuição de tensões. Essa distribuição uniforme de tensões permitiria a obtenção de fraturas de natureza predominantemente adesivas, obtendo-se valores de adesão reais do material testado.

As áreas reduzidas das amostras de microtração produziram os maiores resultados de união, independentemente do formato (cilíndrico ou ampulheta) (PHRUKKANON *et al.*, 1998). Contudo, apesar do aumento dos valores de união, o teste apresenta etapas delicadas durante o preparo das amostras, podendo gerar tensões durante os cortes nas áreas de união. Segundo PASHLEY *et al.* (1995), o teste de microtração apresenta como desvantagens: técnica sensível e delicada, depende um tempo maior de laboratório, dificuldade em mensurar valores abaixo de 5 MPa, necessita de equipamentos especiais e os espécimes, por serem muito pequenos, podem-se desidratar rapidamente. Sendo assim, o teste de microtração apresenta vantagens e desvantagens, as quais podem influenciar nos resultados da resistência da união.

O presente estudo não demonstrou diferença significativa entre a utilização de soluções de NaOCl a 1, 5 e 10% quando comparadas com os controles (sem tratamento com NaOCl). Porém, houve uma diminuição dos valores da resistência da união com o aumento do tempo de aplicação do agente desproteinizante, independente da concentração utilizada. Entretanto, a longo prazo, com o processo de degradação ou se as mesmas amostras colocadas em condições de desafios, como por exemplo, ciclagem térmica e mecânica, esses resultados poderiam ser diferentes, como demonstraram SABOIA *et al.* (2002) avaliando a microinfiltração após um ano de estocagem de sistemas de união.

O hipoclorito de sódio, como pré-tratamento superficial, deve ainda ser considerado em nível laboratorial, antes da extrapolação clínica. Assim, estudos complementares para a análise da superfície “criada” com a desproteinização devem ser realizados para a viabilização ou não de possíveis estudos clínicos. Além disso, pesquisas e tecnologia poderiam ser incentivadas para a possível produção de monômeros e sistemas adesivos específicos, pelas indústrias, para a técnica adesiva em dentina desproteinizada, buscando a melhora dos valores de união juntamente com o selamento marginal a curto e longo prazo.

7 CONCLUSÃO

O uso de diferentes concentrações de hipoclorito de sódio, após o condicionamento ácido, não influenciou nos valores de resistência de união para os sistemas de união Gluma Comfort Bond e Bond One, quando comparados com os grupos sem tratamento superficial com NaOCl (grupos Controle).

Independente da concentração da solução de NaOCl, não houve diferenças nos valores de resistência da união.

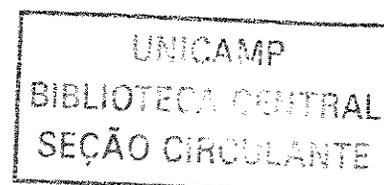
O sistema de união a base de álcool, Gluma Comfort Bond, e sistema de união a base de acetona, Bond One, apresentaram comportamentos semelhantes na resistência da união.

O fator tempo de aplicação do agente desproteinizante interferiu negativamente nos valores de união, independentemente da concentração utilizada.

As microscopias eletrônicas de varredura demonstraram que, dependendo da concentração e do tempo de aplicação da solução de hipoclorito de sódio, houve diferença no padrão de remoção do colágeno exposto com o tratamento ácido.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BARBOSA,S.V.; SAFAVI,K.E.; SPANGBERG,L.S.W. Influence of sodium hypochlorite on the permeability and structure of cervical human dentine. *Int.Endod.J.*, Oxford, 27 (6): 309-312, Nov., 1994.
- BUONOCORE,M.G. Simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surface. *J. Dent.Res.*, Washington, 34 (6): 849-853, Dec, 1955.
- BEDRAN DE CASTRO,A.K.B.; HARA,A.T.; PIMENTA,L.A.F. Influence of collagen removal on shear bond strength of one-bottle adhesive systems in dentin. *J.Adhes.Dent.*, New Malden, 2 (4): 271-277, Winter, 2000.
- BURROW,M.F.; *et al.* The influence of age and depth of dentin on bonding. *Dent.Mater.*, Washington, 10 (4): 241-246, Jul, 1994.
- BURROW,M.F.; SATOH,M.; TAGAMI,J. Dentin bonding durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. *Dent.Mater.*, Washington, 12 (5): 302-307, Sep, 1996.
- DI RENZO, M.; *et al.* A photoacoustic FTIRS study of the chemical modifications of human dentin surfaces: II deproteination. *Biomater.*, 22 (8): 793-797, Apr, 2001.
- FRANKENBERGER,R. *et al.* Dentin bond strength and marginal adaptation after NaOCl pre-treatment. *Oper.dent.*, Seattle , 25 (1): 40-45, Jan-Feb, 2000.
- FUSAYAMA, T.; *et al.* Non-pressure of a new adhesive restorative resin. *J.Dent.Res.Washington*, 58 (4): 1364-70, Apr, 1979.



- GIANNINI M; *et al.* The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. *J. Adhes. Dent.*, New Malden, 3(4): 315-324, Winter, 2001.
- GWINNETT,A.J.; *et al.* Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. *Am.J.Dent.*, San Antonio, 9 (4): 140-144, Aug, 1996.
- INAI,N. *et al.* Adhesion between collagen depleted dentin and dentin adhesives. *Am.J.Dent.*, San Antonio, 11 (3): 123-27, Jun, 1998.
- KANCA, J. Resin bonding to wet substrate. 1. Bonding to dentin. *Quint.Int.*, Berlin, 23 (9): 39-41, Sep, 1992.
- MARSHALL, G.W.; *et al.*, The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J.Dent.*, Oxford, 25 (6): 441-58, Dec, 1997.
- NAKABAYASHI,N. Resin reinforced dentin due to infiltration of monomers into the dentin at the adhesive interface. *J.Jpn.Soc.Dent.Mater.Dev.* 1: 78-81, 1982.
- NAKABAYASHI,N.; ASHIZAWA,M; NAKAMURA,M. Identification of a resin- dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quint.Int.*, Berlim, 23 (2): 135-41, Feb, 1992a.
- NAKABAYASHI,N. Adhesive bonding with 4-META. *Oper. Dent.*, Seattle, 5: 125-30, 1992b, [Supplement 5].
- NAKABAYASHI,N.; PASHLEY D.H. Hybridization of dental hard tissues. 1sted.: Quintessence books, 1998. 35p.

- NAKABAYASHI,N.; PASHLEY D.H. *Hybridization of dental hard tissues*. 1sted.: Quintessence books, 1998. 30p.
- NAKAMICHI I; IWAKU M; FUSAYAMA T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J. Dent. Res.*, Washington, 62(10): 1076-1081, October, 1983.
- OSORIO, R.; *et al.* Effect of sodium hypochlorite on dentin bonding with a polyalkenoic acid-containing adhesive system. *J.Biomed. Mater. Res.*, New York, 60 (2): 316-324, May, 2002.
- OYARZÚN, A.; CORDERO, A.M.; WHITTLE, M. Immunohistochemical evaluation on the effects of sodium hypochlorite on dentin collagen and glycisaminoglycans. *J.Endod.*, Baltimore, 28 (3): 152-156, Mar, 2002.
- PASHLEY,D.H.; *et al.* Permeability of dentin to adhesive agents. *Quint.Int*, Berlin, 24 (9): 618-631, Sep, 1993.
- PASHLEY, D.H.; *et al.* Adhesion testing of dentin bonding agents: A review. *Dent.Mater*, Washington, 11 (2): 117-125, Mar, 1995.
- PERDIGÃO,J; *et al.* Ann Ultra-morphological characterization of collagen-depleted etched dentin. *Am.J.Dent.*, San Antonio, 12 (5): 250-255, Oct, 1999.
- PERDIGÃO,J; *et al.* Effect of a sodium hypochlorite gel on dentin bonding. *Dent.Mater.*, Washington, 16 (5): 311-323, Sep, 2000.

- PEREIRA, P.N.; *et al.* Relationship between bond strengths and nanoleakage: evaluation of a new assessment method. *Am J Dent.*, San Antonio, 14 (2): 100-4, Apr , 2001.
- PHRUKKANON,S.; BURROW,M.F.; TYAS,M.J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent.Mater.* Washington, 14 (3): 212-221, Jun, 1998.
- PHRUKKANON,S.; BURROW,M.F.; TYAS,M.J. The effect of dentine location and tubule orientaion on the bond strengths between resin and dentine. *J.Dent*, Kidlington Elsevier, 27 (4): 265-274, May, 1999.
- PHUKKANON S., *et al.* The influence of the modification of etched bovine dentin on bond strengths. *Dent. Mater.*, Washington, 16(4): 255-265, July, 2000.
- PIOCHI,T. *et al.* Interfacial micromorphology and tensile bond strength of dentine bond systems after NaOCl treatment. *J.Adhes.Dent.*, New Malden, 1 (2): 135-42, March, 1999.
- PIOCHI,T. *et al.* The effect of NaOCl dentin treatment on nanoleakage formation. *J.Biomed.Mater.Res.*, New York, 56 (4): 578-583, Sept, 2001.
- PRATI,C.; PASHLEY,D.H.; MONTANARI,G. Hydrostatic intrapulpal pressure and bond strength of bonding systems. *Dent.Mater.*, Washington, 7 (1): 54-58, Jan, 1991.
- PRATI,C.; CHERSONI,S.; PASHLEY,D.H. Effect of removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding. *Dent.Mater.* , Washington, 15 (5): 323-331, Sep, 1999.

- SABOIA,V de PA; RODRIGUES,A.L.; PIMENTA,L.A.F. Effect of collagen removal on shear bond strength of two single-bottle adhesive systems. *Oper.Dent*, Seattle, 25 (5): 397-402, Sep-Oct, 2000.
- SABOIA,V de PA; PIMENTA,L.A.F.; AMBROSANO, G.M.A. Effect of collagen removal on microleakage resin composite restorations. *Oper. Dent.*, Seattle, 27 (1): 38-43, Jan-Feb, 2002.
- SAKAE, T.; MISHIMA,H.; KOZAWA, Y. Changes in bovine dentin mineral with sodium hypochlorite treatment. *J.Dent.Res.*, Washington, 67 (9): 1229-1234, Sep, 1988.
- SANO,H.; *et al.* Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. *Oper.Dent.*, Seattle, 19: 59-64, Jan-Feb, 1994a.
- SANO,H; *et al.* Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent.Mater.*, Washington, 10 (4): 236-240, Jul, 1994b.
- SANO,H.; *et al* Tensile properties of resin-infiltration demineralized human dentin. *J.Dent.Res.*, Washington, 74 (4): 1093-1102, Apr, 1995a.
- SANO,H.; *et al.* Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within hybrid layer. *Oper.Dent*, Seattle, 20 (4): 160-170, Jul-Aug, 1995b.
- SANO,H.; *et al.* Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper.Dent.*, Seattle, 20 (1): 18-25, Jan-Feb, 1995c.
- SCHREINER,R.; *et al.* Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent.Mater.*, Washington, 14 (3): 194-201, Jun, 1998.

- TOLEDANO, M. *et al.* Effect of acid etching and collagen removal on dentin wettability and roughness. *J.Biomed.Mater.Res.*, New York, 47 (2): 198-203, Mar, 1999.
- UNO, S. & FINGER, W.J. Function of the hybrid zone as a stress-absorbing layer in resin-dentin bonding. *Quint.Int.*, Berlim, 26 (10): 733-8, Oct, 1995.
- VAN MEERBEEK, B.; *et al.* Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of resin-dentin interdiffusion zone. *J.Dent.Res.*, Washington, 72 (2): 495-501, Feb, 1993.
- VARGAS, M.A.; COBB, D.S.; ARMSTRONG, S.R. Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybrid layer. *Oper.Dent.*, Seattle, 22 (4): 159-166, Jul, 1997.
- WAKABAYASHI, Y.; *et al.* Effect of dissolution of collagen on adhesion to dentin. *Int.J.Prosth.*, Carol Stream, 7 (4): 302-306, Jul-Aug, 1994.

ANEXO 1

Sorteio aleatório dos dentes

CP	GRUPO	CP	GRUPO	CP	GRUPO	CP	GRUPO
1	G12	44	G2	87	G9	130	G2
2	G11	45	G5	88	G10	131	G1
3	G16	46	G19	89	G11	132	G1
4	G5	47	G16	90	G2	133	G4
5	G9	48	G3	91	G5	134	G12
6	G3	49	G17	92	G1	135	G15
7	G3	50	G12	93	G12	136	G4
8	G8	51	G20	94	G15	137	G15
9	G3	52	G15	95	G18	138	G2
10	G1	53	G15	96	G17	139	G16
11	G14	54	G2	97	G8	140	G15
12	G8	55	G11	98	G18	141	G12
13	G20	56	G15	99	G17	142	G11
14	G7	57	G17	100	G6	143	G9
15	G16	58	G19	101	G4	144	G6
16	G20	59	G2	102	G1	145	G9
17	G13	60	G14	103	G19	146	G8
18	G2	61	G5	104	G11	147	G2
19	G20	62	G8	105	G12	148	G1
20	G16	63	G3	106	G14	149	G8
21	G14	64	G14	107	G16	150	G10
22	G4	65	G10	108	G18	151	G9
23	G8	66	G15	109	G1	152	G19
24	G1	67	G10	110	G5	153	G2
25	G4	68	G5	111	G5	154	G5
26	G8	69	G18	112	G15	155	G19
27	G10	70	G15	113	G19	156	G8
28	G9	71	G20	114	G15	157	G19
29	G13	72	G17	115	G1	158	G1
30	G20	73	G13	116	G2	159	G3
31	G8	74	G7	117	G16	160	G3
32	G6	75	G1	118	G8	161	G15
33	G9	76	G2	119	G20	162	G17
34	G17	77	G11	120	G7	163	G6
35	G19	78	G19	121	G5	164	G12
36	G1	79	G7	122	G17	165	G20
37	G16	80	G20	123	G14	166	G13
38	G8	81	G12	124	G11	167	G18
39	G19	82	G13	125	G14	168	G16
40	G7	83	G17	126	G13	169	G3
41	G7	84	G11	127	G6	170	G4
42	G17	85	G5	128	G5	171	G17
43	G4	86	G5	129	G9	172	G7

173	G13	219	G3	265	G9
174	G4	220	G20	266	G4
175	G14	221	G4	267	G16
176	G10	222	G10	268	G10
177	G3	223	G7	269	G18
178	G12	224	G16	270	G19
179	G3	225	G13	271	G18
180	G6	226	G4	272	G3
181	G18	227	G19	273	G16
182	G7	228	G11	274	G2
183	G4	229	G18	275	G4
184	G11	230	G6	276	G15
185	G11	231	G17	277	G14
186	G20	232	G6	278	G13
187	G6	233	G14	279	G9
188	G12	234	G20	280	G11
189	G14	235	G1	281	G13
190	G10	236	G9	282	G20
191	G11	237	G14	283	G18
192	G1	238	G12	284	G9
193	G6	239	G13	285	G3
194	G3	240	G11	286	G18
195	G7	241	G8	287	G7
196	G13	242	G13	288	G10
197	G14	243	G6	289	G7
198	G5	244	G10	290	G6
199	G18	245	G16	291	G17
200	G16	246	G17	292	G20
201	G19	247	G10	293	G9
202	G17	248	G10	294	G10
203	G9	249	G8	295	G6
204	G2	250	G12	296	G12
205	G20	251	G7	297	G19
206	G15	252	G18	298	G5
207	G4	253	G4	299	G9
208	G1	254	G14	300	G11
209	G14	255	G7		
210	G12	256	G3		
211	G13	257	G2		
212	G18	258	G15		
213	G13	259	G18		
214	G19	260	G6		
215	G12	261	G6		
216	G7	262	G2		
217	G10	263	G8		
218	G5	264	G16		

ANEXO 2:

Ph das soluções de Hipoclorito de sódio:

Data: 06/06/2002

Hipoclorito de sódio 1% = 11.54

Hipoclorito de sódio 5% = 12.04

Hipoclorito de sódio 10% = 11.91

Data: 07/06/2002

Hipoclorito de sódio 1% = 11.58

Hipoclorito de sódio 5% = 12.06

Hipoclorito de sódio 10% = 12.24

Data: 08/06/2002

Hipoclorito de sódio 1% = 11.52

Hipoclorito de sódio 5% = 12.07

Hipoclorito de sódio 10% = 12.10

ANEXO 3:

Tabela dos valores de cada fatia e média das fatias por dentes dos sistemas adesivos Gluma Comfort Bond e Bond One:

Grupos	Dente	Fatia 1	Fatia 2	Fatia 3	Fatia 4	Média
1	10	13,06	4,55	9,12	18,5	11,30
1	24	4,21	4,06	6,52	12,2	6,74
1	36	3,08	23,01	21,02	14,23	15,33
1	75	11,53	17,85	31,92	8,26	17,39
1	92	7,84	15,94	14,36	15,05	13,29
1	102	22,2	10,13	16,45	18,64	16,85
1	109	15	15,52	26,02	29,86	21,60
1	115	21,66	16,41	36,83	25,11	25,00
1	131	17,28	5,69	2,66	3,96	7,39
1	132	51,9	32,55	36,75	24,69	36,47
1	148	14,79	9,01	11,12	12,29	11,80
1	158	5,31	10	10,42	6,93	8,16
1	192	7,74	8,83	16,62	12,57	11,44
1	208	21,44	17,15	17,67	P	18,75
1	235	4,67	1,25	17,45	3,79	6,79
2	18	33,47	37,44	54,85	25,12	37,72
2	44	50	26,95	16,25	10,11	25,82
2	54	11,5	20,77	27,62	P	19,96
2	59	7	31,34	28,5	33,46	25,07
2	76	25,32	7,65	6,12	34,72	18,45
2	90	6,66	8,14	7,08	16,82	9,67
2	116	31,66	39,12	17,08	31,48	29,83
2	130	26,11	27,97	35,29	18,12	26,87
2	147	P	2,07	8,63	0	3,56
2	153	6,87	2,66	P	10,96	6,83
2	204	3,1	11,65	5,1	6,63	6,62
2	257	4,46	5,32	6,34	6,08	5,55
2	262	30,62	47,19	35,27	39,2	38,07
2	274	5,78	8,26	21,4	11,56	11,75
3	6	12,02	14,62	13,57	15,76	13,99
3	7	12,06	18,66	17,76	39,69	22,04
3	9	16,45	8,72	7,9	P	11,02
3	17	28,37	9,48	12,43	39,24	22,38
3	48	33,52	67,82	34,71	P	45,35
3	159	0	0	0	0	0
3	160	2,82	12,13	11,23	7,38	8,39
3	169	8,57	8,25	8,12	P	8,31
3	177	14,4	24,14	31,71	42,47	28,18
3	179	10,68	25,77	19,67	31,26	21,84
3	194	9,78	1,81	0	P	3,86
3	219	68,37	9,35	43,14	0	30,21
3	256	0	18,6	1,37	0	4,99

Grupos	Dente	Fatia 1	Fatia 2	Fatia 3	Fatia 4	Média
3	272	10,19	9,39	4,18	P	7,92
3	285	0	0	0	0	0
4	22	25,25	17,74	54,02	33,2	32,55
4	25	7,39	17,52	12,82	P	12,57
4	43	30,37	6,14	4,35	1,77	10,65
4	101	7,7	14	29,75	11,73	15,79
4	133	0	0	0	P	0
4	136	5,93	7,76	2,27	0	3,99
4	170	5,65	5,29	0	0	2,73
4	174	35,93	37,35	39,88	P	37,72
4	183	0	0	0	0	0
4	207	24,72	26,42	26,94	37,31	28,84
4	221	2,62	0	0	0	0,65
4	226	15,77	9,78	22,12	49,39	24,26
4	253	1,9	3,57	0	0	1,36
4	266	P	5,07	0	P	2,53
4	275	4,2	0	0	0	1,05
5	4	21,53	28,1	13,11	27,69	22,60
5	45	28,73	34,94	32,18	31,91	31,94
5	61	8,58	28,72	23,85	P	20,38
5	68	8,67	16,74	9,03	0	8,61
5	85	14,59	19,56	54,82	30,61	29,89
5	86	13,15	17,4	16,51	P	15,68
5	91	28,31	51,96	40,55	45,68	41,62
5	110	7,87	13,68	11,91	11,5	11,24
5	111	2,03	4,95	3,8	7,9	4,67
5	121	5,72	19,61	3,44	0	7,19
5	128	6,02	10,57	7,14	3,03	6,69
5	154	36,49	6,16	4,43	0	11,77
5	198	10	31,34	13,5	10,51	16,33
5	218	45,21	25,4	30,87	10,53	28,00
5	298	1,47	4,83	10,76	4,28	5,33
6	32	5,06	10,67	37,25	P	17,66
6	100	16,25	23,9	19,66	34,75	23,64
6	127	4,88	32,38	16,76	27,41	20,35
6	144	31,68	15,67	11,91	0	14,81
6	180	22,23	28,42	0	0	12,66
6	187	8,09	11,93	11,64	12,37	11,00
6	193	10,23	16,58	19,03	10,86	14,17
6	230	8,73	12,38	13,72	16,59	12,85
6	232	27,21	6,46	11,62	9,04	13,58
6	243	4,59	3,22	0	0	1,95
6	260	21,45	46,26	32,38	37,37	34,36
6	261	22,5	39,17	39,75	0	25,35

Grupos	Dente	Fatia 1	Fatia 2	Fatia 3	Fatia 4	Média
6	290	48,16	33,85	27,76	39,56	37,33
6	295	5,55	9,21	16,98	6,11	9,46
7	14	1,64	11,23	5	P	5,95
7	40	8,54	17,75	23,44	10,7	15,10
7	41	5,15	12,91	9,43	7,95	8,86
7	74	1,34	2,53	13,03	0	4,22
7	79	24	14,7	4,78	10,52	13,50
7	120	4,55	9,89	P	P	7,22
7	172	0,5	6,54	5,34	P	4,12
7	182	2,82	4,5	15,59	0	5,72
7	195	12,98	9,33	4,73	P	9,01
7	216	22,63	0	0	0	5,65
7	223	0	0	P	P	0
7	251	8,8	10,6	4,26	P	7,88
7	255	17,9	5,13	5,94	0	7,24
7	287	33,6	34,18	30,47	P	32,75
7	289	P	0	0	0	0
8	8	14,07	14,71	15,96	15,36	15,02
8	12	24,13	29,49	27,92	55,06	34,15
8	23	4,54	12,3	10,33	15,39	10,64
8	26	32	5,58	45,29	46,38	32,31
8	31	33,41	20,74	13,9	25,81	23,46
8	38	17,47	37,37	26,3	P	27,046
8	62	21,57	42,07	29,24	57,15	37,50
8	97	20,27	45,87	51,83	40,43	39,60
8	118	52,6	26,12	62,65	10	37,84
8	149	0	P	P	P	0
8	156	5,23	2,3	0	0	1,88
8	163	25	4,67	36,38	21,08	21,78
8	241	14,25	24,57	4,76	10,4	13,49
8	249	25,67	45,9	40,34	38,21	37,53
8	263	21,78	6,88	11,7	30,53	17,72
9	299	9	0	0	0	2,25
9	145	P	0	0	0	0
9	5	10,84	5	1,19	P	5,67
9	28	0	8,48	14,42	36,02	14,73
9	33	14,08	33,58	41,22	47,36	34,06
9	87	31,78	35,44	32,91	45,28	36,35
9	129	19,03	20,88	4,93	1,77	11,65
9	143	0	0	P	P	0
9	151	34,64	38,48	9,21	P	27,44
9	203	4,66	19,21	9,45	0	8,33
9	236	6,36	11,32	2,62	19,39	9,92
9	279	0	0	0	P	0

Grupos	Dente	Fatia 1	Fatia 2	Fatia 3	Fatia 4	Média
9	284	12,02	7,14	8,69	0	6,96
10	27	19,35	3,62	9,8	P	10,92
10	65	7,2	10,25	0	P	5,81
10	67	2,43	2,59	3,69	0	2,17
10	88	21	0	P	P	10,50
10	150	9,52	4,37	9,52	P	7,80
10	176	14,53	P	3,7	1,17	6,46
10	190	5,71	20,54	24,26	11,7	15,55
10	217	6,4	31,5	22,33	21,52	20,43
10	222	2,57	8,84	18,58	13,06	10,76
10	244	10,72	9,31	10,63	6	9,16
10	247	16,37	P	14,52	9,1	13,33
10	248	27,3	10,6	40,56	7,58	21,51
10	268	37,94	23,69	9,12	P	23,58
10	288	17,4	36,86	44,2	42,05	35,12
10	294	3,36	11,62	24,6	0	9,89
11	2	21,77	3,43	17,94	3,41	11,63
11	55	11,54	17,76	10,34	6,98	11,65
11	77	7,74	5,52	16,46	10,36	10,02
11	84	14,81	13,49	12,52	13,85	13,66
11	89	8,28	15,88	9,43	30,68	16,06
11	104	6,43	20,25	2,63	3,9	8,30
11	124	13,49	2,82	13,15	26,9	14,09
11	142	17,52	14,02	6,93	4,13	10,65
11	184	13,52	8,79	28,61	23,25	18,54
11	185	10,78	33,41	10,12	15,74	17,51
11	191	6,93	8,75	17,67	0	8,33
11	228	55,95	18,46	10,3	10,19	23,72
11	240	3,07	21,82	12,88	24,68	15,61
11	280	21,3	18,41	24,45	4,79	17,23
11	300	11,66	12,62	7,18	7,8	9,81
12	1	4,7	15,26	9,55	P	9,83
12	50	27,56	14,28	4	14,19	15,00
12	81	22,04	12,07	10,9	26,89	17,97
12	93	2,83	3,04	8,25	19,88	8,50
12	105	6,59	33,48	29,48	P	23,18
12	134	4,39	19,69	16,58	20,38	15,26
12	141	34,37	38,98	52,04	27,87	38,31
12	164	2,01	5,09	8,95	16,06	8,02
12	178	14,3	31,93	23,73	23,97	23,48
12	188	15,37	45,87	22,84	10	23,52
12	210	5	18,5	8,57	0	8,01
12	215	10,45	24,7	13,69	24,3	18,28
12	238	4,61	21,86	8,52	10,44	11,35

Grupos	Dente	Fatia 1	Fatia 2	Fatia 3	Fatia 4	Média
12	250	20,54	27,65	19,5	42,9	27,64
12	296	15,48	5,06	3,23	9,71	8,37
13	29	25,55	76,15	39,9	43,8	46,35
13	63	15,09	20,08	21,75	5,55	15,61
13	73	46,47	16,45	40,97	40,5	36,09
13	82	7,36	15,22	6,66	3,02	8,06
13	126	1,4	8,8	5,04	7,52	5,69
13	166	22,32	5,57	14,19	0	10,52
13	173	11,52	22,73	59,22	31,7	31,29
13	196	9,28	28,75	10,69	8,2	14,23
13	211	13,4	18	2,23	35,94	17,39
13	213	32,06	24,73	9,09	25,71	22,89
13	225	7,98	5,76	12,08	12,19	9,50
13	239	4,28	23,66	29,79	28,52	21,56
13	242	23,93	43,42	25,88	33,76	31,74
13	278	3,47	4,3	15	16,81	9,89
13	281	28,29	11,31	15,81	11,5	16,72
14	11	2,64	13,29	0	P	5,31
14	21	26,6	14,81	6,56	8,85	14,20
14	60	3,16	4,88	26,27	9,67	10,99
14	64	2,09	1,26	16,08	P	6,47
14	106	8,7	37,86	43,2	17,14	26,72
14	123	10,09	27,78	14,61	13,43	16,47
14	125	4,9	11,61	4,5	P	7,00
14	175	3,36	12,5	6,1	P	7,32
14	189	3,93	32,28	13,8	4,87	13,72
14	197	35	12,02	16,54	9,36	18,23
14	209	1,77	14,78	4,13	2,7	5,84
14	233	3,13	8,36	8,52	15,85	8,96
14	237	37,94	12,82	P	P	25,38
14	254	11,17	5,95	4,77	0	5,47
14	277	25,5	4,41	8,73	P	12,88
15	52	4,83	18,84	6,32	23,8	13,44
15	53	18,72	12,33	5,78	P	12,27
15	56	23,19	17,97	7,52	9,46	14,53
15	66	4,56	3,58	4,47	28,85	10,36
15	70	22,22	16,34	39,75	30,59	27,22
15	94	10,9	10	19,13	32,98	18,25
15	112	20,33	18,01	12,95	5,84	14,28
15	114	3,62	P	5,38	3,57	4,19
15	276	4	2,15	0	0	1,53
15	135	7,77	8,01	10,28	10,35	9,10
15	137	6,16	6,56	2,57	14,71	7,50
15	140	17,6	22	17,58	24,93	20,52

Grupos	Dente	Fatia 1	Fatia 2	Fatia 3	Fatia 4	Média
15	161	3,81	19,27	6,15	P	9,74
15	206	38,61	23,9	11,86	P	24,79
15	258	1,33	3,82	24,84	2,33	8,08
16	3	5,53	14,07	27,68	P	15,76
16	15	36,11	22,07	16,36	P	24,84
16	20	25,88	24,41	11,61	16,93	19,70
16	37	40,12	18,42	44,74	21,15	31,10
16	47	7,52	7,97	5,75	6,4	6,91
16	107	15,96	25,35	5,38	22,47	17,29
16	139	3,89	26,62	0	P	10,17
16	168	18,51	38,08	5,42	5,52	16,88
16	200	6,66	11,87	8,35	1,37	7,06
16	224	13,53	10,25	23,06	19,03	16,46
16	245	7,35	3,56	4,61	P	5,17
16	264	17,36	10,37	6,76	7,21	10,42
16	267	2,18	10,61	12,29	12,93	9,50
16	273	4,43	19,1	5,42	2,6	7,88
16	117	1,86	11,76	0	0	3,40
17	34	37,47	26,25	21,44	P	28,38
17	42	P	1,6	2,03	P	1,81
17	49	5,82	8,71	15,19	5,05	8,69
17	57	33,12	26,41	26,63	10,68	24,21
17	72	P	9,47	0	0	3,15
17	83	-6,27	2,1	5,53	11,58	6,37
17	96	18,64	44,12	36,74	22,68	30,54
17	99	14,4	23,33	17,62	P	18,45
17	122	36,41	16,6	21,07	P	24,69
17	171	1,21	5,6	0	1,88	2,17
17	202	1,77	0	0	P	0,59
17	231	14,08	28,58	10,26	12,82	16,43
17	246	1,77	4,07	1,88	3,88	2,90
17	162	13,92	9,75	21,5	41,93	21,77
17	291	16	2,98	3,55	5,4	6,98
18	69	12,8	45,36	28,44	33,93	30,13
18	95	12,65	43,02	18,1	14,77	22,13
18	98	44	34,14	11,87	6,26	24,06
18	108	P	8,06	9,7	13,56	10,44
18	167		28,39	11,64	12,82	17,61
18	181	24,35	24,14	17,74	38,72	26,23
18	199	18,14	9,04	21,72	7,5	14,10
18	212	13,36	11,98	14,9	15,3	13,88
18	229	14,34	6,14	19,53	9,57	12,39
18	252	18,52	18,31	8,9	10,63	14,09
18	259	7,18	9,06	17,12	12,57	11,48

Grupos	Dente	Fatia 1	Fatia 2	Fatia 3	Fatia 4	Média
18	269	23,76	42,02	18,51	35,37	29,91
18	271	2,71	24,34	19,5	11,63	14,54
18	283	12,78	28,04	40,67	9,62	22,77
18	286	39,54	18,97	29,91	5,91	23,58
19	35	30,88	9,88	12,16	9,87	15,69
19	39	8,97	4,57	3	5,64	5,54
19	46	4,72	4,58	6,33	20,24	8,96
19	58	35,55	8,77	17,22	29,44	22,74
19	78	20,53	47,84	31,75	21,23	30,33
19	103	10,53	15,14	12,19	31,14	17,25
19	113	9,8	11,52	2,98	P	8,10
19	152	0,5	0	0	0	0,12
19	155	19,61	4,4	2,9	P	8,97
19	201	1,7	15,3	3,67	P	6,89
19	214	6,38	3,84	6,48	19,04	8,93
19	227	3,12	5,05	9,91	18,15	9,05
19	270	11,76	3,04	3,73	P	6,17
19	297	44,57	39,23	34,8	29,11	36,92
20	13	1,97	9,71	0	P	3,89
20	16	1,75	3,02	4,56	P	3,11
20	19	P	16,29	P	8,1	12,19
20	30	8,9	4,04	6,94	4,05	5,98
20	51	25,62	79,88	56,08	29,33	47,72
20	71	P	3,61	3,08	5,88	4,19
20	80	1,23	5,34	2,73	P	3,10
20	119	12,47	35,26	17,98	15,22	20,23
20	165	P	7,17	10,12	7,1	8,13
20	186	22,65	29,17	23,65	11,34	21,70
20	205	3,06	9,04	7,73	15,38	8,80
20	220	6,88	2,5	2,29	6,93	4,65
20	234	4,76	10,86	8,07	0	5,922
20	282	15,52	23,95	21,52	5,08	16,51
20	292	6,63	1,57	6,83	2,57	4,40

ANEXO 4:
Média original e desvio padrão por grupo:

Level of	-----media-----		
grupo	N	Mean	Std Dev
1	15	15.2237222	8.0477774
2	14	18.9862500	11.8911861
3	15	15.2338333	12.8339965
4	15	11.6497778	13.1533193
5	15	17.4656667	11.2765218
6	14	17.8016071	9.6521902
7	15	8.4848889	7.8596797
8	15	23.3334444	13.2406726
9	13	12.1061538	12.7011152
10	15	13.5367222	8.4937228
11	15	13.7915000	4.3470289
12	15	17.1190000	8.8273985
13	15	19.8391667	11.7984018
14	15	12.3336667	6.9409843
15	15	13.0570000	7.2035880
16	15	13.5065000	7.7513086
17	14	13.114	10.754
18	15	19.1601111	6.7363494
19	14	13.2660119	10.3263652
20	15	11.37	11.795

ANEXO 5:

Teste de Dunnett comparando todos os grupos com o controle do sistema adesivo Gluma Comfort Bond:

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	19	80.5905713	4.2416090	2.20	0.0032
Error	275	530.6087279	1.9294863		
Corrected Total	294	611.1992991			
Alpha	0.05				

ComParisons significant at the 0.05 level are indicated by ***.

gruPos ComParison	Difference Between Means	Simultaneous 95% Confidence Limits
8 - 1	0.7008	-0.7779 2.1794
18 - 1	0.5260	-0.9526 2.0046
13 - 1	0.4892	-0.9894 1.9678
2 - 1	0.3394	-1.1655 1.8442
6 - 1	0.2707	-1.2341 1.7755
12 - 1	0.2278	-1.2508 1.7065
5 - 1	0.1850	-1.2937 1.6636
11 - 1	-0.1158	-1.5944 1.3628
16 - 1	-0.2537	-1.7324 1.2249
10 - 1	-0.2705	-1.7491 1.2081
15 - 1	-0.3219	-1.8005 1.1567
3 - 1	-0.3549	-1.8335 1.1238
14 - 1	-0.3967	-1.8753 1.0819
19 - 1	-0.4219	-1.9267 1.0829
17 - 1	-0.5249	-2.0035 0.9537
20 - 1	-0.7133	-2.1919 0.7653
9 - 1	-0.9483	-2.4828 0.5861
4 - 1	-1.0427	-2.5213 0.4359
7 - 1	-1.2046	-2.6832 0.2741

Teste de Dunnett comparando todos os grupos com o controle do sistema adesivo Bond One:

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	19	80.5905713	4.2416090	2.20	0.0032
Error	275	530.6087279	1.9294863		
Corrected Total	294	611.1992991			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	media2 Mean
0.131856	38.59766	1.389059	3.598818

ComParisons significant at the 0.05 level are indicated by ***.

grupos Comparison	Difference Between Means	Simultaneous 95% Confidence Limits
8 - 11	0.8166	-0.6621 2.2952
18 - 11	0.6418	-0.8368 2.1204
13 - 11	0.6050	-0.8736 2.0836
2 - 11	0.4552	-1.0496 1.9600
6 - 11	0.3865	-1.1183 1.8913
12 - 11	0.3436	-1.1350 1.8223
5 - 11	0.3008	-1.1779 1.7794
1 - 11	0.1158	-1.3628 1.5944
16 - 11	-0.1379	-1.6166 1.3407
10 - 11	-0.1547	-1.6333 1.3239
15 - 11	-0.2061	-1.6847 1.2725
3 - 11	-0.2391	-1.7177 1.2396
14 - 11	-0.2809	-1.7595 1.1977
19 - 11	-0.3061	-1.8109 1.1987
17 - 11	-0.4091	-1.8877 1.0696
20 - 11	-0.5975	-2.0761 0.8812
9 - 11	-0.8325	-2.3670 0.7019
4 - 11	-0.9269	-2.4055 0.5517
7 - 11	-1.0888	-2.5674 0.3899

ANEXO 6:

ANOVA, em esquema fatorial 2 X 3 X 3

The GLM Procedure

Class Level Information

Class	Levels	Values
conc	3	1 2 3
temPo	3	1 2 3
adesivo	2	1 2

Number of observations 265
The SAS System

06:59 Sunday, June 9, 2002 63

The GLM Procedure

DePndent Variable: media2

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	17	79.9162606	4.7009565	2.26	0.0035
Error	247	512.8431099	2.0762879		
Corrected Total	264	592.7593705			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	media2 Mean
0.134821	40.20483	1.440933	3.583980

Source	DF	TyP I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
conc	2	1.71775404	0.85887702	0.41	0.6617
temPo	2	41.99586143	20.99793071	10.11	<.0001
adesivo	1	0.66500914	0.66500914	0.32	0.5719
conc*temPo	4	16.71864856	4.17966214	2.01	0.0932
temPo*adesivo	2	4.55146127	2.27573063	1.10	0.3358
conc*adesivo	2	4.34556394	2.17278197	1.05	0.3527
conc*temPo*adesivo	4	9.92196223	2.48049056	1.19	0.3137

Source	DF	TyP III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
conc	2	1.57107631	0.78553816	0.38	0.6854
temPo	2	41.94441907	20.97220953	10.10	<.0001
adesivo	1	0.71512626	0.71512626	0.34	0.5578
conc*temPo	4	17.10250809	4.27562702	2.06	0.0867
temPo*adesivo	2	4.51190775	2.25595387	1.09	0.3390
conc*adesivo	2	4.29000088	2.14500044	1.03	0.3574
conc*temPo*adesivo	4	9.92196223	2.48049056	1.19	0.3137

 * SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA *
 * Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado *
 * Empresa de Pesquisa AgroPcuaria de Minas Gerais-EPAMIG *
 * ANALISE DA VARIABEL MEDIA - ARQUIVO: TESE *

CODIGO DO PROJETO:

RESPONSAVEL:

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL:

TRANFORMACAO DAS OBSERVACOES SEGUNDO RAIZ(X + 0)

NOME DOS FATORES

FATOR	NOME
A	ADESIVO
B	CONC
C	TEMPO

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
ADESIVO	1	0.5932670	0.5932670	0.2911	0.59679
CONC	2	1.6680071	0.8340035	0.4092	0.67048
TEMPO	2	42.4376302	21.2188151	10.4104	0.00016
ADE*CON	2	4.4427431	2.2213715	1.0899	0.33844
ADE*TEM	2	4.4663121	2.2331560	1.0956	0.33646
CON*TEM	4	16.5444904	4.1361226	2.0293	0.08976
ADE*CON*TEM	4	9.9196128	2.4799032	1.2167	0.30349
RESIDUO	252	513.6325896	2.0382246		
TOTAL	269	593.7046522			

MEDIA GERAL = 3.588797

COEFICIENTE DE VARIACAO = 39.781 %

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
ADESIVO	1	0.5932670	0.5932670	0.2911	0.59679
CONC	2	1.6680071	0.8340035	0.4092	0.67048
TEMPO	2	42.4376302	21.2188151	10.4104	0.00016
ADE*CON	2	4.4427431	2.2213715	1.0899	0.33844
ADE*TEM	2	4.4663121	2.2331560	1.0956	0.33646
CON*TEM	4	16.5444904	4.1361226	2.0293	0.08976
ADE*CON*TEM	4	9.9196128	2.4799032	1.2167	0.30349
RESIDUO	252	513.6325896	2.0382246		
TOTAL	269	593.7046522			

MEDIA GERAL = 3.588797

COEFICIENTE DE VARIACAO = 39.781 %

REGRESSAO POLINOMIAL PARA OS NIVEIS DE TEMPO

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
REGRESSAO LINEAR	1	41.3156756	41.3156756	20.27042	0.00007
REGRESSAO QUADR.	1	1.1218939	1.1218939	0.55043	0.53441
RESIDUO	252	513.6325896	2.0382246		

EQUACOES POLINOMIAIS

*	*	X	*	X^2	*
* Y =	4.320626 *	-0.0209094 *			*
* Y =	4.668753 *	-0.0447809 *		0.00030945 *	*

MEDIAS AJUSTADAS PLAS EQUACOES DE REGRESSAO

NIVEIS	MEDIAS OBS.	MEDIAS ORIG.	LINEAR	QUADR.
15.000	4.0667	16.5378	4.0070	4.0667
30.000	3.6038	12.9876	3.6933	3.6038
60.000	3.0959	9.5846	3.0661	3.0959
COEF. DETERMINACAO			0.9736	1.0000