

Marília Cherulli Dutra

**Influência da concentração de clorexidina em  
relação ao tempo e meio de armazenagem na  
resistência de união de sistemas adesivos**

Dissertação apresentada à  
Faculdade de Odontologia da  
Universidade Federal de Uberlândia,  
para obtenção de Título de Mestre  
em Odontologia, na Área de Clínica  
Odontológica Integrada.

Uberlândia, 2011

Marília Cherulli Dutra

# **Influência da concentração de clorexidina em relação ao tempo e meio de armazenagem na resistência de união de sistemas adesivos**

Dissertação apresentada à  
Faculdade de Odontologia da  
Universidade Federal de Uberlândia,  
para obtenção de Título de Mestre  
em Odontologia, na Área de Clínica  
Odontológica Integrada.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Sérgio Quagliatto

Co-Orientadora: Profa. Dra. Veridiana Resende Novais Simamoto

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Paulo Sérgio Quagliatto

Profa. Dra. Veridiana Resende Novais Simamoto

Prof. Dr. Carlos José Soares

Prof. Dr. Carlos Eduardo Francci

Uberlândia

2011



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

AV. Pará, 1720, bloco 2u – sala 2U09 – Campus Umuarama - UBERLÂNDIA –MG – 38400-902  
(0XX) 034 –3218-2550



**RELATÓRIO DA COMISSÃO JULGADORA DA 192<sup>a</sup> DEFESA DE  
MESTRADO DA CD MARÍLIA CHERULLI DUTRA DO PROGRAMA DE  
PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA DESTA UNIVERSIDADE.**

Às quatorze horas do dia dezoito de fevereiro do ano de dois mil e onze, reuniu-se a Comissão Julgadora aprovada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, para o julgamento da Dissertação de Mestrado apresentada pela candidata MARÍLIA CHERULLI DUTRA com o título "Influência da concentração de clorexidina em relação ao tempo e meio de armazenagem na resistência de união de sistemas adesivos". O julgamento do trabalho foi realizado em sessão pública compreendendo a exposição, seguida de arguição pelos examinadores. Encerrada a arguição, cada examinador, em sessão secreta, exarou o seu parecer. A Comissão Julgadora, após análise do Trabalho, verificou que o mesmo encontra-se em condições de ser incorporado ao banco de Dissertações e Teses da Biblioteca desta Universidade. Acompanham este relatório os pareceres individuais dos membros da Comissão Julgadora.

Uberlândia, 18 de fevereiro de 2011.

Prof. Dr. Paulo Sérgio Quagliatto  
Titulação: Doutor  
Universidade Federal de Uberlândia – UFU

Aprovado/Reprovado

Prof. Dr. Carlos José Soares  
Titulação: Doutor  
Universidade Federal de Uberlândia - UFU

Aprovado/Reprovado

Prof. Dr. Carlos Eduardo Francci  
Titulação: Doutor  
Universidade São Paulo

Aprovado/Reprovado

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

---

D978i Dutra, Marília Cherulli, 1985-  
2012 Influência da concentração de clorexidina em relação ao tempo  
e meio de armazenagem na resistência de união de sistemas adesi-  
vos / Marília Cherulli Dutra. -- 2012.  
113 f. : il.

Orientador: Paulo Sérgio Quagliatto.  
Co-orientador: Veridiana Resende Novais Simamoto

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia.  
Inclui bibliografia.

1. Odontologia - Teses. 2. Materiais dentários - Teses. I. Qua-  
gliatto, Paulo Sérgio. II. Simamoto, Veridiana Resende Novais.  
III. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Gradua-  
ção em Odontologia. IV. Título.

---

CDU: 616.314

## DEDICATÓRIA

### A Deus

*"O Senhor é meu pastor e nada me faltará"*

*(Salmo 23)*

*Agradeço a Deus por esta conquista, por me fortalecer a cada dia, diante de cada dificuldade superada durante esta etapa, acreditando que dias melhores sempre virão. Agradeço também por Ele ter colocado na minha vida pessoas extremamente importantes, as quais foram solidárias quando necessitei de ajuda e companheiras nos momentos de alegria.*

### Aos meus pais, Darcy e Ana Angélica

*Agradeço a vocês por acreditarem no meu potencial e investirem na minha educação, por não medirem esforços para realização deste sonho, que não é só meu, é de vocês também! A cada dia da minha vida me inspiro no exemplo que vocês me passam de dedicação, honestidade, responsabilidade e amor.*

*Agradeço a Deus pelo presente em tê-los como meus pais, por terem me dado uma base familiar sólida, para que eu possa traçar meu caminho da melhor forma possível. Obrigada! Amo vocês!*

### Ao meu avô Amir Cherulli

*Que está sempre presente, incentivando nosso crescimento e valorizando o bem sagrado que é a família. O senhor é exemplo de força e vitalidade que pretendo seguir em minha vida. Um agradecimento especial da*

*"Primogênita do Vô!"*

**A minha madrinha Nereidy**

*Que apesar da distância física entre nós, acompanha cada etapa da minha vida. Obrigada por estar sempre presente, com incentivos, elogios, conversas e brincadeiras.*

**Ao meu namorado Elias**

*Cariño, obrigada pelo companheirismo, pelo seu carinho, apoio e dedicação. Nossa amor torna os meus dias mais leves e felizes, mesmo em meio a dificuldades e preocupações. Obrigada por estar ao meu lado na realização deste sonho.*

**A minha co-orientadora Veridiana**

*Você esteve presente desde a idealização deste projeto de pesquisa, me acompanhou em cada etapa de desenvolvimento, auxiliando nas dificuldades e vibrando nos momentos de conquista. Obrigada pelo seu apoio, incentivo, pela disponibilidade e por acreditar no meu trabalho. Essa conquista também é sua! Muito Obrigada!*

**Ao meu orientador Paulo Quagliatto**

*Professor, obrigada por ter me dado a oportunidade de realização do mestrado acreditando no meu potencial. Você é um exemplo de professor e admiro-o pelo empenho e entusiasmo que conduz a vida acadêmica. Muito Obrigada!*

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

### **A minha família**

*Aos meus avós, tios e primos que tiveram participação especial nesta conquista. Obrigada pelo incentivo, apoio e orações. E se em alguns momentos estive ausente, foi por me dedicar à realização deste sonho. Vocês são muito especiais para mim!*

### **Aos professores da banca de qualificação**

*Prof. Dr. Paulo César de Freitas Santos Filho, Prof. Dr. Paulo Vinícius Soares e Prof. Dr. Márcio Magno Costa. Obrigada pelas considerações que muito engrandeceram o meu trabalho.*

### **Ao Prof. Dr. Carlos José Soares**

*Obrigada pela oportunidade de realizar um trabalho de iniciação científica, o qual me despertou o interesse pela carreira acadêmica. Admiro a forma com que você conduz a pesquisa. Obrigada.*

### **Aos professores Gisele, Roberto Elias e Murilo**

*Obrigada por se mostrarem sempre dispostos a ajudar e incentivar o meu crescimento profissional. Em especial ao Prof. Dr. Murilo, por acreditar no meu trabalho, me incentivando e aconselhando.*

### **Aos alunos de iniciação científica, Jéssica Idelmino, Guilherme Faria, Giselle, Carlla Martins**

*A oportunidade de participar dos projetos de vocês auxilia meu aprimoramento profissional e crescimento pessoal. Em especial ao Guilherme, que participou com dedicação de todas as fases do desenvolvimento desta pesquisa.*

### **Aos meus amigos**

*Amigos tornam a vida mais divertida!*

*Agradeço a presença de todos vocês nesse período, por compartilharem comigo este momento; em especial a Samanta, Natália Antunes, Fabiane Maria, Lívia, Luciana Bertoldi, Thaís Fayad, Diego Spirandelli, Gabriela Mesquita, Marina Bomfim, Renata Petroni, Maria Helena Cicci, Ludmila Mendonça, Cássio Gozuen.*

### **As minhas amigas Liliane e Natércia**

*Agradeço a oportunidade em tê-las como minhas co-orientadoras de iniciação científica, pois nos tornamos grandes amigas e hoje compartilhamos momentos de felicidade e realizações em nossas vidas.*

### **Aos amigos de mestrado**

*Obrigada a todos os amigos de mestrado por terem auxiliado no meu crescimento profissional e pessoal, em especial a Marina Roscoe, Daniela Miyagaki, Ana Cristina, Germana, Bruno Reis, Karla Zancopé, Renata Gil, João, Mariana Pereira, Thaís.*

### **Aos amigos da Dentística**

*Luís Raposo, Lorraine, Fabrícia, Aline, Rodrigo Jaíba, Crisnicaw, Andréa Dolores, Lucas Zago, Euridsse, Cristhiane Leão, Dalila, Érice. Obrigada pelos momentos de aprendizado e descontração.*

### **Ao Senhor Advaldo**

*Agradeço pela paciência, pelos conselhos e carinho com que nos trata, e ainda pelos auxílios com materiais.*

**Aos professores da Faculdade de Odontologia**

*Conviver com vocês contribui para minha formação como docente. Muito  
obrigada!*

**Aos funcionários da FOUFU**

*Obrigada pela disposição em auxiliar-nos sempre que solicitamos. Em  
especial à Abigail, Graça e Zélia.*

## AGRADECIMENTOS

**À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, pela**  
*formação acadêmica de qualidade, com incentivo a pesquisa, ensino e extensão. Pela pós-graduação bem conceituada que me permitiu aprimoramento profissional.*

**À empresa 3M ESPE, pela doação do material necessário para confecção das restaurações.**

**À Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, em nome do Prof. E.W. Kitajima que permitiu o desenvolvimento de parte deste trabalho,**  
*disponibilizando a infra-estrutura e equipamentos.*

**À CAPES, pela concessão de bolsa, essencial para desenvolvimento deste estudo.**

## EPÍGRAFE

*“Bom mesmo é ir a luta com determinação, abraçar a vida e viver com paixão. Perder com classe e ganhar com ousadia, porque o mundo pertence a quem se atreve e a vida é muito para ser insignificante”.*

*Charles Chaplin*

*“Em tempo algum o homem realizou algo de bom, de grande ou de belo sem depositar, na sua obra idealizada, todo seu esforço, toda sua renúncia e toda sua dedicação”.*

*Autor desconhecido.*

## **SUMÁRIO**

**LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS 1**

**RESUMO 2**

**ABSTRACT 4**

**1. INTRODUÇÃO 7**

**2. REVISÃO DE LITERATURA 11**

**3. PROPOSIÇÃO 57**

**4. MATERIAIS E MÉTODOS 59**

**5. RESULTADOS 74**

**6. DISCUSSÃO 81**

**7. CONCLUSÃO 89**

**8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 91**

**9. ANEXO 102**

## ABREVIATURAS E SIGLAS

mm – Unidade de comprimento (milímetro)  
mm<sup>2</sup> – Unidade de área (milímetro quadrado)  
mW/cm<sup>2</sup> – Unidade de densidade de energia (miliwatts por cenímetro quadrado)  
mm/min – Unidade de velocidade (milímetro por minuto)  
N – Unidade de pressão – carga aplicada (Newton)  
α - Nível de confiabilidade  
% - porcentagem  
µm – Unidade de comprimento (micrômetro)  
µTBS – Resistência de união por microtração  
°C – Unidade de temperatura (graus Celsius)  
MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura  
MET – Microscopia Eletrônica de Transmissão  
CHX – Digluconato de clorexidina  
SC – Sistema adesivo Adper Scotchbond Multi-Purpose  
XP – Sistema adesivo XP Bond  
MMP – Enzimas endógenas (Metaloproteinases)  
MPa – Unidade de força (MegaPascal)  
A – Falha adesiva  
CD – Fratura coesiva em dentina  
CR – Fratura coesiva em resina  
M – Fratura mista

## RESUMO

Significantes avanços tecnológicos e químicos de materiais odontológicos ocorreram nas últimas décadas, contribuindo para aumento da longevidade de restaurações adesivas. O objetivo deste estudo foi avaliar a influência da concentração de clorexidina, tempo e diferentes meios de armazenagem na resistência de união de sistemas adesivos à dentina, por meio de ensaio mecânico de microtração. O estudo foi realizado em duas etapas; na primeira etapa 30 terceiros molares humanos íntegros foram selecionados. O esmalte oclusal foi seccionado, expondo dentina média, a qual foi condicionada com ácido fosfórico 37%. Os espécimes foram divididos em três grupos ( $n=10$ ) de acordo com o tratamento da dentina com diferentes concentrações de digluconato clorexidina (CHX), sendo: grupo C (controle), não recebeu tratamento com clorexidina; grupo  $0,12Chx$ , aplicação de CHX a 0,12% durante 60 s; e grupo  $2Chx$ , aplicação de CHX 2% por 60 s. Posteriormente, cada grupo foi subdividido em dois grupos ( $n=5$ ) de acordo com o sistema adesivo utilizado: SC, Adper Scotchbond Multi-Purpose, e XP, XP Bond. Todos os espécimes foram restaurados com resina composta Filtek Z350 XT; e seccionados em palitos de área de seção de  $\pm 1 \text{ mm}^2$ . Estes foram submetidos ao ensaio de microtração imediatamente ( $T_0$ ) e após 4 meses de armazenagem ( $T_4$ ) em saliva artificial. Para segunda análise deste estudo, 15 terceiros molares humanos íntegros tiveram a superfície oclusal seccionada e condicionada com ácido fosfórico 37%. Os dentes foram divididos em três grupos ( $n=5$ ) de acordo com o tratamento da dentina com clorexidina:  $Np$  (controle), não recebeu tratamento com clorexidina;  $0,12CHX$ , tratamento dentinário com solução de clorexidina a 0,12% durante 60 s; e  $2CHX$ , tratamento com clorexidina a 2% por 60 s. Os espécimes receberam aplicação de sistema adesivo Adper Scotchbond Multi-Purpose e foram restaurados com resina composta Filtek Z350 XT. Palitos de resina/dentina de  $\pm 1 \text{ mm}^2$  foram seccionados e submetidos ao ensaio de microtração imediatamente ( $T_0$ ) e após 4 meses de armazenagem ( $T_4$ ) em óleo mineral a 37°C. Os resultados desta segunda análise foram comparados com os resultados dos grupos em que foi

utilizado o sistema adesivo Adper Scotchbond Multi-Purpose da primeira análise. Os dados obtidos foram estatisticamente analisados pela análise de variância factorial e teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). Os resultados da primeira análise mostraram diferença estatisticamente significante nos valores de resistência de união para o fator envelhecimento ( $p<0,001$ ) e fator adesivo ( $p<0,001$ ). O padrão de falha foi analisado pelo Teste Exato de Fisher, o qual mostrou diferença estatística dentro dos grupos; prevalecendo falha mista em  $T_0$  e falha adesiva após envelhecimento para os grupos SC, exceto os grupos tratados com CHX a 2%; e os grupos XP apresentaram prevalência de falhas adesivas em  $T_0$  e falhas mistas em  $T_4$ , exceto os grupos tratados com clorexidina 2%. Na segunda análise deste estudo foi encontrada diferença estatisticamente significante para o meio de armazenagem ( $p<0,001$ ), e entre envelhecimento e meio de armazenagem ( $p<0,001$ ). Teste Exato de Fisher mostrou diferença significante no padrão de falha dentro de cada grupo; e prevalência de falhas mistas e adesivas. Portanto, o uso de clorexidina não influenciou nos valores de resistência de união dos sistemas adesivos testados, no entanto a CHX 2% mostrou ter influência no padrão de fratura. Diferença na resistência de união dos sistemas adesivos foi detectada, sendo que o adesivo de 3 passos apresentou maiores valores. E espécimes armazenados em saliva artificial apresentaram degradação da interface resina/dentina e redução na resistência de união, características não encontradas nos grupos armazenados em óleo mineral.

**Palavras-chave:** Clorexidina, resistência de união, metaloproteinases, envelhecimento, sistemas adesivos, meios de armazenagem.

## ABSTRACT

Significant technological advances in dental materials and chemicals have occurred in recent decades, contributing to increased longevity of adhesive restorations. The aim of this study was to evaluate the influence of the chlorhexidine concentration, time and storage condition on the microtensile bond strength of adhesive systems. The study was conducted in two stages; for the first analysis of this study, thirty noncarious human molars were sectioned to expose middle-coronal dentin, which was etched with 37% phosphoric acid. Specimens were randomly assigned to the following treatments with chlorhexidine digluconate (CHX) (n=10): group C (control), no treatment was done; group 0.12Chx, aqueous solutions of 0.12% Chx; group 2CHX, aqueous solutions of 2% CHX. Each group was subdivided in accordance with adhesive systems (n=5): SC, Adper Scothbond Multi-Purpose; and XP, XP Bond. All were restored with resin composite Filtek Z350 XT. Resin-dentin sticks with cross-sectional area approximately of  $\pm 1.0\text{mm}^2$  were submitted to microtensile bond strength ( $\mu\text{TBS}$ ) test immediately ( $T_0$ ) and after 4 months of storage in artificial saliva ( $T_4$ ). For the second analysis this study, a flat middle dentin surface was prepared on 15 extracted human molars and was etched with 37% phosphoric acid. Specimens were randomly divided according to the treatments with CHX (n=10): *Np*, no pretreatment; 0.12CHX, aqueous solutions of 0.12% CHX; 2CHX, aqueous solutions of 2% CHX. All specimens were bonded with Adper Scothbond Multi-Purpose and restored with resin composite Filtek Z350 XT. Resin-dentin sticks with cross-sectional area of approximately  $\pm 1.0\text{mm}^2$  were submitted to microtensile bond strength test immediately ( $T_0$ ) and after 4 months of storage ( $T_4$ ) in mineral oil. The results of this second analysis were compared with the results of the groups that used the Adper Scothbond Multi-Purpose adhesive system of the first evaluation. The data were submitted to statistical analysis by 3-way analysis of variance (ANOVA) and the Tukey Honestly Significant Difference (HSD) test ( $\alpha=.05$ ). Results of first evaluation showed statistically significant differences on bond strength values to aging factor ( $p<.001$ ) and adhesive factor ( $p<.001$ ). The failure mode was analyzed by

Fisher's Exact Test, which demonstrated significant differences within the groups; prevalence of mixed in  $T_0$  and adhesive failure after aging to  $SC$  groups, except the groups treated with 2% CHX; and  $XP$  groups had a prevalence of adhesive failures at  $T_0$  and mixed failures in  $T_4$ , except the groups treated with 2% chlorhexidine. For the second evaluation, was found statistically significant differences between the bond strength of storage media ( $p < .001$ ) and between aging versus the storage media ( $p < .001$ ). Fisher's Exact Test demonstrated significant differences between the failure mode within the groups; prevalence of mixed and adhesive failure. Therefore, the use of chlorhexidine did not influenced the bond strength values of the adhesive systems tested, however of 2% CHX showed influence in the dental structure. Differences in adhesives systems were detected, which 3-step etch-and-rinse adhesive presented higher bond strength values than 2-step etch-and-rinse adhesive; and after 4 months of aging, the bond strength values were lower, regardless of the adhesive system tested. Specimens stored in artificial saliva long-term showed interface degradation by hydrolysis and reduction on bond strength, unobserved characteristics in mineral oil storage.

**Keywords:** Chlorhexidine, bond strength, Metalloproteinases, aging, adhesive systems, storage media.

## ***INTRODUÇÃO***

---

## 1. INTRODUÇÃO

O sucesso clínico de uma restauração baseia-se, sobretudo, no selamento marginal entre o material restaurador e as margens do preparo cavitário (Carrilho *et al.*, 2002). Apesar da significante melhoria dos sistemas adesivos, a durabilidade e estabilidade das interfaces de união resina/dentina permanecem questionáveis, uma vez que a diminuição na resistência de união tem sido atribuída à degradação da interface de união dentina/adesivo (Hashimoto *et al.*, 2003; Carrilho *et al.*, 2007a).

A eficácia dos sistemas adesivos convencionais de três passos, que possuem separação de monômeros hidrofóbicos é bem conhecida por permitir boa penetração do primer e do adesivo nos túbulos dentinários, formando distinta região hibridizada e fina camada de adesivo na região de interface (Griffiths & Watson, 1995). Além disso, possuem menores coeficientes de difusão e solubilidade quando armazenados em água, em comparação aos “adesivos simplificados”, que combinam primer e bond (Malacarne *et al.*, 2006). Adesivos simplificados se comportam como membranas semi-permeáveis após a polimerização, o que permite difusão da água pela interface adesiva podendo ativar mecanismos de degradação, favorecendo a redução de resistência de união (Paul *et al.*, 1999).

Estudos têm mostrado que um dos mecanismos envolvidos na degradação da interface de união adesivo/dentina pode estar relacionado com a etapa de condicionamento ácido da dentina, que ativa metaloproteinases (MMPs) endógenas (Tjäderhane *et al.*, 1998; Pashley *et al.*, 2004; Carrilho *et al.*, 2007a; Mazzoni *et al.*, 2006). Estas possuem atividade enzimática que degrada as fibrilas de colágeno tipo I localizadas na camada híbrida (Gwinnett, 1994; Mazzoni *et al.*, 2006; Nishitani *et al.*, 2006), que é essencial para garantir a longevidade da interface adesiva. Entretanto, a atividade colagenolítica das MMPs pode ser suprimida por inibidores de proteases a médio e longo prazo (Van Dijken, 2000), como o gluconato de clorexidina (CHX), aplicado sobre a superfície dentinária após condicionamento ácido (Pilo *et al.*, 2001; de Castro *et al.*, 2003; Say *et al.*, 2004), proporcionando melhora da integridade da

camada híbrida e resistência de união a longo prazo (Carrilho *et al.*, 2007a, 2007b; Breschi *et al.*, 2009, 2010).

Os efeitos benéficos da CHX na interface resina-dentina foram demonstrados em estudos *in vitro* (Carrilho *et al.*, 2007a, 2010; Breschi *et al.*, 2010) e *in vivo* (Carrilho *et al.*, 2007b; Ricci *et al.*, 2010), a qual possui potente atividade anti-MMP-2, -8 e -9, oferecendo uma alternativa valiosa para os clínicos que buscam atrasar o processo de degradação das restaurações adesivas (Gendron *et al.*, 1999). O uso de CHX 2 e 0,2% na cavidade após o condicionamento ácido da dentina leva a preservação da camada híbrida tanto na análise do padrão de fratura, como da resistência de união em espécimes envelhecidos *in vitro* (Komori *et al.*, 2009; Breschi *et al.*, 2010).

No entanto, outro mecanismo de degradação da interface adesiva é a hidrólise (Hashimoto *et al.*, 2003). A presença de água no complexo resina-dentina leva ao rompimento das ligações covalentes entre os polímeros pela adição de água ao éster, resultando em perda de massa (Tay *et al.*, 2003, 2005), diminuindo a resistência de união entre adesivos e dentina ao longo do tempo (Ferracane, 2006). Há evidências de alteração nas propriedades mecânicas e redução de resistência de união de amostras envelhecidas em água e saliva artificial dentro de 2 a 6 meses (Ferracane *et al.*, 1995; Hashimoto *et al.*, 2003; Carrilho *et al.*, 2005a, 2010).

Portanto, os métodos de envelhecimento artificial são importantes para analisar os processos de degradação dos tecidos orgânicos e / ou biomateriais (Hashimoto *et al.*, 2000), assim como as mudanças em suas propriedades mecânicas (Carrilho *et al.*, 2005b). Métodos de envelhecimento podem simular fatores mecânicos, pela ciclagem térmica e mecânica (Frankenberger & Tay, 2005); e reações químicas em diferentes condições de armazenamento (Carrilho *et al.*, 2005a; Reis *et al.*, 2010; Breschi *et al.*, 2010). Estudos *in vitro* que avaliam resistência de união têm utilizado água (Hashimoto *et al.*, 2003) ou saliva artificial (Pashley *et al.*, 2004; Breschi *et al.*, 2009; Breschi *et al.*, 2010) como meio de armazenagem para envelhecimento de amostras. Por outro lado, o óleo mineral pode ser usado como meio de

armazenagem para evitar os efeitos da água e preservar a interface de união dentina-resina (Carrilho *et al.*, 2005a).

Diante deste contexto, o objetivo deste estudo foi avaliar a influência da concentração de clorexidina em relação ao tempo e meio de armazenagem na resistência de união de sistemas adesivos. As hipóteses testadas foram: (1) diferentes concentrações de clorexidina influenciam na resistência de união de diferentes sistemas adesivos ao longo do tempo; (2) espécimes armazenados em óleo mineral não apresentam alteração nos valores de resistência de união e padrão de fratura.

## ***REVISÃO DE LITERATURA***

---

## 2. REVISÃO DE LITERATURA

Nakabayashi *et al.*, em 1982, avaliou a união entre monômeros resinosos 4-META, contendo grupos hidrofílicos e hidrófobos, à dentina e ao esmalte. O condicionamento do substrato dentário com cloreto férrico 3% e ácido cítrico 10%, previamente a união, mostrou-se eficiente em facilitar a infiltração dos monômeros resinosos no substrato dentário. Após a polimerização, foi observada uma boa adesão entre os monômeros e o substrato dentário. A resistência a tração entre o monômero e a dentina foi de 18 MPa. A avaliação por meio de microscopia eletrônica de transmissão sugeriu a existência de boa afinidade entre os monômeros e o substrato dentário. Ao contrário do que se pensava anteriormente, essa boa adesão não foi promovida por embricamento mecânico dentro dos túbulos dentinários, mas sim pela formação de uma camada híbrida, contendo fibrilas colágenas infiltradas por monômeros resinosos sobre a extensão da superfície dentinária.

Van Noort *et al.*, (1989), realizaram análise dos ensaios de resistência de união à tração e ao cisalhamento, e concluíram que técnicas comumente utilizadas para a medição da resistência de união pode dar apenas um valor nominal para a resistência de união e não a tensão verdadeira na fratura devido à natureza não-uniforme da distribuição de tensões entre o adesivo e dentina. Além disso, foi mostrado que a distribuição de tensões na interface pode ser afetada pelo modo de aplicação de carga, propriedades dos materiais, bem como módulo de elasticidade, e tamanho do cilindro de resina composta utilizado. Notaram ainda que, alterações de geometria e aplicação de adesivo na interface de união podem afetar a distribuição de tensão levando a significante efeito na mensuração da resistência de união à dentina.

Van Noort *et al.*, (1991), avaliaram a geometria da interface de união à dentina com objetivo de padronizar um método que diminuísse as discrepâncias de dados obtidos. Para tanto, realizaram ensaios mecânicos de tração convencional e simulações pelo método de elementos finitos, concluindo

que a variação de aplicação do sistema adesivo no espécime leva a diferentes resultados de resistência de união. Os espécimes que receberam aplicação de adesivo em toda a superfície tiveram resultados duas vezes maiores que aqueles que receberam adesivo somente na superfície dentinária. Análise em elementos finitos demonstrou concentração de tensão nas bordas das restaurações, variando de acordo com a forma de aplicação do sistema adesivo, o que sugere o local de início da fratura. Portanto, os autores realçaram a necessidade de padronização do ensaio mecânico adequado para este tipo de análise e do método de confecção de espécimes.

Devido a dificuldades técnicas encontradas em testes de resistência de união, como tração e cisalhamento, principalmente em relação à interface de união, Sano *et al.*, (1994) propuseram preparo de espécimes em miniaturas para teste de resistência de união da dentina humana e sistemas adesivos. Foi desenvolvido novo conceito de teste mecânico em odontologia, teste de tração em miniatura, então denominado teste de microtração. Na metodologia foram utilizados 30 molares humanos que tiveram o esmalte da superfície oclusal removidos, a superfície dentinária foi condicionada e restauração de resina composta de 5 mm de altura foi construída. Após 24 horas dentes foram seccionados ao longe eixo em 10 a 20 fatias de 0,5 a 3 mm de espessura, que foram desgastadas em formato curvo na porção mais estreita da interface adesiva com ponta diamantada em alta rotação, gerando espécime em formato de ampulheta. Os espécimes foram fixados em dispositivo de teste (Bencor Multi-T) com adesivo de cianoacrilato e submetidos a força de tração com velocidade constante de 1mm/min. A força de tração no momento da fratura do espécime foi dividida pela secção transversal da região fraturada, obtendo-se o resultado de resistência de união ( $\mu$ TBS) em Mega Pascal (MPa). Os autores constataram que os valores de resistência de união em espécimes com áreas adesivas reduzidas eram maiores e apresentavam menor discrepância entre os mesmos. Este fenômeno é explicado pela teoria de Griffith (1920) para corpos frágeis, em que corpos maiores podem apresentar defeitos e/ou concentradores de tensões na interface ou no substrato das amostras, locais

que início de falha. Interfaces com área média de 1,6 – 1,8 mm<sup>2</sup> mostram resultados de resistência de união com mínima dispersão e fratura adesivas.

Tendo em vista que a resistência de uma interface de união deve ser igual à resistência coesiva do substrato ao qual está ligado, Gwinnett (1994) avaliou a resistência coesiva da dentina de modo a oferecer uma oportunidade de comparar os dados com os valores de resistência ao cisalhamento de agentes de união dentinário disponíveis no mercado. No método utilizado foi aplicada uma força de cisalhamento permanente a uma coluna padrão circular de dentina com o dente do qual ele foi cortado com uma broca diamantada tubular. A média da resistência coesiva da dentina no modo de cisalhamento, com base em 30 espécimes, foi de 36,18 + / - 6,81 MPa.

Pashley *et al.*, (1995), realizaram revisão de literatura abordando os métodos de testes utilizados para obtenção de valores de resistência de união de adesivos dentais. Observaram que além das variáveis já conhecidas como, substrato, condicionamento da superfície, adesivo utilizado e modo de armazenamento, o teste compõe etapa importante e havia a necessidade de padronização para que haja possibilidade de comparação de pesquisas de centros diferentes. Demonstraram que o teste de microtração é o ensaio mais apropriado para verificação da resistência de união de produtos odontológicos, apresentando como vantagens possibilidade de testes de áreas muito pequenas, que possuem melhor distribuição de tensões, maior valor de resistência de união e fratura adesiva prevalente. Como desvantagem necessita técnica minuciosa para preparo de amostras e requer equipamentos especiais. Os autores destacaram ainda a necessidade de padronização do método.

Griffiths & Watson em 1995, analisaram por meio de microscopia confocal, a formação e o comportamento da interface de união criada pelo sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose. Analisando a morfologia da interface de união, observaram camada híbrida de 3 - 4 µm, o que

anteriormente demonstrado por Van Meerbeek (1993). Os autores concluíram que a adesão de resina composta à dentina ocorre por micro-retenções formadas pela impregnação da matriz colágena desmineralizada pela resina, além de reações químicas. A presença de tags de resina dentro dos túbulos dentinários influencia no sucesso da adesão, no entanto, ainda não é bem esclarecida. Respeitando o protocolo de aplicação, o sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose mostrou infiltração satisfatória do primer e bond nos túbulos dentinários, formando uma fina camada de adesivo na região de interface. Aplicação de jato de ar aumentou a penetração do primer e do adesivo nos túbulos dentinários, aumentou a espessura da camada de adesivo nas irregularidades da superfície e nos ângulos do preparo cavitário. E problemas na manipulação do sistema adesivo podem ser explicados pela diferença na viscosidade do primer e adesivo.

Ferracane e colaboradores, em 1995, avaliaram a dureza e módulo de elasticidade da resina composta Z100 após período de envelhecimento em água de 1, 7, 30, 60 e 180 dias, a 37°C. Observaram que em até 30 dias de armazenagem os espécimes apresentaram reduções significativas nos valores de dureza (média de 16% a 22%), módulo de elasticidade (média de 11%) e resistência à flexão (média de 25% a 29%). Após 30 dias os efeitos do envelhecimento não foram significantes. No entanto, o tratamento térmico de polimerização leva a melhorias nas propriedades dos compósitos, no entanto este é em curto prazo, pois a imersão em água altera a matriz da resina.

Pashley & Carvalho, em 1997, realizarão uma revisão de literatura sobre a estrutura dentinária, sua relação com a união de sistemas adesivos e a importância da penetração do material resinoso nos túbulos dentinários e nos espaços criados entre as fibrilas colágenas após o condicionamento ácido. Concluíram que o condicionamento ácido produz alterações importantes na composição química e física do substrato dentinário que podem influenciar a qualidade da união resina/dentina, sua resistência e provavelmente sua durabilidade.

Armstrong *et al.*, (1998), conduziram estudo para determinar a resistência de união de dois adesivos dentais de condicionamento total e passos múltiplos, empregando o teste mecânico de microtração ( $\mu$ s), recentemente introduzido, e ainda avaliaram o modo de falha dos espécimes com microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os dentes tiveram a superfície oclusal removida, foram condicionados e restaurações de resina de composta de 6mm foram feitas. Após armazenamento de 24 horas em cloramina T 0,5% os dentes foram seccionados ao longo eixo em fatias de 0,8 – 0,9 mm, que foram desgastadas na região adesiva com ponta diamantada, gerando espécimes em formato de ampulheta com área adesiva de  $0,5\text{mm}^2$ . Após teste de microtração a análise de padrão de fratura, os autores verificaram que não houve diferença estatisticamente significante entre os dois adesivos para valores de resistência de união e padrão de fratura; e a espessura do remanescente de dentina não afetou a mensuração de resistência de união.

Nakabayashi *et al.*, (1998), analisaram a eficácia de amostras em formato de haltere de tamanho reduzido (7 mm x 2 mm), objetivando identificar com maior facilidade defeitos na infiltração de adesivo na dentina dos corpos de prova. Lembraram ainda que dados de resistência de união não sejam a razão única para avaliar a adesão da dentina, havendo a necessidade de investigação da interface adesiva por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e transmissão (MET) para melhor caracterização do mecanismo de adesão. Os dentes tiveram esmalte oclusal removido, a após serem lixados a superfície foi condicionada com ácido cítrico a 10% e cloreto férlico a 3%, aplicada por 10, 30 e 60 segundos e posteriormente tratados com adesivo experimental à base de 4-META/MMA-TBB. Os dentes foram restaurados com blocos de polímero (PMMA) e seccionados em fatias. Estas foram desgastadas com pontas diamantadas na secção de união de 7 x 2mm, foram fixados em placas descartáveis de PMMA com adesivo de cianoacrilato e submetidos à tração. Após obtenção dos dados, os autores concluíram que os espécimes que tiveram maior tempo de condicionamento apresentaram menor valor de

resistência de união e que uma secção de 7 mm x 2mm é a mais ampla possível e que espécimes menores poderiam ser mais adequados para mensuração de resistência de união.

Cardoso *et al.*, (1998), avaliaram a resistência de união de três sistemas adesivos (Single Bond, Scotchbond Multi-Uso e Etch&Prime) à dentina, por meio de testes de microtração, cisalhamento e tração em um mesmo dentem com intuito de diminuir uma variável comumente encontrada nos testes de resistência de união. Para tanto selecionaram trinta molares humanos, que tiveram duas superfícies proximais adjacentes desgastadas com disco diamantado expondo dentina. As superfícies dentinárias foram condicionadas, foi aplicado o adesivo e confeccionado bloco de resina composta de 3 x 3 mm. Após 24 horas de armazenamento em água destilada as amostras foram submetidas a testes de tração e cisalhamento em máquina de teste universal (Otto Wolpert-Wercke, Alemanha. Em seguida, uma terceira superfície do mesmo dente foi desgastada expondo dentina, na qual foi realizado condicionamento ácido e aplicação de sistema adesivo em toda superfície e confeccionado bloco de resina composta de 5mm de altura. Cortes foram realizados originando palitos de 10 mm de comprimento com secção retangular de aproximadamente  $0,25\text{mm}^2$ . Os palitos foram fixados com adesivo de cianoacrilato em dispositivo e submetidos à força de tração em velocidade média de 0,5mm/min até fratura dos mesmos. Após análise dos resultados demonstraram que o teste de microtração apresentou menor coeficiente de variação, uma vez que os coeficientes de tração e cisalhamento tiveram coeficientes similares. No entanto, o teste de cisalhamento representa melhor a situação clínica. Mas concordaram que o teste de microtração é interessante alternativa e oferece novas oportunidades de estudo. Quanto ao adesivos avaliados, Single Bond e Scotchbond tiveram resultados estatisticamente similares nos três testes realizados, sendo o Single Bond com melhores resultados entre todos avaliados.

Em seus estudos a respeito da ativação e função das metaloproteinases em lesões cariosas, Tjäderhane e colaboradores (1998) identificaram a presença de MMP- 2, -8, -9 na forma ativada em dentina cariada levando a conclusão que a progressão de cárie em dentina ocorre principalmente pela degradação das fibrilas colágenas desmineralizadas expostas à ação autolítica das MMPs ativadas. Uma vez que ácidos produzidos por bactérias cariogênicas são capazes de degradar apenas dentina superficial.

Shono *et al.*, em 1999, descreveram técnica para obtenção de amostras para ensaio de microtração. Os autores consideraram o dente como uma matriz que fornece a possibilidade de obtenção de vários espécimes para análise da resistência de união em regiões diferentes dentro do mesmo substrato. Para tanto, a superfície oclusal dos dentes foi seccionada e a superfície dentinária lixada, e então os sistemas adesivos foram aplicados e as restaurações de resina composta construídas. Os dentes foram seccionados, resultando em palitos de seção quadrada de aproximadamente 1 x 1 x 8 mm, gerando de 20 a 30 palitos. Posteriormente estes palitos foram fixados em dispositivo metálico com parte superior móvel (Bencor Multi-T) por meio de adesivo a base de cianoacrilato submetido ao carregamento de tração paralelo ao longo eixo. Os autores concluíram que é possível a resistência de união em diferentes áreas do mesmo dente, indicando que essa união pode não ser tão homogênea. Os espécimes confeccionados com resina composta nas duas extremidades apresentaram variação regional muito reduzida, comprovando a viabilidade da técnica para ensaio de microtração.

Pashley *et al.* (1999), em revisão de literatura, criticaram a utilização por muitos laboratórios, do ensaio de tração convencional para mensuração de resistência de união. Foi demonstrado que o teste de microtração é o ensaio mais apropriado para verificação da resistência de união de produtos odontológicos à estrutura dental, apresentando como vantagem possibilidade de testes de áreas muito pequenas, que possuem melhor distribuição de tensões, maior valor de resistência de união e prevalência de falhas adesivas e mistas. Além disso, várias aplicações deste teste e diferentes abordagens vêm

sendo apresentadas. Assim, os autores concluíram que o teste de microtração permite mais versatilidade, no entanto possui técnica mais minuciosa, devendo ser padronizada para que diferentes pesquisas possam ser comparadas.

A fim de compreender a relação entre a durabilidade de força adesiva na cavidade oral e absorção de água, Tanaka e colaboradores (1999) preparam amostras de sistemas adesivos e mediram sua resistência de união à dentina não condicionada em função do período de imersão em água. Além disso, a polimerização em massa foi realizada para medir a quantidade de absorção de água em função do tempo. Todas as amostras absorveram água quando imersas. A quantidade de água absorvida foi grande quando o número de carbono no grupo acil era pequeno ou o número de grupos carboxílicos era grande. A força adesiva do sistema MAATY-HEMA para dentina não condicionada diminuiu significativamente quando o MAATY-HEMA absorveu uma quantidade maior de água. Concluíram, portanto, que a preparação de MAATY que absorve menos água pode melhorar a durabilidade, mesmo quando imerso.

Gale & Darvell (1999), realizaram pesquisa analisando o padrão de ciclagem térmica utilizado para pesquisas laboratoriais. Método que deve ser utilizado, com intuito de simular um dos muitos fatores do ambiente oral responsável por infiltrações marginais, manchamento e redução na resistência de união de restaurações. Uma avaliação de artigos que descrevem as mudanças de temperatura de dentes *in vivo* foi seguida por uma análise de 130 estudos de ciclagem térmica laboratorial de dentes por 99 primeiros autores selecionados a partir de 25 revistas. A ciclagem térmica é clinicamente relevante, pois simula condição *in vivo*, e é sugerido como um padrão de referência. Variação dos esquemas utilizados tornou difícil a comparação de relatórios, sendo estes muitas vezes contraditórios ao analisar os efeitos de ciclos térmicos. O padrão de ciclagem térmica sugerido é: 35°C (28 s), 15°C (2 s), 35°C (28 s), 45°C (2 s), com uma estimativa de cerca de 10 mil ciclos por ano.

Paul *et al.* (1999), analisaram a influência do aumento da quantidade de água na propriedades físicas de um modelo de primer (HEMA) e Bond dentinários (HEMA e Bis-GMA). Foram confeccionados espécimes em formato de ampulheta, sendo 1 hora após polimerização metade foram testados sem umidade e a outra metade imersa em água por 24 horas e então testada. Resistência à tração, módulo de elasticidade, porcentagem de elongação e microdureza foram calculadas. As propriedades do primer e adesivo que não foram imersos em água não foram alteradas. O entanto, os polímeros de primer apresentaram alterações em suas propriedades mecânicas após imersão em água.

Gendron *et al.*, em 1999, avaliaram o efeito inibitório da CHX na atividade das enzimas MMP-2 (Gelatinase A), MMP-9 (Galatinase B) e MMP-8 (Colagenase 2). Colágeno Tipo I desnaturado por calor foi incubado com enzimas humanas puras MMP-2 e MMP-9, que foram posteriormente ativadas. Observou-se uma degradação proteolítica completa do colágeno a qual foi monitorada por gel eletroforese e coloração azul de Coomassie. A inibição dessas enzimas foi dependente da concentração de CHX utilizada, sendo efetiva na inibição da atividade da MMP- 2 e MMP-9; a concentração mínima para completa inibição de MMP-9 foi de 0,002% enquanto que uma concentração de apenas 0,0001% foi necessária para inibir a atividade da MMP-2. Quando o agente quelante EDTA foi adicionado à incubação, nenhum sinal de degradação foi observado. MMP-8 foi avaliada de forma similar, porém foi originada de neutrófilos. CHX na concentração de 0,01% foi suficiente para sua completa inibição. Os autores concluíram que a CHX inibe diretamente a atividade das enzimas MMP-2, MMP-8 e MMP-9 em baixas concentrações.

van Dijken (2000), avaliou a retenção clínica de três sistemas adesivos novos em lesões cervicais não cariosas durante um período de 3 anos. Os sistemas adesivos, de três passos (EBS / Pertac Hybrid), um passo (One-Step/Pertac Hybrid) e um cimento de ionômero de vidro modificado por

resina (Fuji II LC) foram colocados em 148 lesões cervicais não-cariosas, 87 de dentina esclerosada e 61 de dentina não-esclerosada. Nas lesões escleróticas em que foi utilizado sistema adesivo, 37 foram ligeiramente preparadas com uma broca diamantada antes do condicionamento. As restaurações foram avaliadas a cada seis meses durante um período de 3 anos. As taxas de perda acumulada de EBS, One-Step e Fuji II LC foram, em 1 ano: 2, 24 e 2% e em três anos: 10, 49, 7%, respectivamente. O adesivo de frasco único mostrou significativamente mais falhas. As cinco restaurações com EBS perdidas foram encontrados em lesões não-esclerosadas, enquanto três restaurações perdidas avaliando Fuji II LC, foram colocadas em lesões escleróticas. Para o material de um passo a freqüência de perda em lesões não-esclerosadas versus esclerosadas foi de 31,8 e 65,2%, respectivamente. Ligeira rugosidade das superfícies de dentina esclerosada com uma broca diamantada não aumentou a retenção das restaurações. O adesivo de três passos e o CIVMR mostraram índices de retenção clinicamente aceitáveis, enquanto que uma alta taxa de falha foi registrada para o adesivo de frasco único.

Hashimoto *et al.*, em 2000, buscando uma melhor compreensão dos fatores relacionados na longevidade da união dentina/resina *in vivo*, avaliaram a degradação da interface resina/dentina após um, dois e três anos de envelhecimento no ambiente oral. Cavidades foram preparadas em primeiros molares decíduos restauradas com um adesivo *etch-and-rinse* de três passos e após um, dois ou três anos foram extraídos, conforme o erupção dos primeiros molares permanentes, foram confeccionados palitos em forma de ampulheta, que foram submetidos ao ensaio de microtração a uma velocidade de 1 mm/minuto. Após a fratura, todas as superfícies fraturadas foram analisadas por meio de microscopia eletrônica de varredura. Foram observadas diferenças estatísticas ( $p<0,05$ ), referente aos valores de resistência de união, nos três períodos de envelhecimento: 24 horas (28,3 MPa), um a dois anos (15,2 MPa) e dois a três anos (9,1 MPa). Além disso, na análise fractográfica, foi constatado que a proporção de dentina desmineralizada na superfície de fratura dos espécimes envelhecidos no ambiente oral foi maior em relação aos

que não sofreram envelhecimento. Nos espécimes envelhecidos, também foi observada uma redução na quantidade de fibrilas colágenas assim como degradação da material resinoso. Analisando os resultados desse estudo, os autores concluíram que degradação da união resina/dentina ocorre em restaurações presentes na cavidade oral após longos períodos.

Martin-De Las Heras *et al.*, em 2000, modificaram um protocolo de extração dentinária para identificar atividades gelatinolíticas de MMP em dentina humana mineralizada e não mineralizada. Proteínas dentinárias de molares permanentes de 24 pacientes, na faixa etária de 15 a 73 anos, foram sequencialmente extraídas inicialmente com Cloreto de Guanadino (Extrato G1) e então com EDTA (Extrato E), para desmineralização, e novamente com Cloreto de Guanadino (Extrato G2). Por meio de ensaios de Western Blotting e Zimografia, foram detectadas formas latentes e ativas de Gelatinase A (MMP-2) em dentina desmineralizada (Extrato G1). No entanto, mesmo sendo encontrada nos extratos dentários de todas as idades, a gelatinase A não foi encontrada nos Extratos E, ou seja, nos extratos em se utilizou o EDTA para extração. Conclui-se então que a gelatinase A se encontra presente na dentina humana e que pode ser sintetizada pelos odontoblastos diante de um processo carioso.

Armstrong *et al.*, em 2001, investigaram a influência da armazenagem de espécimes em água e do fator cavitário (C) na resistência de união de um compósito à dentina utilizando adesivos com e sem carga. A dentina oclusal foi preparada e tratada com adesivo e restaurada. Os dentes foram incluídos em blocos de gesso e seccionados em palitos de aproximadamente 1,5 mm x 1,5 mm. Estes foram fixados em equipamento customizado de preparo controlado por computador (Microspecimen former) para serem torneados em geometria de haltere com área de seção de  $\pm 0,5\text{mm}^2$ . Os espécimes foram armazenados em água nos períodos de 30 e 150 dias e então fixados em dispositivo de microtração com adesivo a base de cianoacrialato e testados. Foi observado maior valor de resistência de união

para adesivos com carga e aqueles armazenados no período de 30 dias. Portanto, concluíram que a resistência de união é ameaçada pelo processo hidrólise e que a união em cavidades com baixo fator cavitário foi mais durável.

Pilo *et al.*, em 2001, avaliaram o efeito de dois desinfectantes de dentina (Consepsis, Tubulicid), uma solução aquosa de HEMA (Aqua Prep), uma combinação de Aqua Prep e Tubulicid e um tratamento de abrasão a ar (50 microns de óxido de alumínio) na resistência ao cisalhamento (RC) de dois adesivos de frasco único à base de acetona (One Step e Prime & Bond 2.1). As superfícies oclusais de 167 recém terceiros molares humanos extraídos foram seccionadas e lixadas com disco de granulação 600. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 12 grupos (dois agentes de ligação, seis protocolos pré-tratamento). A dentina exposta foi condicionada com ácido fosfórico 35% por 20 segundos, lavada e jato de ar seco foi brevemente aplicado. Seis protocolos pré-tratamento foram então aplicados. Os grupos de abrasão a ar eram excepcionais, com condicionamento realizado somente após pré-tratamento. One Step, ou Prime & Bond 2.1 foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. Cilindros de compósito Z-100 foram colados à superfície de dentina por cápsulas de gelatina transparente. Os espécimes foram termociclados em banhos de água entre 5° e 55°C, e então submetidos a teste de cisalhamento em máquina de teste Instron. One-way e two-way ANOVA e teste de Tukey HSD post-hoc foram usados para análise estatística. O grupo One Step, Consepsis apresentou valores de resistência ao cisalhamento significativamente maior (17,8 MPa) do que a abrasão a ar (9,5 MPa), Controle (11,8 MPa) e Aqua Prep + Tubulicid (11,9 MPa), e valores comparáveis com Tubulicid (12,5 MPa) e Aqua Prep (14,8 MPa). No Prime & Bond 2.1, grupo Aqua Prep (24,9 MPa) apresentou valores de resistência ao cisalhamento significativamente maior que os demais grupos: abrasão a ar (9,3 MPa), Controle (9,97 MPa), Tubulicid (12,2 MPa), Consepsis (13,0 MPa) e Tubulicid + Aqua Prep (13,3 MPa).

Santerre e colaboradores (2001) realizaram revisão dos principais modos de degradação de compósitos dentais e relacionou-os com seus componentes específicos. Ênfase particular foi colocada sobre a seleção de monômeros resinosos, conteúdo de carga, e grau de conversão de monômeros após fotopolimerização dos materiais. Perda da função mecânica e lixiviação dos componentes dos compósitos são descritos resumidamente, enquanto uma descrição mais detalhada é fornecida de estudos que consideraram a decomposição química de materiais por agentes que estão presentes na cavidade oral. Especial atenção foi dada ao processo de hidrólise do monômero e componentes seguindo a reação das resinas com água e enzimas salivares. Os métodos para o estudo dos efeitos de biodegradação são comparados em termos de sensibilidade e as informações que eles fornecem. O impacto da biodegradação na biocompatibilidade final de materiais atuais é discutido a partir da perspectiva do que é conhecido até a data e que continua a ser estudado. As descobertas da década passada indicam claramente que há muitas razões para investigar a questão da estabilidade bioquímica de resinas compostas na cavidade oral. Além disso, as informações adquiridas a partir de tais estudos levarão ao desenvolvimento de alternativas químicas e formulações de polímeros de composição melhorada que permitirão maior bioestabilidade.

Sulkala *et al.*, em 2002, realizaram um estudo para determinar a presença e a localização de MMP-20 no órgão dental maduro hígido e acometido por lesão cariosa. Por meio de análise de imunocitoquímica e Western Blotting, localizaram a MMP-20 em túbulos dentinários dilatados por lesões cariosas, nos odontoblastos, tecido pulpar, fluido dentinário e dentina hígida. Os autores concluíram que a MMP-20, produzida durante a dentinogênese primária, é incorporada na dentina e pode ser ativada durante a progressão do processo carioso. A principal fonte de MMP-20 no complexo dentino-pulpar são os odontoblastos que secretam MMP-20 no fluido dentinário.

Tay & Pashley, em 2002, em revisão de literatura relataram que a tendência atual no desenvolvimento de adesivos dentinários é de simplificar as etapas de união e tornar a técnica mais simples. No entanto, essa otimização não tem sido acompanhada de compromisso com qualidade ou durabilidade de união. Apesar de adesivos dentinários terem melhorado consideravelmente ao longo da última década, a sensibilidade pós-operatória, selamento marginal incompleto, a degradação prematura, e união comprometida são ainda considerados os potenciais problemas associados à sua utilização. Avanços em diferentes disciplinas científicas vão enriquecer o conjunto de idéias que podem ser utilizadas na elaboração de futuros adesivos dentinários. É provavelmente a nível molecular a maior expansão de horizonte, tornando-os menos dependentes da energia de superfície de substratos, bem como menos suscetível à degradação por hidrólise.

Carrilho e colaboradores (2002) avaliaram 4 tipos de sistemas adesivos aplicados à dentina humana. Doze dentes terceiros molares humanos tiveram o esmalte oclusal removido expondo dentina média, na qual foram aplicados os sistemas adesivos. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 4 grupos de acordo com sistema adesivo e resina composta utilizados: Single Bond (3M Dental, St. Paul, EUA) + P60 (3M Dental, St. Paul, EUA); Bond 1 (Jeneric/Pentron, Wallingford, EUA) + Surefil (Jeneric/Pentron, Wallingford, EUA); Prime & Bond NT (Dentsply De Trey, Konstanz, Alemanha) + Alert (Dentsply De Trey, Konstanz, Alemanha); Prime & Bond 2.1 (Dentsply Caulk, Milford, EUA) + TPH (Spectrum) (Dentsply Caulk, Milford, EUA). Após 24 horas de armazenagem em água destilada a 37°C, os dentes foram seccionados longitudinalmente para obtenção de espécimes em forma de palitos com secção transversal de  $\pm 0,8\text{mm}^2$  de área e 10mm de comprimento. Os espécimes foram submetidos a teste de microtração à velocidade de 0,5mm/min. Os resultados em MPa (MegaPascal) foram submetidos à análise de variância ( $\alpha=0,05$ ), e teste qui-quadrado ( $\alpha=0,05$ ) para comparação do percentual de espécimes fraturados antes que o ensaio mecânico tivesse sido realizado. Os resultados mostraram não haver diferença significativa entre os

valores médios de resistência. Os sistemas adesivos apresentaram valores de resistência de união semelhantes, com média entre 28 e 35MPa. Observou muitas falhas adesivas (63%), seguida do modo misto (34%). As demais foram falhas coesivas em resina (2%) e coesivas em dentina (1%). Portanto, nas condições deste estudo o Single Bond demonstrou menor sensibilidade, devido ao baixo percentual de espécimes fraturados precocemente, embora a resistência tenha sido semelhante para todos os adesivos.

Com intuito de avaliar a resistência de união de sistemas adesivos à dentina úmida e seca pela exposição a jato de ar durante 5 segundos, Perdigão e colaboradores (2002) desenvolveram a hipótese de que o nível de umidade residual não influencia na resistência de união de restaurações *in vivo*. Para isso, 24 pré-molares com exodontia programada por razões ortodônticas foram selecionados. Os dentes foram restaurados de acordo com o sistema adesivo utilizado e a umidade do substrato dentinário. Os sistemas adesivos utilizados foram: Excite (Ivoclar / Vivadent); Prime & Bond NT (Dentsply / Kaulk), e Single Bond (3M ESPE). Após a exodontia, os espécimes foram seccionados com disco diamantado em baixa velocidade para obter palitos com uma secção transversal de  $0,7 \pm 0,2 \text{ mm}^2$ . Os espécimes foram fixados com adesivo a base de cianoacrilato ao dispositivo de Geraldeli, desenvolvido para teste de microtração, e submetidos à força de tração com velocidade de 1 mm/min. Não houve diferença estatística entre os valores de dentina seca versus dentina úmida. Single Bond e Prime & Bond NT foram estatisticamente similares, independentemente da condição de umidade do substrato. Excite em substrato seco e úmido, resultaram em resistência de união estatisticamente inferiores que Single Bond, úmido; mas semelhantes aos do Single Bond, seco, Prime & Bond NT, úmido e seco. Os autores concluíram que a aplicação de ar na dentina por 5 segundos não influenciou resistência de união à dentina quando adesivos foram aplicados em um ambiente clínico; Single Bond e Prime & Bond NT resultou em resultados estatisticamente semelhantes, independentemente do grau de umidade residual; e Single Bond aplicado sobre dentina úmida resultou em resistência de união estatisticamente superior Excite aplicado

sobre dentina úmida ou seca. Portanto, neste estudo, o nível de umidade residual não influenciou nos resultados de microtração. Clinicamente, o grau de umidade deixado na superfície da dentina após condicionamento e lavagem da dentina pode não ser tão relevante como relatado anteriormente em estudos de laboratório.

*Vuotila et al.* (2002), desenvolveram estudo com objetivos de analisar a presença, forma molecular e atividade proteolítica de MMP-8 (colagenase-2) e MMP-9 (gelatinase B) na saliva total de pacientes com câncer de cabeça e pescoço com radioterapia, para ver se o pH salivar afeta a atividade de MMP-8 e MMP-9, e descobrir a possível conexão entre a MMP-8 e MMP-9 com a erupção de lesões da mucosa oral durante a terapia de radiação. As amostras de saliva de 39 pacientes com câncer de cabeça e pescoço, sob terapia de radiação foram coletadas antes, durante e após a terapia de radiação, e taxa do fluxo salivar, pH, capacidade tampão, *Streptococcus mutans*, *Lactobacillus* e *Candida albicans* foram mensurados. Todas as lesões da mucosa bucal foram examinadas durante cada visita. Os níveis de MMP-8 foram medidos por ensaio imunofluorométrico (IFMA) e a presença de diferentes formas de MMP-8 foi analisada por Western immunoblotting. A presença e forma molecular de MMP-9 foram analisadas por zimografia. O fluxo salivar, capacidade tampão e pH diminuíram, e os níveis de lactobacilos aumentaram significativamente, durante a primeira metade da terapia de radiação. A MMP-9 salivar ativada está correlacionada com baixo pH salivar ( $P=0,013$ ), e nenhuma ligação foi encontrada entre as lesões da mucosa bucal e glândulas salivares e presença de MMP-8 e MMP-9. Portanto, neste estudo, não encontraram correlação de MMP-8 e MMP-9 salivares com a presença de lesões da mucosa oral, mas a ativação de MMP-9 pode ser dependente do pH.

*Hashimoto et al.*, em 2003, investigaram a degradação da união resina-dentina após um ano de envelhecimento em água. Foram confeccionados palitos de  $0,9\text{ mm}^2$  utilizando um adesivo dentinário em dentes humanos recém-extraídos. Os palitos armazenados por 24 horas foram

considerados grupo controle, que foi comparado com palitos após um ano de envelhecimento em água. As amostras foram submetidas ao Ensaio de Microtração após os respectivos tempos de armazenagem. Observou-se redução nos valores de resistência de união para o grupo armazenado durante um ano; a média dos valores de resistência de união do grupo envelhecido foi de 13,4 MPa, e do grupo controle 40,4 MPa. Por meio de microscopia eletrônica de transmissão, os autores observaram uma alteração micromorfológica na rede de fibrilas colágenas após um ano de envelhecimento e também uma redução na quantidade de resina presente na camada híbrida. O que podem ser fatores responsáveis pela redução da resistência de união do material resinoso à dentina.

*Breschi et al.* (2003), testaram a hipótese de que o ácido fosfórico impede a manutenção da morfologia estrutural das fibrilas colágenas, por meio de avaliação imunocitoquímica. Dentina foi condicionada com EDTA e ácido fosfórico por 15, 30 e 60 s. Para o controle não foi realizado tratamento. Análise em MEV foi realizada antes da incorporação imunocitoquímica, e após a técnica de incorporação as amostras foram analisadas em microscopia eletrônica de transmissão (MET). Condicionamento com EDTA resultou em marcadores mais fracos que aqueles condicionados com ácido fosfórico. Marcadores mais intensos foram observados na dentina condicionada com ácido fosfórico por 15 s. Intensidade mais baixa foi observada quando foi aplicado por 30 e 60 s. Sinal muito fraco foi detectado na superfície dentinária não tratada. Estes resultados comprovam a evidência que a aplicação de ácido fosfórico a 35% por 15 s causa dissolução dos cristais envolvendo fibrilas colágenas superficiais sem danificar a ultraestrutura das fibrilas colágenas, enquanto períodos prolongados de aplicação de ácido fosfórico 35% causam alteração das fibrilas colágenas e redução de sua antigenicidade.

*de Castro et al.* (2003), avaliaram o efeito da clorexidina 2% na resistência à microtração de resina composta à dentina tratada com três sistemas adesivos. Superfícies planas de dentina foram preparadas em 24

terceiros molares humanos extraídos. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 8 grupos experimentais distintos de acordo com o adesivo aplicado (Prime & Bond NT, Single Bond e Clearfil SE Bond), a aplicação (sim / não) de clorexidina, e o momento em que foi aplicada (antes ou após o condicionamento ácido da dentina). Blocos de resina composta foram confeccionados nas superfícies tratadas e os dentes foram armazenados em água a 37 ° C por 24 h. As amostras foram termocicladas, armazenadas sob as mesmas condições e, em seguida foram verticalmente seccionados obtendo espécimes com  $1,0 \pm 0,1 \text{ mm}^2$  de área transversal. Os espécimes foram tracionados a velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados de resistência de união foram analisados usando one-way ANOVA ( $p < 0,05$ ). O padrão de falha foi analisado por meio de microscopia óptica. Discos de dentina foram obtidos a partir de 3 dentes adicionais tratados da mesma maneira para observação em MEV. As amostras mais representativas de espécimes fraturados foram também observadas no MEV. Resultados não mostraram diferença estatisticamente significativa dos valores de resistência de união entre todos os grupos. Houve prevalência de falhas coesivas em adesivo; falhas exclusivamente adesivas (adesivo-dentina) não foram observadas. A solução de clorexidina a 2%, aplicada antes ou após o condicionamento ácido da dentina, não interfere com a resistência à microtração da resina composta à dentina tratada com sistemas adesivos Prime & Bond NT, Single Bond ou Clearfil SE Bond.

Say *et al.*, em 2004, analisaram o efeito de dois desinfetantes de cavidade, clorexidina a 2% e 1% de solução de cloreto de benzalcônio, na deformação e resistência de união à tração e cisalhamento de sistemas adesivos à dentina. Dentina superficial de 84 recém terceiros molares humanos extraídos foi exposta. Os dentes foram divididos aleatoriamente em dois grupos principais de acordo com o agente de união utilizado, One Step ou Optibond Solo. Cada sistema adesivo havia seis grupos (três para cisalhamento, três para teste de tração), e cada grupo de teste tinha um controle e dois grupos da cavidade desinfectante. Nos grupos controle,

sistemas adesivos foram aplicados após condicionamento da dentina, e nos demais grupos, a dentina foi condicionada e tratada durante 20 segundos com os desinfetantes antes da aplicação dos sistemas adesivos de dentina. A resina composta híbrida foi então aplicada a todas as amostras tratadas. Após armazenamento em água destilada a 37 ° C por 24 horas, cisalhamento e ensaios de tração foram realizados. Os dados foram analisados pelo teste de Kruskall-Wallis e Mann-Whitney. A média de resistência ao cisalhamento e tração de One Step e Optibond Solo não apresentaram diferença significativa entre si, e os desinfetantes de cavidade também não obtiveram efeitos significativos sobre os valores de resistência à tração e cisalhamento versus os controles. Os resultados indicaram que o uso da clorexidina 2% e de soluções de cloreto de benzalcônio 1% como desinfetantes de cavidade após o condicionamento da dentina não afetam a resistência ao cisalhamento e à tração de One Step e Optibond Solo.

Pashley *et al.*, em 2004, avaliaram a susceptibilidade de fibras colágenas incompletamente infiltradas por sistemas adesivos após condicionamento do substrato dentinário. Para isso, matrizes parcialmente desmineralizadas de dentina humana, obtidas de terceiros molares, foram armazenadas em saliva artificial. O grupo controle foi armazenado em saliva artificial contendo inibidores proteolíticos enzimáticos ou em óleo mineral puro. Após 24, 90 e 250 dias, a extensão de degradação da dentina parcialmente desmineralizada foi avaliada por microscopia eletrônica de transmissão. Os autores observaram uma destruição praticamente completa da matriz de fibras colágenas após 250 dias, quando armazenadas em saliva artificial, no entanto, isso não ocorreu nos espécimes armazenados em óleo mineral ou na saliva contendo inibidores enzimáticos. Análise enzimática funcional da dentina triturada demonstrou baixos níveis de atividade colagenolítica nos grupos onde se utilizou os inibidores de protease ou CHX a 0,2%. Com essas observações, os autores levantaram a possibilidade de que a degradação das fibras colágenas pode ser causada por metaloproteinases presentes a matriz dentinária que são liberadas lentamente com o passar do tempo.

Armstrong *et al.*, em 2004, avaliaram a interface adesiva e a resistência de união entre um sistema adesivo dentinário total-etch de três passos e dentina humana após quatro anos de armazenamento em água. Por meio de microscopia eletrônica de transmissão e ensaio de microtração, observaram uma redução na resistência de união após quatro anos e alterações na morfologia da camada híbrida apresentando degradação hidrolítica dos componentes da camada híbrida. Concluíram que a redução da resistência de união e as alterações da morfologia da interface de união podem ser devido à sorção de água, o que resulta na degradação hidrolítica da junção adesiva.

Havendo a necessidade de padronização do melhor tipo de amostra para análise de resistência de união por meio de teste de microtração, Goracci e colaboradores (2004), avaliaram a influencia do substrato, forma e espessura de espécimes preparados para teste de microtração. Utilizaram 64 molares humanos, divididos em 16 grupos (n=4). Os grupos de 1-4 incluíam espécimes em forma de ampulheta, com união em esmalte com espessura de interface de união de 0,5 mm<sup>2</sup>, 1,0mm<sup>2</sup>, 1,5mm<sup>2</sup> e 2,0mm<sup>2</sup>. Grupos 5-8 foram igualmente preparados variando o substrato de união: dentina. E os grupos de 9-16 os espécimes foram preparados na forma de palito. Para análise de resistência de união ao esmalte os dentes tiveram a face lingual ou vestibular cortada com disco diamantado expondo esmalte superficial, o qual recebeu aplicação de ácido, adesivo e confecção de bloco de resina composta de 5 x 5 x 5 mm. Amostras para análise de resistência de união à dentina o mesmo procedimento foi realizado, no entanto sobre a dentina oclusal. Após 24 horas foram confeccionados os espécimes em forma de ampulheta e palito. Duas amostras de cada grupo foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura antes de serem submetidas ao teste de microtração para observação de defeitos estruturais que poderiam desencadear a falha durante a aplicação de carga. Os espécimes foram submetidos à força de tração em máquina de ensaio mecânico (Kratos Dinamometros, Cotia, SP, Brasil) até sua fratura. Na

análise em microscópio eletrônico de varredura foram observados mais defeitos estruturais que afetam a integridade do espécime em esmalte que em dentina. Acredita-se que essa ocorrência seja pela fragilidade do esmalte em dimensões reduzidas. Nos espécimes em formato de ampulheta foram encontradas linhas de fratura na região de desgaste com ponta diamantada que podem ter sido causadas por tensão excedente e calor na região de interface de união, o que ocasiona falhas prematuras; caso o formato de ampulheta seja escolhido, a região de desgaste não deve ser realizada a mão livre e deve-se padronizar a geometria da interface de união. Os espécimes em formato de palito mostram-se como melhor opção, especialmente para materiais que apresentam baixa resistência de união. Quanto aos valores de resistência em relação ao substrato, foram显著mente maiores em amostras de dentina; quanto ao formato, palitos revelaram maiores valores quando comparados à ampulheta; e à medida que aumentou a espessura dos espécimes houve diminuição nos valores de resistência de união. Portanto, espécimes não devem exceder espessura de 1,0 x 1,0mm.

El Zohairy *et al.*, em 2004, analisaram a influência da fixação e dimensão dos espécimes na resistência máximas dos mesmos à microtração por meio de ensaios laboratoriais e simulações numéricas por meio de elementos finitos. Blocos de resina composta foram confeccionados em fatias de 1 mm de espessura, com três diferentes larguras, 1, 2 e 3 mm e altura de 10 mm que foram fixadas em dispositivo metálico preconizado pelos autores com adesivo dental (Clearfil SE Bond, Kuraray). As amostras foram fixadas no dispositivo de duas maneiras, com a face de 1 mm de largura em contato com o dispositivo ou com a face de 1, 2 e 3 mm largura de acordo com cada grupo em contato com o dispositivo. Os modelos tridimensionais de elementos finitos foram criados de acordo com as diferentes dimensões dos espécimes. Após análise dos resultados os autores concluíram que a resistência de união dos espécimes está diretamente relacionada com aplicação de força ao longo eixo do espécime, para se obter maior homogeneidade na distribuição de tensões. A fixação do espécime pelo lado mais largo não influenciou a resistência de

união comparada com os espécimes mais finos. Quando espécimes mais largos foram fixados em seu lado mais fino, houve decréscimo na resistência de união quando comparados com os de menor seção transversal.

Carrilho *et al.* (2004), objetivando avaliar os efeitos da armazenagem em óleo e água nas propriedades mecânicas dos componentes de união resina após 3 e 6 meses, confeccionaram amostras de sistemas adesivos Single Bond (SB), One Step (OS) e Clearfil Liner Bond 2V(CL) em molde 15 x 15 x 0,8mm. Após evaporação do solvente os adesivos foram polimerizados e removidos dos moldes e preparados em forma de ampulheta e palito torneado, objetivando determinar a resistência e módulo de elasticidade. Espécimes do grupo controle foram submetidos ao teste de tração a velocidade de 0,6 mm/min após 24 horas de imersão em água destilada. Os grupos experimentais foram armazenados a 37°C em água destilada e óleo mineral e testados após 3 e 6 meses. Armazenagem em água causou significante redução na resistência e módulo de elasticidade nos grupos SB e OS após 3 e 6 meses, no entanto não causou diferença significante para o grupo CL. Já armazenagem em óleo mineral aumentou a resistência dos três adesivos após 3 e 6 meses, e o mesmo foi observado para o módulo de elasticidade do grupo CL.

Sadek e colaboradores, em 2005, avaliaram a influência da velocidade de corte durante o preparo das amostras para teste de microtração na resistência de união e na integridade microscópica de sistema adesivo de frasco único ao esmalte e dentina. Trinta terceiros molares humanos foram restaurados com Excite e Tetric Ceram de acordo com as recomendações do fabricante, sendo metade em esmalte desgastado e ou metade em fatias de dentina. Após 24 horas de armazenagem em água destilada a 37°C, os dentes restaurados foram seccionados nos eixos x e y sob diferentes velocidades de corte: 100, 200 e 400 rpm, obtendo-se espécimes em forma de palito com 1,0 mm<sup>2</sup>. Cinco amostras de cada grupo foram aleatoriamente selecionadas antes de serem submetidas ao teste e analisadas em MEV, enquanto o restante foi

submetido ao teste de microtração. Em razão da variabilidade de amostras em dentina ser maior que em esmalte, a análise da influência da velocidade de corte foi realizada separadamente, por substrato. Na análise por MEV, foi observado melhor integridade nas amostras de dentina quando comparadas com as de esmalte, na qual a integridade foi maior nos grupos cortados sob baixa velocidade. Portanto, concluíram que é um importante fator a ser considerado, principalmente envolvendo de esmalte, já que pode afetar os resultados de resistência de união e a integridade dos espécimes.

*Van Landuyt et al.*, em 2005, objetivando avaliar se a efetividade dos sistemas adesivos de múltiplo passos está na separação dos componentes do sistema, caracterizaram a interação com a dentina de 5 adesivos experimentais e 3 sistemas adesivos comercializados, por meio de microscopia eletrônica de transmissão. Efetividade de resistência de união foi avaliada pelo protocolo de ensaio de microtração. Os resultados encontrados foram que, apesar de adesivos auto-condicionantes de um passo ser de fácil utilização, alguns problemas permanecem. Adesivos auto-condicionantes são misturas complexas, envolvendo ingredientes hidrofóbicos e hidrofílicos, água e solventes, e são propensos a separação, o que contribui para sua menor efetividade de união. No entanto, a aplicação de jato ar sobre o adesivo pode ser uma técnica clínica para remover a água dos espaços interfaciais, melhorando a efetividade de união.

*Cadenaro et al.* (2005), analisaram a polimerização de diferentes sistemas adesivos em relação a sua permeabilidade. Os adesivos avaliados foram OptiBond FL, One-Step, Clearfil Protect Bond, e Xeno III. Foram polimerizados por 20, 40 e 60 s. A curva de polimerização foi obtida por scanner de calorimetria e os dados correlacionados com a microdureza. Aumento da polimerização foi observado depois de prolongada fotoativação, para todos adesivos. Adesivos simplificados exibiram polimerização incompleta, mesmo após 60 s. Correlação inversa foi encontrada entre grau de cura e permeabilidade. Permeabilidade de adesivos simplificados está

correlacionada com a incompleta polimerização dos monômeros resinosos e ao tempo de exposição à luz. Esses adesivos podem passar a ter menor permeabilidade quando submetidos a tempo de fotoativação mais extenso que aquele recomendado pelo fabricante.

De Munck *et al.* (2005), realizaram revisão de literatura com intuito de analisar o processo de degradação ao longo do tempo da interface de união de biomateriais ao esmalte e à dentina. Ensaios clínicos de classe V de lesões não-cariosas são excelentes para avaliação da eficácia de união, mas possuem alto custo, e fornecem poucas informações sobre a verdadeira causa da falha clínica. Portanto, vários protocolos laboratoriais foram desenvolvidos para prever a durabilidade de união. Os autores avaliaram criticamente as metodologias que se centram sobre os padrões de degradação química por meio de hidrólise e dissolução dos componentes da interface, bem como orientar testes mecânicos, como mensuração de fadiga e resistência à fratura. A correlação *in vitro* e *in vivo* revelou que, atualmente, o método mais válido para avaliar a durabilidade da adesão envolve o envelhecimento de micro-espécimes de biomateriais ligados tanto ao esmalte como à dentina. Após cerca de três meses, todas as classes de adesivos apresentaram provas mecânicas e morfológicas de degradação que se assemelham aos efeitos *in vivo*. Uma comparação de adesivos contemporâneos revelou que os adesivos de três etapas permanecem como o "padrão ouro" em termos de durabilidade. Qualquer tipo de simplificação na aplicação clínica resulta no processo de perda da efetividade de união. Apenas os adesivos autocondicionantes de dois passos aproximam-se do padrão-ouro e têm alguns benefícios clínicos adicionais.

Perdigão e colaboradores (2005) avaliaram a influência da umidade do substrato dentinário no comportamento clínico de sistemas adesivos após 18 meses. Trinta e cinco pacientes foram inscritos no estudo e 128 restaurações foram divididas em 4 grupos. Os sistemas adesivos avaliados foram Prime & Bond NT e Single Bond, ambos foram aplicados em dentina

úmida e dentina seca, para tanto foi aplicado jato de ar a  $\pm 2$  cm da superfície dentinária durante 3 a 4 s. Após 6 e 18 meses da confecção das restaurações os pacientes retornaram para avaliação. 110 restaurações foram reavaliadas após 18 meses. Taxa de retenção em 18 meses foram de 92% para NT/ úmido, 93% para NT/ seco, 100% para SB/ úmido, e 89% para SB/ seco. Nenhuma diferença estatisticamente significativa foi encontrada entre os grupos para a taxa de retenção. Ambos NT/ úmido e SB/ úmido resultaram em uma diminuição significativa na sensibilidade ao ar desde o início até 18 meses. Quando os dados foram agrupados para o "substrato de umidade" variável, SB resultou em uma taxa de retenção global de 95%, enquanto NT resultou em uma taxa de retenção de 92% (estatisticamente similar). A adaptação marginal com SB foi significativamente pior aos 18 meses do que no início do estudo. Portanto, o nível de umidade do substrato de dentina em lesões cervicais não cariosas não influencia a retenção de restaurações de resina composta, mas o substrato úmido causou menos sensibilidade ao ar após as restaurações. Quando aplicado como as instruções dos fabricantes, em dentina úmida, ambos os adesivos resultaram em taxas de retenção superior as diretrizes de aceitação da ADA, que determina que adesão em dentina e esmalte nos primeiros 6 meses deve ser 92% no mínimo, e 90% após 18 meses em função clínica.

Frankenberger e colaboradores (2005) objetivaram avaliar alterações morfológicas da interface de união resina/dentina após diferentes quantidades de ciclagem termomecânica (CTM) e determinar a resistência de união correspondente ( $\mu$ TBS). Foi realizado procedimento restaurador em discos de esmalte e dentina de 2 mm de espessura obtidos de 24 terceiros molares humanos. Os sistemas adesivos utilizados foram: Syntac (Ivoclar Vivadent), Clearfil SE Bond (Kuraray), Xeno III (Dentsply DeTrey), and iBond (Heraeus Kulzer). Os discos de resina/dentina foram seccionados em palitos e submetidos a ciclos termomecânicos crescentes. Após as ciclagens foram feitos teste de microtração e nanoinfiltração nos espécimes. No teste de microtração os palitos foram fixados em dispositivo Zwick com adesivo a base

de cianoacrilato e posicionado em máquina de ensaio. Os espécimes foram submetidos à força de tração com carga de 50N a velocidade de 1mm/min. O valor de resistência de união foi calculado individualmente pela força máxima e dimensão da área de adesão. Os espécimes submetidos a análise de nanoinfiltração foram armazenados em solução aquosa constituída de marcador de nitrato de prata amoniacial 50% e analisados por meio de microscopia eletrônica de transmissão, que foi mais acentuada para Xeno III e iBond. A incidência de nanoinfiltração manteve-se estável ou mesmo foi reduzido com o aumento de ciclos de carga para todos os adesivos, exceto para iBond, que foi observado falha no adesivo e no topo da camada híbrida. Em relação ao teste de microtração houve redução nos valores de resistência de união a medida que aumentaram os ciclos termomecânicos ( $P<0,05$ ). Os valores encontrados em 0 e 100000 ciclos foram: Clearfil SE Bond apresentou melhores resultados: 44,8/ 32,5 MPa seguido do Syntac 41,3/30,1 MPa e os Xeno III e iBond foram inferiores com valores de 27,5/ 13,7 e 27,0/ 6,2 respectivamente. Concluindo, adesivos que possuem monômeros resinosos hidrofóbicos separados apresentaram maiores valores de resistência de união, como é o caso Syntac e Clearfil SE Bond, sendo menos sensíveis à ciclagem térmica e mecânica.

Objetivando avaliar os efeitos da armazenagem a longo-prazo nas propriedades mecânicas dos componentes de união resina a dentina, Carrilho e colaboradores (2005a), confeccionaram amostras de resina composta (Z250), sistemas adesivos (Single Bond, One Step e Clearfil Liner Bond), dentina de terceiros molares humanos mineralizada e desmineralizada. Amostras no formato de ampulheta e palito torneado foram confeccionadas para determinar a resistência e módulo de elasticidade. Espécimes do grupo controle foram submetidos ao teste de tração a velocidade de 0,6 mm/min após 24 horas de imersão em água destilada. Os grupos experimentais foram armazenados a 37°C em água destilada e óleo mineral e testados após 12 meses. Os resultados encontrados mostraram diminuição significante na resistência e módulo de elasticidade dos materiais resinosos após 12 meses de

armazenagem em água. Não foi encontrada diferença em espécimes de dentina mineralizada, independente do meio de armazenagem. Armazenagem de espécimes de dentina desmineralizada em água durante 12 meses não causou alteração significativa na resistência e módulo de elasticidade. No entanto, significantes reduções de resistência e módulo de elasticidade foram observadas após armazenagem em óleo mineral. Portanto, os autores concluíram que o tempo e meio de armazenagem podem causar efeitos deletérios as propriedades mecânicas dos componentes de resina e dentina, podendo comprometer a durabilidade de união resina-dentina.

Carrilho *et al.* (2005b), avaliaram a resistência de união dos sistemas adesivos Single Bond (SB), One-Step (OS) e Clearfil Liner Bond 2V (CL) a dentina após armazenagem de 6 meses e 1 ano, em água destilada e óleo mineral. Terceiros molares humanos tiveram o esmalte oclusal seccionado, expondo dentina média. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. Grupos adicionais de SB e OS foram criados, nos quais o tempo de condicionamento ácido foi dobrado, para 30 s. Após aplicação do sistema adesivo, foi confeccionada restauração de resina composta Z250, e então os dentes foram armazenados em água destilada por 24 horas a 37°C. Os dentes foram seccionados formando palitos com área de seção de 0,8 mm<sup>2</sup>. Os palitos foram submetidos a ensaio mecânico de microtração a velocidade constante de 0,6mm/minuto imediatamente e após armazenagem de 6 meses e 1 ano em água destilada e óleo mineral. Análise dos resultados mostrou significante redução na resistência de união após os períodos de armazenagem em água para todos os materiais, independente do tempo de condicionamento. E após armazenagem dos espécimes em óleo mineral os valores de resistência de união se mantiveram ou apresentaram aumento.

Jacques *et al.*, em 2005, investigaram o efeito de diferentes tratamentos dentinários na resistência de união de primer self-etch e um sistema adesivo total-etch de um passo. Foi realizada a planificação oclusal de

terceiros molares hígidos. A superfície dentinária exposta foi tratada de uma das seguintes formas: primer self-etch, Clearfil SE Primer (Kuraray), por 20s, 37% ácido fosfórico por 15 segundos e 0,5 M EDTA por 30 segundos. Foram então realizadas restaurações com resina composta utilizando-se ou o sistema adesivo Single Bond (3M ESPE) ou o Clearfil SE Bond (Kuraray). Após 24 horas, foram seccionados os palitos, que posteriormente foram submetidos ao ensaio de microtração a uma velocidade de 0,5 mm/minuto. O valor mais alto foi observado na combinação Clearfil SE Primer/Single Bond (58,5 MPa) seguido pela combinação EDTA/Clearfil SE Bond (47,8 MPa) e ácido fosfórico/Single Bond (40,9 MPa). As combinações restantes apresentaram valores estatisticamente similares ( $p>0,05$ ). A eficiência de união dos adesivos foi dependente do condicionamento dentinário empregado. O pré-tratamento com 0,5 M EDTA melhorou a união do sistema adesivo Clearfil SE Bond. O sistema adesivo Single Bond obteve os melhores resultados quando o primer self-etch foi utilizado como agente de condicionamento dentinário, devido a provável ausência na formação de uma zona defeituosa, não completamente infiltrada, na base da camada híbrida. Os autores concluíram que valores de resistência de união maiores podem ser obtidos utilizando-se agentes condicionantes menos ácidos, sugerindo que desmineralizações profundas podem interferir na infiltração dos materiais resinosos e dessa forma, comprometer a união.

Hebling *et al.*, em 2005, cientes da necessidade da validação *in vivo* de que a atividade colagenolítica e gelatinolítica endógena, derivada do condicionamento ácido dentinário, pode resultar na degradação da camada híbrida, realizaram um estudo, avaliando a hipótese: de que não há diferença na degradação da camada híbrida do substrato dentinário condicionado com ácido fosfórico com ou sem a aplicação de CHX, um inibidor sintético de metaloproteinase, após o condicionamento ácido. Pares contralaterais de primeiros molares decíduos hígidos foram restaurados com resina composta utilizando um sistema adesivo dentinário total-etch. Após seis meses de função intra-oral, os primeiros molares decíduos restaurados foram extraídos e

processados para microscopia eletrônica de transmissão. As camadas híbridas dos dentes tratados com CHX apresentaram integridade estrutural normal da rede de fibrilas colágenas. De modo inverso, camadas híbridas anormais foram observadas nos grupos que não receberam tratamento com CHX exibindo degeneração progressiva da rede de fibrilas colágenas. Os autores concluíram que a degeneração *in vivo* das fibrilas colágenas ocorre rapidamente após o processo de hibridização dentinária e que esse processo pode ser impedido pelo o uso de CHX.

Nishitani *et al.*, em 2006, compararam a capacidade de ativação gelatinolítica e colagenolítica de diferentes adesivos dentinários self-etch em dentina humana coronária mineralizada. Dentina triturada foi misturada a três adesivos self-etch, por tempos diferentes e em seguida, o adesivo foi extraído com acetona, com o intuito de parar a reação. A dentina foi então analisada por meio de testes de fluorescência. Os autores observaram um aumento na atividade gelatinolítica após a utilização dos adesivos self-etch e que os adesivos com monômeros acídicos, com menor pH, produziram menor atividade enzimática. Dessa forma, os autores concluíram que adesivos self-etch podem ativar MMP latentes para níveis próximos ao máximo de atividade e consequentemente, contribuir para a degradação da união resino-dentinária.

Em 2006, Mazzoni *et al.*, testaram a hipótese nula de que não existem diferenças nas atividades proteolítica da dentina mineralizada, dentina condicionada por ácido e dentina tratada com sistema adesivo convencional. Pó de dentina preparado a partir de dentes humanos extraídos foi tratado com EDTA a 17%, ácido fosfórico 10%, ou com cinco adesivos etch-and-rinse simplificados que foram condicionados com ácido fosfórico 10%. A atividade gelatinolítica do pó de dentina foi determinada utilizando fluoresceína. Análise de microscopia eletrônica do pó de dentina tratada foi realizada para confirmar a presença de dentina mineralizada remanescente após o condicionamento ácido. EDTA a 17% reduziu significativamente a atividade proteolítica (73,2%) em relação ao pó de dentina mineralizada não tratado (controle), enquanto

dentina condicionada por ácido fosfórico 10% apresentou a maior redução (98,1%). Condicionamento da dentina por ácido com qualquer um dos cinco adesivos simplificados resultou na reativação da atividade proteolítica, com uma correlação linear negativa significativa ( $P < 0,05$ ) entre os aumentos de fluorescência e os correspondentes valores de pH dos adesivos. Conclui-se que os adesivos etch-and-rinse simplificados podem reativar atividades enzimáticas endógena em dentina, que são previamente inativadas pelo ácido fosfórico. A quantidade de enzima reativada pode até ultrapassar a quantidade presente em dentina mineralizada não tratada. Isso fornece uma explicação para a degradação das camadas híbridas após condicionamento ácido da matriz de dentina.

Malacarne *et al.* (2006), avaliaram a sorção de água, solubilidade e cinética de difusão da água de adesivos e resinas de marcas comerciais e experimentais usados em dentina e esmalte. Os adesivos testados foram Adper Scotchbond Multi-Purpose (MP), Clearfil SE Bond (SE), Adper Single Bond (SB), e Excite (EX). Cinco resinas experimentais a base de metacrilato (R1, R2, R3, R4 e R5) foram utilizadas. Discos de adesivo e resina foram confeccionados por meio de molde de 5,8 mm x 0,8 mm, e após polimerização foram armazenados em água destilada e a cinética de difusão da água foi avaliada em período de 28 dias. Composição da resina e hidrofilicidade influenciaram na sorção de água, solubilidade e difusão de água em ambos os materiais. A resina experimental hidrofílica mostrou maior sorção de água, solubilidade e coeficiente de difusão. Os sistemas adesivos SB e EX apresentaram sorção de água, solubilidade e coeficiente difusão significantemente maior que os sistemas adesivos MP e SE. Geralmente a sorção de água aumentou em resinas hidrofílicas. Portanto resinas hidrofílicas possuem elevada taxa de sorção de água, o que pode afetar a estabilidade mecânica dessas resinas e favorecer rápida degradação da interface resina-dentina.

Com objetivo de descrever os fatores associados com efeitos higroscópicos e hidrolíticos em redes de polímeros odontológicos, Ferracane (2006) escreveu uma revisão de literatura de acordo com 90 artigos ou resumos identificados por meio de pesquisa ao banco de dados PubMed. Os estudos foram incluídos desde que a evidência direta para a absorção de solvente por uma rede de polímero e seus efeitos físicos ou químicos posteriores, ou a perda de espécies moleculares em solventes. Foram selecionados artigos desde 1970 até a recente data para garantir que a maior parte da literatura clássica, bem como as informações mais recentes foram incluídas. A revisão de literatura mostrou que a redes poliméricas de materiais dentais são suscetíveis aos efeitos higroscópicos e hidrolíticos, variando de acordo com sua constituição química e estrutura. Portanto propriedades físicas e mecânicas podem ser alteradas pelos efeitos em curto prazo de solventes e componentes não reagidos, e em longo prazo pela função na cavidade oral. Portanto, ambos devem ser considerados durante o desenvolvimento de materiais restauradores.

Mitsui e colaboradores (2006) avaliaram a influência de diferentes protocolos de ciclagem térmica (CT) e mecânica (CM) na resistência de união à microtração de restaurações classe II usando dois adesivos convencionais e um autoadesivo. Cavidades classe II foram realizadas em 168 incisivos bovinos e estes divididos em três grupos de acordo com sistema adesivo: Single Bond, OptiBond Solo Plus e Clearfil SE Bond. Todos os dentes foram restaurados com resina composta Filtek Z250 e então divididos em sete subgrupos (n=8) de acordo com ciclagem utilizada: G1-controle (não foi submetido à ciclagem), G2-100.000 CM, G3-200.000 CM, G4-500.000 CM, G5-100.000 CM + 1.000 CT, G6-200.000 CM + 1.000 CT, G7-500.000 CM + 1.000 CT. Na ciclagem térmica foi padronizado usando banhos de  $5 \pm 2^\circ\text{C}$  e  $55 \pm 2^\circ\text{C}$ , por 60s cada. A ciclagem mecânica foi aplicada força axial de 80N com 2 ciclos/s. Para realização do teste de microtração os dentes foram seccionados, resultando em espécimes com secção transversal de 0,8 a 1 mm<sup>2</sup>. Todos os espécimes foram submetidos ao teste de microtração a velocidade de 0,5mm/min. O modo

de falha foi analisado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e os valores de resistência de união submetidos à análise de variância (3-way ANOVA) e teste de Tukey ( $\alpha=5\%$ ). Adesivo autocondicionante apresentou valores mais baixos de resistência média de união quando comparado com adesivos convencionais ( $P = 0,05$ ). Além disso, os espécimes restaurados com o Clearfil SE Bond não resistiu aos 200.000 e 500.000 associados CM/T. A aplicação de 100.000 CM não apresentou uma diminuição significativa na resistência de união quando comparado ao controle. Falhas mistas foram predominantes para todos os grupos. Quanto maior a quantidade de ciclos térmicos / mecânicos, maior o número de falhas mistas e menor porcentagem de falhas adesivas, sugerindo que tensão de maior magnitude poderia enfraquecer a resina próxima à interface. Portanto, os autores concluíram que a aplicação de ciclagem levou a diferentes comportamentos, de acordo com cada sistema adesivo avaliado, mas a utilização de 100.000 ciclos de ciclagem mecânica levou a redução nos valores de resistência de união em todos os sistemas adesivos.

García-Godoy *et al.*, em 2007, testaram a hipótese de que não há diferença na estrutura dentinária condicionada com ácido fosfórico, seguida da utilização de três sistemas adesivos total-etch, envelhecida em óleo mineral e saliva artificial. Para isso, avaliou a camada híbrida de espécimes envelhecidos em óleo mineral e saliva artificial por três anos por meio de microscopia eletrônica de transmissão. Os palitos envelhecidos em óleo mineral mantiveram a integridade estrutural da rede de fibrilas colágenas após os três anos de envelhecimento. No entanto, camadas híbridas anormais foram observadas nos espécimes envelhecidos em saliva artificial com degeneração progressiva da rede de fibrilas colágenas. Os autores concluíram que a degeneração endógena das fibrilas colágenas pode ocorrer em dentina infiltrada por resina e, em menor grau, em dentina mineralizada, ambas as circunstâncias na ausência de bactérias e enzimas salivares rejeitando a hipótese testada.

Han *et al.*, em 2007, avaliaram o pH, espessura do filme cementário, porcentagem de partículas de carga e alterações morfológicas de superfície de diferentes cimentos resinosos self-adhesive. Várias metodologias foram utilizadas: o pH foi obtido por meio de tiras reagentes de pH, a porcentagem de partículas de carga foi mensurada por meio de incineração dos cimentos a 750°C, a determinação da espessura do filme cementário foi determinada utilizando placas de vidro comprimidas por um dispositivo de carda e as alterações morfológicas de superfície foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura após a imersão em meios diferentes. Foi constada diferença significativa no pH dos cimentos nos diferentes tempos testados, onde alguns cimentos mantiveram pH próximos a 3,6, 48 horas após a manipulação. O cimento RelyX ARC obteve um pH de 2,8 90 segundos após a sua manipulação, porém esse valor aumentou para o pH de 5,0 após a fotopolimerização e para 7 após 48 horas. A porcentagem de carga foi diretamente proporcional à espessura do filme cementário. Degradação da superfície foi detectada após polimento e imersão em água, ácido acético e acetona. Os autores concluíram que essas diferenças físicas podem influenciar o desempenho clínico dos cimentos testados.

Sulkala *et al.*, em 2007, caracterizam as enzimas collagenolíticas presentes na dentina por meio de Western Blotting, com anticorpos específicos para collagenases MMP-1, 8 e 13, e por imonofluorometria (IFMA) para a detecção da MMP-8. Foi observado que apenas a collagenase MMP-8 foi encontrada na dentina, não sendo encontradas outras formas de collagenases. Nas amostras autoclavadas, não foram encontradas MMP-8, no entanto, atividade collagenolítica ainda sim foi identificada. Os autores concluíram que MMP-8 constitui a maior parte das collagenases dentinárias e que gelatinases dentinárias podem ser detectadas após autoclavagem, mostrando sua alta resistência.

Brackett *et al.*, em 2007, avaliou por meio de microscopia eletrônica de transmissão, a degradação da camada híbrida dentinária em restaurações

occlusais profundas em resina composta assim como a resistência de união. Pré-molares hígidos contralaterais foram preparados, restaurados e avaliados após a permanência de dois ou seis meses na cavidade oral. O sistema adesivo etch-and-rinse utilizado foi o Single Bond Plus (3M ESPE). Os grupos controles foram restaurados de acordo com as indicações dos fabricantes, e os grupos experimentais receberam a aplicação de digluconato de clorexidina 2% após o condicionamento ácido. O teste de microtração foi realizado dois e seis meses após a confecção das restaurações. Em um grupo extra, os autores avaliaram separadamente a influência da CHX na resistência de união imediata, a qual não variou devido ao seu uso. Não foi observada degradação após dois meses nenhum grupo. Uma leve degradação foi observada no grupo sem CHX após seis meses, no entanto no grupo com CHX não foi observada degradação da camada híbrida. Não foram constadas diferenças estatísticas entre o grupo controle os grupos com o protocolo adesivo experimental.

Carrilho e colaboradores (2007a) demonstraram que o uso de clorexidina como inibidor de MMPs resulta em conservação da camada híbrida e consequentemente aumento na resistência de união. Porém foi constatado que essa melhora na união entre resina composta e dente não pode ser observada em testes imediatos, e sim em longo prazo. Utilizando dois meios de armazenagem, um com inibidor de metaloproteinases e outro sem inibidor, observou-se que no grupo controle os espécimes armazenados sem inibidores tiveram 45,3% de falha enquanto os armazenados com inibidores, tiveram resultados semelhantes aos espécimes tratados com clorexidina 2% armazenados em ambas as substâncias, que foi de aproximadamente 23,4%.

Em estudo *in vivo*, Carrilho *et al.* (2007b) analisaram a hipótese que a degradação da interface de união resina-dentina pode ser prevenida com aplicação de clorexidina (CHX) após o condicionamento ácido da dentina. Restaurações classe I em pares de terceiros molares contralaterais foram realizadas e deixadas em função intra-oral durante 14 meses. A preservação da interface de união foi avaliada por meio de ensaio mecânico de microtração

e análise por microscopia eletrônica de varredura (MET). Resistência de união, *in vivo*, permaneceu estável para os espécimes tratados com CHX, enquanto redução significativa foi observada no grupo controle. Análise em MET identificou progressiva degradação das fibrilas colágenas no grupo controle, e integridade da rede colágena na dentina tratada com CHX.

Manhart & Trumm (2007) avaliaram a microinfiltração de adesivos convencionais. Cavidades classe II padronizadas foram realizadas em quarenta molares humanos com uma caixa proximal limitando-se ao esmalte e uma caixa proximal se estendendo até a dentina. Os dentes foram distribuídos aleatoriamente em cinco grupos ( $n = 8$ ) e restaurados com incrementos de resina composta. Cinco combinações foram testadas: G1 = Xp Bond + CeramX Mono, G2 = Syntac Classic + Tetric EvoCeram, G3 = Scotchbond 1 XT + Z250, G4 = P&B NT + CeramX Mono, G5 = Optibond Solo Plus + CeramX Mono. Após acabamento e polimento os dentes foram armazenados por 48h em água a 37º C antes de serem submetidos ao envelhecimento simulado por termo ciclagem (5/55ºC, 2.000x, 30 s) ciclagem mecânica (50N, 50.000x). Os dentes foram isolados e imersos em 5% de metileno azul por 1h. Os espécimes foram seccionados e infiltração marginal avaliada (escala 0 a 4) por microscopia. Os resultados foram analisados usando os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ( $P < 0.05$ ). A análise estatística mostrou diferenças significantes entre os grupos tanto em esmalte quanto em dentina. Os resultados foram: esmalte G2 (64,44) < G1 (66,69) < G4 (74,88) < G3 (98,25) e G5 (98,25); dentina: G3 (65,53) < G1 (74,42) < G4 (81,09) < G2 (81,84) < G5 (99,61). Portanto, a microinfiltração do adesivo XP Bond foi semelhante à encontrada nos demais adesivos.

Latta, em 2007, objetivou avaliar a resistência ao cisalhamento do XP Bond à dentina e esmalte, e comparar com outros sistemas adesivos (Optibond Solo Plus, Apder Scotchbond 1XT, Syntac Classic). A resistência ao cisalhamento (MPa) foi obtida testando cilindro de resina de 4,5mm de diâmetro de superfícies vestibulares de terceiros molares humanos utilizando

máquina de ensaio Instron Testing. Em adição foi realizada espectroscopia micro-Raman para determinar a possível ocorrência da interação química entre o sistema adesivo com a dentina e o esmalte. Diferenças significantes foram observadas entre os valores da dentina e o esmalte e os diferentes sistemas adesivos testados. XP Bond obteve valores estatísticos similares ao Optibond Solo Plus e Apder Scotchbond 1XT tanto para o esmalte quanto para a dentina. O Syntac Classic obteve resultados significativamente menores tanto para a dentina quanto para o esmalte. A espectroscopia Micro-Raman mostrou uma completa infiltração da resina na dentina desmineralizada. Em adição, essa espectroscopia sugere forte interação química entre o XP Bond e os componentes da dentina. Há uma hipótese de que essa interação ocorre devido à formação de complexos de fosfato de cálcio por oriundos da apatita mineral presente na dentina e os ésteres fosfatados presentes no adesivo.

Breschi *et al.* (2008), conhecendo os resultados imediatos favoráveis de selamento e resistência de união de sistemas adesivos, realizaram uma discussão sobre as características da interface de união à dentina após período de envelhecimento, por exemplo, de 6 meses. Essa discussão relacionou artigos que relatam a formação, envelhecimento e estabilidade das interfaces adesivas, focando no micro e nano fenômeno relacionado com a degradação de interface adesiva. Após a discussão dos processos de envelhecimento da camada híbrida, degradação da resina e das fibrilas colágenas expostas, análise imunocitoquímica da camada híbrida, atividade colagenolítica intrínseca da dentina mineralizada e as formas de aumentar a estabilidade de união; os autores perceberam que adesivos simplificados de um passo mostram ser menos duráveis, enquanto adesivos convencionais de três passos e autocondicionantes de dois passos continuam apresentando melhor performance. Diferentes fenômenos de envelhecimento ocorrem na interface de união à dentina, no entanto, alguns são considerados cruciais na degradação da camada híbrida, particularmente se os adesivos simplificados forem usados. Assim, polimerização incompleta, impregnação de resina insuficiente, alta permeabilidade da interface de união, fase de separação e

ativação de enzimas colagenolíticas endógenas são fatores recentemente reportados como causadores da redução da longevidade da interface de união. Contudo, recentes estudos apresentaram formas de evitar estes problemas e aumentar a longevidade de restaurações adesivas, como: a utilização de adesivos convencionais de múltiplos passos, que envolvem recobrimento de monômeros hidrífobicos; aumento do tempo de fotoativação com intuito de reduzir a permeabilidade dos adesivos; e utilização de inibidores de proteases que levam ao aumento da estabilidade das fibrilas colágenas dentro da camada híbrida, inibindo a atividade colagenolítica intrínseca da dentina humana.

Soares *et al.*, em 2008, avaliaram o efeito da aplicação de diferentes concentrações de CHX, 0,2% e 2%, em momentos diferentes: previamente, durante ou após o condicionamento ácido, na resistência de união de um sistema adesivo convencional à dentina bovina. Os autores concluíram que o uso da CHX, nas concentrações 0,2% e 2% previamente, associada ao ácido fosfórico, ou após o condicionamento ácido, não afetou significativamente os valores de resistência de união do sistema adesivo utilizado.

D'Arcangelo *et al.*, em 2009, avaliaram o efeito da aplicação de múltiplas camadas de adesivos de condicionamento total na resistência de união por meio de teste de microtração. Os sistemas adesivos de condicionamento total avaliados foram: PQ 1 (Ultradent), EnaBond (Micerium) e XP Bond (Dentsply), sendo aplicadas 1, 2 ou 3 camadas de adesivo e cada uma polimerizada individualmente. Foram realizadas restaurações de resina composta e posteriormente os dentes foram seccionados em palitos com área de seção quadrada de 1mm<sup>2</sup>. Os espécimes obtidos foram fixados em dispositivo metálico de microtração e testados. Observou-se aumento nos valores de resistência de união nos espécimes em que foram aplicadas mais de uma camada de adesivo, sendo que PQ 1 apresentou os maiores valores com aplicação de duas camadas. Concluíram que aplicação de múltiplas camadas de adesivo aumenta a resistência de união à dentina, no entanto

camada espessa de adesivo pode causar efeitos negativos na resistência de união à dentina.

Mazzoni *et al.*, em 2009, realizaram estudo com objetivo de analisar a localização e distribuição de metaloproteinases (MMP) -2 e MMP-9 na matriz orgânica dentinária humana por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). Ambas as análises confirmaram que MMP-2 e MMP-9 são componentes endógenos da matriz orgânica dentinária humana e revelaram e relação tridimensional entre essas proteinases e as fibrilas colágenas, mostrando que ambos os anticorpos tiveram identificação similar. Portanto, os resultados do estudo contribuíram para revelar distinto padrão de gelatinases, e suportou a hipótese de que essas enzimas são componentes intrínsecos da matriz orgânica de dentina após desmineralização.

Komori *et al.*, em 2009, avaliaram a ação o do digluconato de CHX 2% como primer terapêutico na resistência de união, à longo prazo, de dois sistemas adesivos convencionais unidos à dentina. Superfícies dentinárias planificadas afetadas por lesões cariosas e circundadas por dentina hígida foram tratadas ou não com CHX 2% por um minuto. Em seguida, foram utilizados dois sistemas adesivos convencionais: um de três passos (Scotchbond Multi Purpose, 3M ESPE) e um de dois passos (Single Bond 2, 3M ESPE). Para o ensaio de microtração, foram obtidos palitos de acordo com a técnica non-trimming, os quais foram testados imediatamente ou após seis meses de armazenamento em saliva artificial. Foi observado que o uso de CHX 2% não alterou a resistência de união imediata dos adesivos utilizados tanto na dentina hígida, quanto na dentina afetada por cárie, e reduziu significativamente a perda de resistência de união após seis meses, na dentina hígida. A resistência de união da dentina afetada por cárie não foi alterada. Os autores concluíram que a utilização do sistema adesivo etch-and-rinse de três passos em dentina pré-tratada com CHX 2% produziu uma união estável, não sofrendo alterações no período de seis meses.

Lehmann *et al.*, em 2009, levando em conta que um dos principais problemas inerentes a procedimentos restauradores adesivos é a degradação da camada híbrida, onde existe a participação das metaloproteinases endógenas devido as características ácidas dos sistemas adesivos, avaliaram a alteração da expressão de MMP-2 e proMMP-9 no complexo dentino-pulpar após a utilização de um adesivo self-etch. Foi observado um aumento na expressão de MMP-2 pelos odontoblastos assim como um aumento de MMP-2 e proMMP-9 na dentina adjacente a aplicação do adesivo self-etch na presença do tecido pulpar. Os autores concluíram que a utilização de adesivos self-etch estimula a secreção de metaloproteinases pelo complexo dentino-pulpar, mais especificamente pelos odontoblastos, sugerindo a sua participação na degradação da camada híbrida.

De Munck *et al.*, em 2009, tendo em mente que procedimentos adesivos dentinários podem ativar metaloproteinases endógenas e dessa forma, iatrogenicamente iniciar a degradação da interface de união resino-dentinária, avaliaram a hipótese de que a adição de inibidores de metaloproteinases ao primer adesivo pode prevenir essa degradação endógena enzimática e consequentemente melhorar a durabilidade da união. Um inibidor sintético de metaloproteinases não específico, a CHX, e um inibidor específico para MMP-2/MMP-9, o SB-3CT, foram adicionados ao primer de dois sistemas adesivos: um self-etch e um etch-and-rinse, ambos considerados “padrão ouro” em suas gerações. A análise zimográfica gelatinosa de dentina triturada, tratada clinicamente com ambos os adesivos, revelou a liberação de MMP-2 e não MMP-9 na utilização do adesivo etch-and-rinse. Não foi detectada a liberação de metaloproteinases na utilização do adesivo self-etch, provavelmente devido ao seu limitado potencial desmineralizador dentinário. Os inibidores sintéticos de metaloproteinases foram efetivos na redução da perda da resistência de união, apenas na utilização do adesivo etch-and-rinse. A sorção de água pelas interfaces adesivas provavelmente ainda é o principal mecanismo responsável pela degradação dessa interface, enquanto que a

degradação enzimática parece contribuir apenas quando adesivos etch-and-rinse são utilizados.

Breschi *et al.* (2009), investigaram o efeito da clorexidina 0,2 % e 2% em longo prazo na resistência de união dos sistemas adesivos: Adper Scotchbond 1XT e XP Bond. Clorexidina foi aplicada na superfície dentinária após condicionamento ácido e então procedimento restaurador foi realizado. Os dentes foram seccionados, resultando palitos com área de seção de 0,9mm<sup>2</sup>, sendo testados imediatamente (controle) e após armazenagem em saliva artificial durante 6 meses e 1 ano. Interfaces adicionais adesivas foram preparadas para análise de nanoinfiltração em microscopia eletrônica de transmissão. Diferença significante foi encontrada entre os grupos tratados com clorexidina, que mantiveram os valores de resistência de união, enquanto significante redução foi observada no grupo controle. Os autores concluíram que este resultado sugere que fatores endógenos responsáveis pela degradação da interface de união resina-dentina podem ser inibidos pela clorexidina. Significante aumento da nanoinfiltração foi evidenciado durante o envelhecimento de espécimes do grupo controle, mas reduzida infiltração de nitrato de prata foi encontrada nos grupos tratados com clorexidina.

Breschi *et al.*, em 2010, avaliaram o papel das metaloproteinases endógenas na auto degradação das fibrilas colágenas presente em substratos dentinários infiltrados por resina. Foi realizada análise zimográfica de proteínas extraídas de dentina humana triturada, que foram incubadas com o sistema adesivo Adper Scotchbond 1XT (3M ESPE) em dentina tratada ou não com concentrações de 0,2% até 2%, para avaliar a atividade enzimática das metaloproteinases. A resistência de união e a nanoinfiltração foram avaliadas imediatamente e após dois anos de envelhecimento em saliva artificial a 37° C. Os resultados da análise zimográfica mostraram que a aplicação do Adper Scotchbond 1XT em dentina humana triturada aumenta a atividade da MMP-2, enquanto que a aplicação de CHX inibiu toda a atividade colagenolítica independente da concentração testada. A CHX reduziu significativamente a

perda de resistência de união e a expressão de nanoinfiltração observada no substrato dentinário condicionado com ácido fosfórico e infiltrado com sistema adesivo após dois anos de envelhecimento artificial. Os autores concluíram que o Adper Scotchbond 1XT possui um papel importante na ativação de MMP-2 no substrato dentinário e a eficiência da CHX em inibir as metaloproteinases mesmo em baixas concentrações.

Ricci *et al.* (2010), avaliaram a influência da aplicação de digluconato de clorexidina (CHX) na resistência imediata a microtração (microTBS) de dois sistemas adesivos à dentina de dentes decíduos e permanentes. Dentes humanos íntegros (24 molares decíduos e 24 pré-molares) foram utilizados. Os dentes decíduos e permanentes foram divididos aleatoriamente em três grupos ( $n = 8$ ) de acordo com o sistema adesivo: Adper Single Bond, Prime & Bond NT e Excite DSC. Cada grupo foi dividido em dois subgrupos ( $n = 4$ ) em que a dentina condicionada por ácido fosfórico foi tratado com 20 microL de CHX 2% ou água deionizada por 60 segundos antes da aplicação do sistema adesivo. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes e blocos de resina composta foram construídos sobre as superfícies tratadas. Os dentes foram seccionados verticalmente e perpendicularmente à interface adesiva e espécimes em forma de palito com uma área transversal de  $0,81 \text{ mm}^2$ , foram obtidos e submetidos a testes microTBS a uma velocidade de 0,05 mm / min. MicroTBS dados foram estatisticamente analisados por ANOVA e teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). Os modos de falha foram verificados com estereomicroscópio. Aplicação CHX aumentou significativamente ( $P < 0,05$ ) a microTBS de Prime & Bond NT e Single Bond à dentina condicionada por ácido em dentes decíduos e permanentes, enquanto que nenhum efeito positivo ou negativo foi observado para Excite DSC. Houve predominância de falhas adesivas em todos os grupos controle e tratados com CHX. Nenhum padrão de distribuição de fratura foi observado.

Carrilho *et al.*, em 2010, para melhor compreender o papel da clorexidina na preservação da união dentina-resina, investigaram a substantividade da clorexidina à dentina humana. Os espécimes foram tratados com: (1) 10 µL de água destilada (controle), (2) 10 µL de diacetato de clorexidina a 0,2% (0,2% CHX) ou (3) 10 µL de diacetato de clorexidina a 2% (2% CHX). Em seguida, foram incubados em 1 mL de PBS (pH 7,4 a 37°C). Substantividade foi avaliada em função da dose aplicada CHX após: 0,5 h, 1h, 3h, 6h, 24h, 168h (1 semana), 672h (4 semanas) e 1344h (8 semanas) de incubação. CHX foi espectrofotometricamente analisada a 260 nm. Quantidades significativas de CHX permaneceram retidas em substratos de dentina (MD, PPD ou TDD), independente da dose aplicada ou tempo de incubação de CHX ( $p < 0,05$ ). Elevados montantes de CHX sobre os discos de hidroxiapatita foram observados apenas para os espécimes tratados com a maior concentração de clorexidina (2%) ( $p < 0,05$ ). A excelente substantividade de CHX a dentina e seu efeito relatado na inibição de proteases dentinárias podem explicar porque CHX pode prolongar a durabilidade de união dentina-resina.

Reis e colaboradores, em 2010, realizaram estudo com objetivo de avaliar a resistência à tração (UTS) e módulo de elasticidade (E) de adesivos unificados primer / adesivo após o envelhecimento por 6 meses em água ou óleo, e compararam os padrões de infiltração de prata sob o microscopia eletrônica de transmissão (MET). Um adesivo auto-condicionante de um passo (One-up Bond F: OB), dois auto-condicionantes de dois passos (SE Bond: SE e Protect Bond: PB), e dois sistemas convencionais (Single Bond: SB e Prime & Bond NT: PB) foram utilizados. Soluções de primer e Bond dos sistemas adesivos foram misturadas (SE + P e CP + P). Como resultados os materiais apresentaram diminuição UTS após o armazenamento em água. UTS semelhante ou maior foi observado após o armazenagem em óleo mineral. Exceto para SB, os valores E não se alteraram após o armazenamento em água, mas aumentaram após armazenagem em óleo. OB, CP + P, e SE + P apresentaram maior infiltrado de prata. Os efeitos da armazenagem em água

foram material-dependente, e as propriedades mecânicas foram significativamente afetadas.

Raposo (2010), avaliou o efeito da geometria do espécime, tipo de dispositivo de microtração, modo de fixação e tipo de agente fixador na resistência de união, modo de falha e distribuição de tensões de um sistema adesivo de condicionamento total de dois passos à dentina humana. Vinte terceiros molares humanos recém-extraídos tiveram a superfície oclusal removida expondo dentina média, a qual foi condicionada e tratada com adesivo de condicionamento total simplificado (Single Bond II). Em seguida foram realizadas restaurações de resina composta. Os dentes foram seccionados em foram de haltere e palito e divididos entre três dispositivos: espécimes em forma de haltere fixado no dispositivo de Dircks, espécimes em forma de palito fixados no dispositivo de Geraldeli com adesivo SuperGlue, e palitos fixados em dispositivo de Geraldeli com cola Zapit. O dispositivos foram posicionados em máquina de ensaio mecânico e submetidos ao teste de microtração com velocidade de 1,0mm/minuto e a resistência de união determinada (MPa). O modo de falha foi examinado em lupa estereoscópica e local de iniciação de falhas foi analisado por microscopia eletrônica de varredura e com espectroscopia por dispersão de energia. Modelos trimensionais de cada dispositivo e espécime foram criados e análises pelo método de elementos finitos foram feitas. O tipo de dispositivo de microtração utilizado não influenciou na resistência de união, mas sim no modo de falha e distribuição de tensões. O dispositivo de Dircks mostrou-se menos sensível à técnica, sendo menos crítico ao erro humano no momento de fixação do espécime e apresentou distribuição de tensão mais uniforme na camada adesiva.

Armstrong *et al.*, em 2010, realizaram revisão de literatura em relação à mecânica, geometria, aplicação de carga, preparo dos espécimes, e outros parâmetros de testes realizados em “micro” testes de interfaces adesivas, delineando vantagens e limitações. O teste de microtração apresenta

como vantagens: possibilidade de avaliação localizada da resistência de união, e diferentes espessuras de remanescente dentinário; avaliação de ângulos diferentes dentro de mesmo preparo cavitário; permite uniformização da distribuição de carga por meio do dispositivo de fixação; menor quantidade de falhas coesivas em substratos; devido à pequena dimensão necessária para difusão de líquido pelo espécime é possível acelerar o envelhecimento este em meios de armazenagem; facilidade em realizar análise por microscopia das amostras; permite avaliação mecânica, morfológica e química de uma mesma amostra. Já como limitação apresenta dificuldade de execução da técnica, como falta de aparelhos adequados para obtenção dos espécimes, facilidade de desidratação do espécime, dificuldade de remoção do espécime do dispositivo de teste e até mesmo a dificuldade de execução do teste pela falta de consenso sobre qual dispositivo, adesivo e velocidade de aplicação de carga ser usado. Portanto, modo de preparo de espécimes, fixação e aplicação de carga, e as propriedades dos materiais são componentes que influenciam na distribuição de tensão e consequentemente na resistência de união e modo falha, sendo necessária a realização destes testes de forma padronizada.

*Stanislawczuk et al.* (2011), avaliaram os efeitos da aplicação de ácido fosfórico contendo clorexidina 2% (Ac / CHX), e da solução de CHX 2% na resistência de união de dois sistemas adesivos simplificados etch-and-rinse imediatamente e após dois anos de armazenagem em água destilada a 37°C. Quarenta e dois terceiros molares livres de cárie tiveram a superfície dentinária exposta e foram divididos aleatoriamente em grupos: controle (grupo 1), as superfícies foram condicionadas com ácido ácido fosfórico convencional e os adesivos Prime & Bond NT (PB) ou Adper Single Bond 2 (SB) foi aplicado após a lavagem, secagem e reidratação com água. Nos grupos 2, grupos Ac / CHX os adesivos foram aplicados de maneira similar, porém a ácido contendo CHX 2% foi aplicado. Nos grupos 3, os adesivos foram aplicados de acordo com o grupo controle, porém o processo de reidratação foi realizado com uma solução aquosa de clorexidina a 2% por 60 s. Restaurações de resina composta foram realizadas de forma incremental e espécimes foram preparados para ensaio de

microtração com área de seção de 0,8 mm<sup>2</sup>. Os palitos foram submetidos a ensaio de microtração imediatamente e após 2 anos de armazenagem, a velocidade constante de 0,5mm/min. Dois palitos de cada dente foram submetidos a infiltração com nitrato de prata e analisados em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados obtidos foram que após dois anos houve significante redução para os adesivos do grupo controle ( $p < 0,05$ ); os grupos tratados com clorexidina 2% e ácido contendo clorexidina 2% mantiveram os resultados de resistência de união. Cristais de nitrato de prata foram mais evidentes nos grupos controles que nos grupos experimentais ( $p < 0,05$ ). A utilização de solução de clorexidina a 2% e como associação com o condicionamento ácido foi efetiva na redução de degradação da interface de união à dentina no período de dois anos. Portanto, adição de digluconato de clorexidina no condicionador ácido pode ser uma excelente ferramenta para aumentar a estabilidade em longo prazo das fibrilas de colágeno na camada híbrida contra a atividade de metaloproteinases sem a necessidade de medidas adicionais no protocolo de adesão.

## ***PROPOSIÇÃO***

---

### **3. PROPOSIÇÃO**

Este estudo teve como objetivo avaliar:

- (a) A influência de diferentes concentrações de CHX nos valores de resistência de união (MPa) e padrão de fratura de sistema adesivo convencional de três passos e sistema adesivo simplificado de dois passos imediatamente e após envelhecimento *in vitro*, por meio de ensaio mecânico de microtração ( $\mu$ TBS) e microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- (b) Os efeitos em longo prazo de diferentes concentrações de CHX e meios de armazenagem na resistência de união e padrão de fratura de sistema adesivo convencional de três passos, por meio de ensaio mecânico de microtração e microscopia eletrônica de varredura.

## ***MATERIAIS E MÉTODOS***

---

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### *Delineamento Experimental:*

#### Forma como os tratamentos foram designados às unidades experimentais:

Aleatoriamente

#### Variáveis de estudo:

- *Tipo de tratamento realizado na dentina, em três níveis:*
  - Concentração de solução de clorexidina 0,12%
  - Concentração de solução de clorexidina 2%
  - Controle - sem tratamento
- *Tipos de Adesivos, em dois níveis:*
  - Adper Scotchbond Multi-uso (3M ESPE, St. Paul, EUA)
  - XP Bond (Dentsply, Petrópolis, Brasil)
- *Tipos de Armazenamento, em dois níveis:*
  - Saliva Artificial
  - Óleo Mineral

#### Sub-variável:

- *Tempo de Armazenamento*
  - 24 horas
  - 4 meses

Em razão da geração de duas hipóteses neste estudo, este tópico é subdividido para as duas propostas.

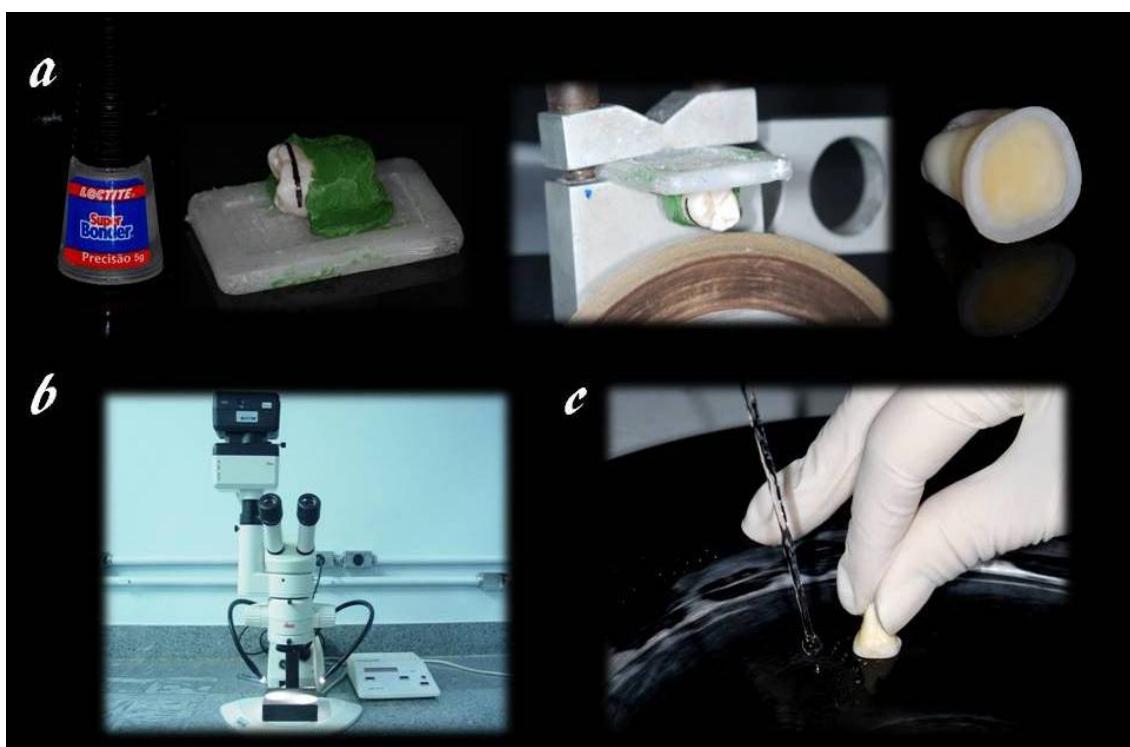
#### **4.1. Avaliação à médio prazo do efeito da clorexidina na resistência de união de diferentes sistemas adesivos**

##### ***4.1.1. Seleção dos dentes***

Foram selecionados 30 terceiros molares humanos, íntegros e de idade e tamanho semelhantes (Projeto aprovado pelo Comitê de Ética da Universidade Federal de Uberlândia, protocolo #301/10). Os dentes foram armazenados em água destilada com clorammina T 0,5% (Kropharma Farmácia Ltda, Uberlândia, Brasil) por 24 horas, limpos com curetas periodontais (SS White Duflex, Rio de Janeiro, Brasil) e submetidos à profilaxia com pedra pomes e água, sendo então, armazenados em água destilada com clorammina T 0,5% sob refrigeração até o momento de sua utilização, que não ultrapassou um mês.

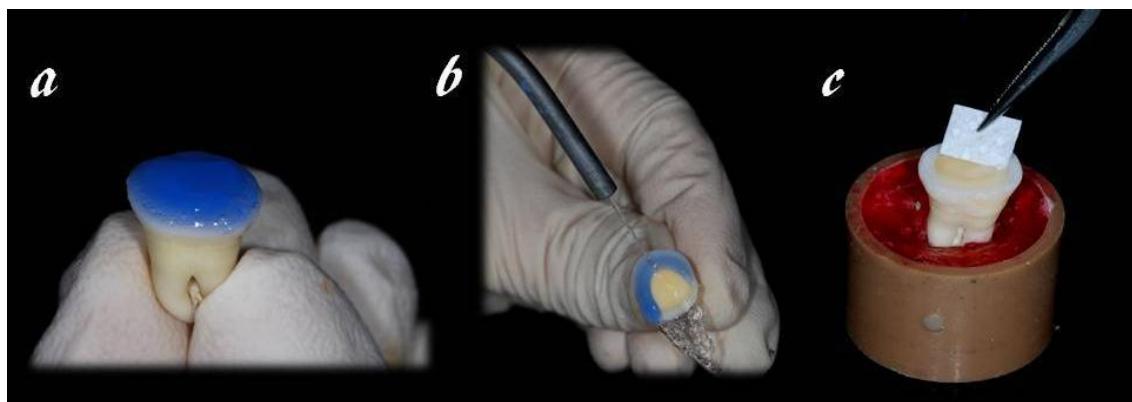
##### ***4.1.2. Preparo das amostras***

O esmalte oclusal dos dentes foi removido em micrótomo de tecido duro (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, USA), sob refrigeração constante com água, expondo a dentina média. A superfície dentinária foi analisada em lupa estereoscópica com sistema fotográfico acoplado (Leica MS-5 MPS-30 Model Leica Microscopy Syste,ms Ltd, Heerbrugg, Switzerland) em aumento de 40x, para verificar ausência de “ilhas de esmalte”. Posteriormente, a superfície da dentina exposta foi lixada, sob refrigeração, com papéis abrasivos de carbureto de silício de granulação 600 (Norton, São Paulo, SP, Brasil) durante um minuto para padronização da “smear layer” (Carrilho *et al.*, 2002) (Figura 1).



**Figura 1.** Preparo da superfície oclusal dos dentes: *a*, secção do esmalte dental em micrótomo de precisão para expor dentina; *b*, lupa estereoscópica para análise da superfície oclusal a fim de verificar a presença de ilhas de esmalte; *c*, padronização da “smear layer” em lixadeira.

Todos os dentes tiveram a superfície dentinária condicionada com ácido fosfórico 37% (Condicionador Dental Gel, Dentsply, Petrópolis, Brasil), durante 15 segundos (s), lavadas com jatos de ar/ água durante 15 s e secas com papel absorvente, para não desidratar a superfície (Figura 2).

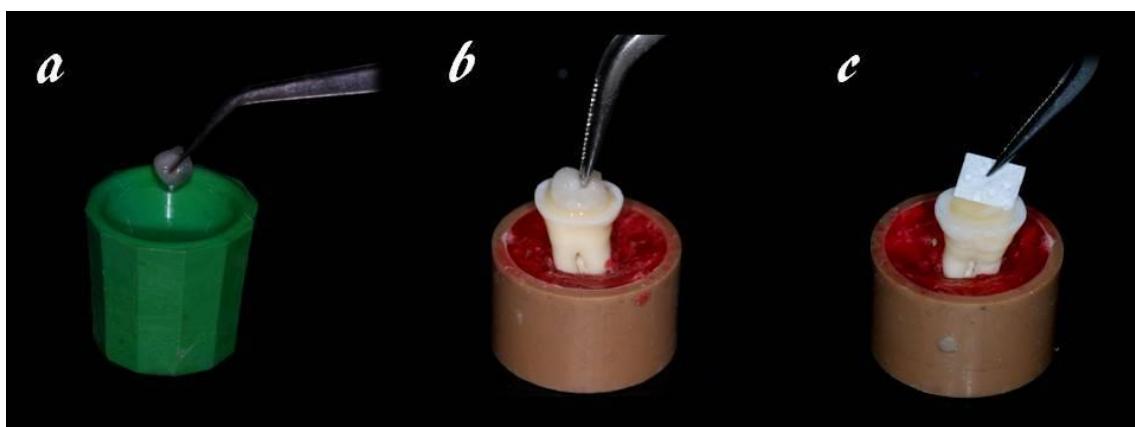


**Figura 2.** Condicionamento ácido da superfície dentinária: *a*, aplicação do ácido fosfórico por 15 s; *b*, lavagem da superfície dentinária durante 15 s; *c*, secagem da superfície dentinária com papel absorvente.

Em seguida, os dentes foram divididos em três grupos ( $n=10$ ) de acordo com o tratamento com diferentes concentrações de clorexidina: C (controle), não recebeu tratamento com clorexidina; 0,12Chx, tratamento dentinário com solução de clorexidina a 0,12% (Kiropharma Farmácia Ltda, Uberlândia, Brasil) durante 60s; e 2Chx, tratamento com solução de clorexidina a 2% (FGM Produtos Odontológicos, Joinville, Brasil) por 60s. Para isso, algodão embebido em solução de clorexidina foi colocado sobre a dentina e aguardado 60s, então a dentina foi seca com papel absorvente (Figura 3). A composição da clorexidina está listada na Tabela 1.

**Tabela 1 –** Materiais utilizados no pré-tratamento da dentina.

<i>Materiais</i>	<i>Fabricante</i>	<i>Composição</i>	<i>Lote n°</i>
<i>Clorexidina 0,12%</i>	Kiropharma Farmácia Ltda, Uberlândia, Brasil	Clorexidina 0,12%, água destilada 1000ml	-
<i>Clorhexidina s</i>	FGM Produtos Odontológicos, Joinville, Brasil	Digluconato de clorexidina 2%	209053



**Figura 3.** Tratamento da dentina com clorexidina: *a*, algodão embebido em solução de clorexidina; *b*, tratamento da dentina com clorexidina; *c*, secagem da superfície dentinária com papel absorvente.

Após o tratamento da dentina cada grupo foi subdividido em dois grupos ( $n=5$ ) de acordo com o sistema adesivo utilizado: SC, Adper Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE, St. Paul, EUA), e XP, XP Bond (Dentsply, Petrópolis, Brasil). A aplicação do sistema adesivo assim como o procedimento de polimerização foram realizados de acordo com as recomendações do fabricante e executados pelo mesmo operador. Os materiais utilizados no procedimento restaurador estão listados na Tabela 2.

**Tabela 2 – Materiais utilizados no procedimento restaurador.**

<i>Materiais</i>	<i>Fabricante</i>	<i>Composição</i>	<i>Lote n°</i>
<i>Condicionador Dental Gel</i>	Dentsply, Konstanz, Alemanha	Ácido fosfórico 37%, Sílica coloidal e corante	0909002130
<i>Adper Scotchbond Multi-Purpose</i>	3M ESPE, St. Paul, EUA	Primer: 2-hidroxietilmacrilato (HEMA); Bond: Bis-Glicidilmacrilato (Bis-GMA); 2-hidroxietilmacrilato (HEMA)	9CE 9RM
<i>XP Bond</i>	Dentsply, Konstanz, Alemanha	Dimetacrilato Carboxílico modificado (TCB); Resina acrílica fosfatada modificada (PENTA); Uretano Dimetacrilato (UDMA); Trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA); 2-hidroxietilmacrilato (HEMA); Estabilizantes; Etil-4-dimetilaminobenzoato; Canforoquinona; Sílica amorfça funcionalizada; t-butanol	0909002130
<i>Filtek Z350 XT</i>	3M ESPE, St. Paul, EUA	Cerâmica tratada com silano; Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BIS-GMA); Bisfenol A polietileno glicol diéter dimetacrilato (BIS-EMA); Sílica tratada com silano; Sílica – óxido de zircônia tratado com silano; Diuretano dimetacrilato; Dimetacrilato de trietileno glicol (TEG-DMA); 2,6-di-terc-butil-p-cresol (BHT)	N163304

Para o sistema adesivo Adper Scotchbond Multi-Purpose (Figura 4), o primer foi aplicado na superfície dentinária com pincel descartável (FGM, Produtos Odontológicos, Joinville, Brasil) e aplicado jato de ar durante 5 s para evaporação do solvente. Em seguida, foi aplicada uma camada homogênea de adesivo e então fotoativado durante 10 s com fonte de luz ativadora com 1200 mW/cm<sup>2</sup> (Radii E, SDI, Bayswater, Austrália). Dispositivo que permite controlar a distância da fonte fotopolimerizadora a 1mm da superfície dentinária foi utilizado (Figura 4).



**Figura 4.** Protocolo de aplicação do Sistema Adesivo Adper Scotchbond Multi-Purpose: *a*, aplicação do primer; *b*, aplicação do adesivo; *c*, fotopolimerização por 10 s.

Para o sistema adesivo XP Bond (Figura 5), o componente adesivo, que une primer e bond, foi aplicado com pincel descartável (FGM Produtos Odontológicos, Joinville, Brasil), deixando por 20 s, e aplicado leve jato de ar

para evaporar o solvente durante 5 s. A fotoativação foi realizada durante 10 s com a mesma unidade fotopolimerizadora (Figura 5).

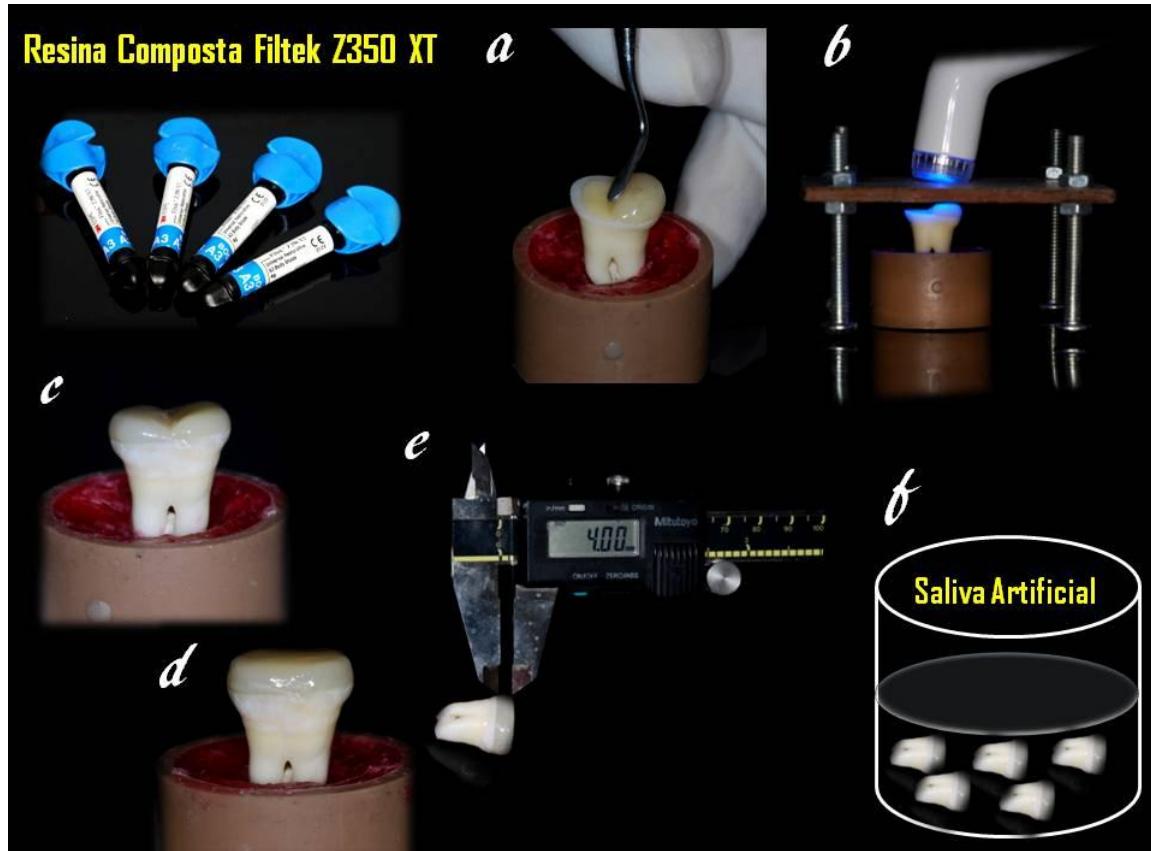


**Figura 5.** Protocolo do sistema de aplicação do sistema adesivo XP Bond: *a*, aplicação do adesivo; *b*, fotopolimerização por 10 s.

Todos os dentes foram restaurados com resina composta Filtek Z350 XT (3M ESPE, St. Paul, EUA) de forma incremental em camadas oblíquas com espessura de 2 mm e fotopolimerizadas individualmente. Após confecção das restaurações os dentes foram armazenados em recipiente hermeticamente fechado contendo saliva artificial (S) (Tabela 3) a 37°C durante 24 horas (Figura 6).

**Tabela 3 –** Materiais utilizados como meio de armazenagem.

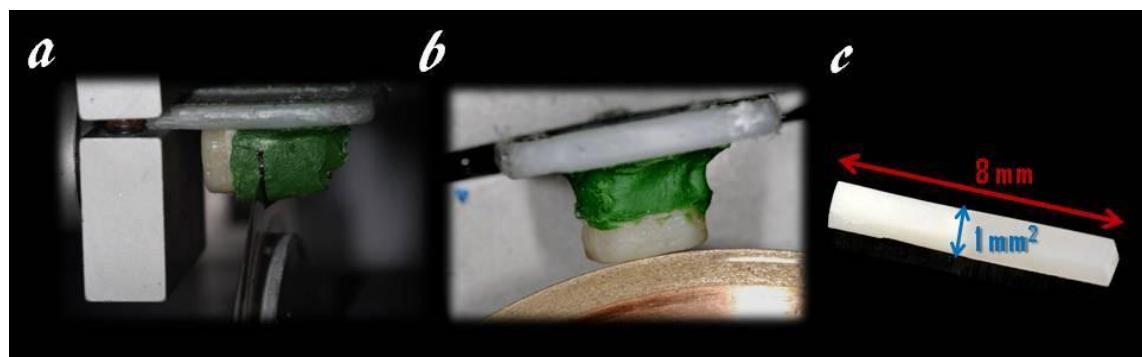
<i>Materiais</i>	<i>Fabricante</i>	<i>Composição</i>
<i>Saliva Artificial</i>	Kiopharma Farmácia Ltda, Uberlândia, Brasil	Cloramina T – 0,5% Cloreto de Potássio – 20,94g Cloreto de sódio – 28,834g Cloreto de Magnésio – 1,86g Cloreto de cálcio – 5,54g Fosfato monobásico de K – 26,784g Fosfato de potássio – 10,866g Sorbitol – 1,424g Benzoato de sódio – 0,034g Água destilada – 1000ml



**Figura 6.** Confecção do bloco de resina composta pela técnica incremental (2,0 mm): *a*, primeiro incremento de resina composta; *b*, cada incremento foi fotopolimerizado por 20 s, utilizando dispositivo que controla a distância da fonte ativadora a 1 mm; *c*, segundo incremento de resina composta; *d*, colocação do terceiro incremento de resina composta; *e*, bloco de resina composta concluído, medindo 4 mm; *f*, armazenagem em saliva artificial por 24 horas.

Após armazenagem os dentes foram fixados em placa de acrílico com adesivo a base de cianoacrilato (Super Bonder, Henkel Loctite Adesivos Ltda, Itapevi, Brasil) e godiva verde (Godiva Exata Verde, DFL Indústria e Comércio S.A., Rio de Janeiro, Brasil). A placa foi posicionada em cortadeira

de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, USA) em velocidade de 200rpm com constante irrigação, para remoção da raiz a 4mm de distância da interface de união resina/dentina. Posteriormente, o dente foi removido da placa e fixado novamente para permitir cortes paralelos ao longo eixo do dente, obtendo-se palitos de 8mm de comprimento e área de secção de  $\pm 1\text{mm}^2$  (Figura 7).



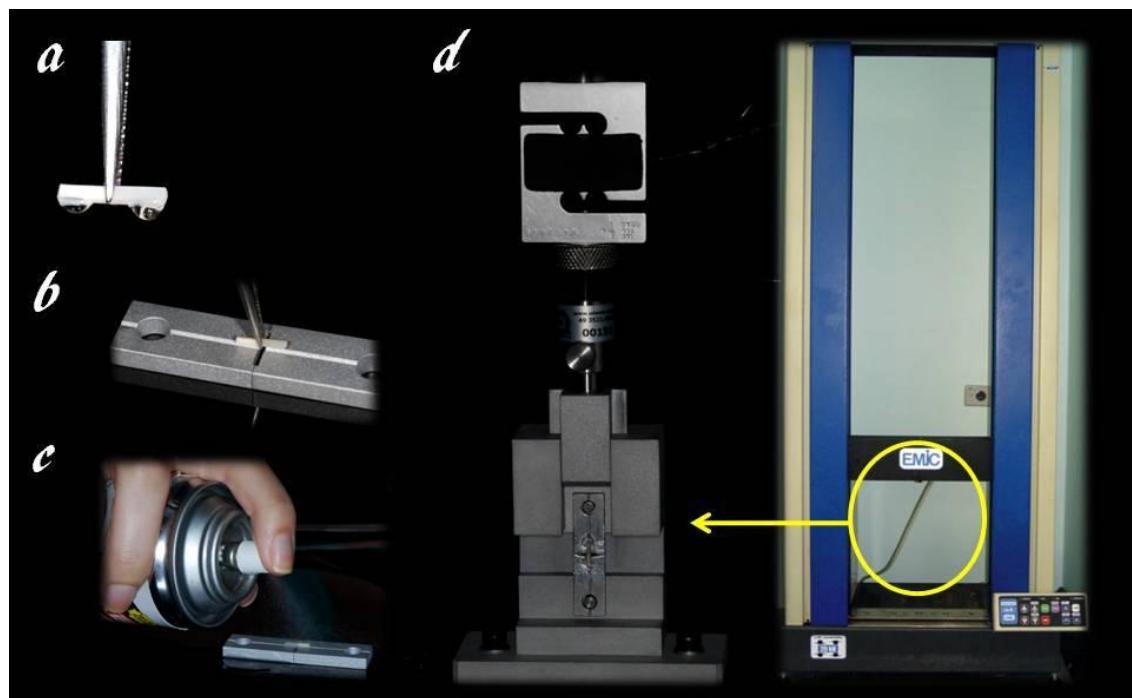
**Figura 7.** Protocolo para obtenção de espécimes em forma de palito: a, secção da raiz a 4 mm da interface de união resina-dentina em cortadeira de precisão; b, posicionamento da amostra de forma a permitir cortes paralelos ao longo eixo do dente; c, seleção de palitos de resina-dentina com 8 mm de comprimento e seção de área de  $1\text{ mm}^2$ .

De cada dente foram selecionados 12 palitos, excluindo os palitos das extremidades e aqueles próximos ao corno pulpar. Seis palitos foram submetidos ao ensaio mecânico de microtração ( $\mu\text{TBS}$ ) imediatamente ( $T_0$ ), sendo o restante testado após 4 meses de envelhecimento ( $T_4$ ) em saliva artificial. Os palitos foram armazenados em ependorfes contendo saliva artificial a 37°C. O meio de armazenagem foi trocado semanalmente.

#### 4.1.3. *Ensaio mecânico de microtração*

Cada palito foi fixado ao dispositivo de Geradeli (Perdigão *et al.*, 2002) com adesivo à base de cianoacrilato (Super Bonder Flex Gel, Henkel Loctite Adesivos Ltda, Itapevi, Brasil) e aplicação de acelerador de presa (Zip KicKer – PT 50, Hobby Tools, Melbourne, Austrália). O dispositivo foi posicionado na máquina de ensaio mecânico (EMIC DL 2000 São José dos

Pinhais, Brasil) e submetido a carregamento de tração a velocidade de 0,5mm/min até a ruptura do palito (Figura 8). Em seguida, mensurou-se a sessão da área de falha do palito fraturado com paquímetro digital (Mitutoyo CD15, Mitutoyo Co., Kawasaki, Honshu, Japão). Os valores de resistência de união foram calculados por meio da relação da força máxima (N) dividida pela área ( $\text{mm}^2$ ) fraturada dos palitos.



**Figura 8.** Ensaio mecânico de microtração: *a*, aplicação do adesivo a base de cianoacrilato nas extremidades do palito; *b*, posicionamento do palito na canaleta de direcionamento do dispositivo de Geraldeli; *c*, aplicação de acelerador de presa para adesivo a base cianoacrilato; *d*, posicionamento do dispositivo de Geraldeli na máquina de ensaio mecânico para carregamento de tração.

#### 4.1.4. Análise do padrão de fratura

As amostras fraturadas foram fixadas em stubs de alumínio com adesivo à base de cianoacrilato (Super Bonder Flex Gel, Henkel Loctite Adesivos Ltda, Itapevi, Brasil), os quais foram mantidos em recipientes com sílica gel durante 48 horas para desidratação das amostras. Os espécimes foram lavados em ultra-som com água destilada. Os palitos fraturados foram

desidratados, secos e metalizados com ouro (Med 010, Baltec) e analisados em microscópio eletrônico de varredura - MEV (LEO 435 LP, Zeiss, Oberkochen, Alemanha) obtendo-se imagens com aumento entre 70x e 2000x.

As fraturas foram classificadas em: A – falha adesiva; CD – coesiva em dentina; CR – coesiva em resina; e M – mista. Os valores, em porcentagem, do padrão de fratura foram submetidos ao Teste Exato de Fisher ( $P<0,05$ ).

#### **4.1.5. Análise estatística dos dados**

A média dos valores de resistência de união em MPa (MegaPascal) dos palitos de cada dente foram submetidos ao teste de normalidade Kolmogorov-Smirnoff e à análise de variância fatorial (3x2x2), sendo o fator clorexidina em três níveis, e os fatores adesivo e tempo em dois níveis. Posteriormente, foi realizado teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

### **4.2. Influência da concentração de clorexidina, envelhecimento e meio de armazenagem na resistência de união de sistema adesivo**

#### **4.2.1. Seleção dos dentes**

Para desenvolvimento da segunda análise deste trabalho, foram selecionados 15 terceiros molares humanos íntegros e de idade e tamanho semelhantes (Projeto aprovado pelo Comitê de Ética da Universidade Federal de Uberlândia, protocolo #301/10). Os dentes foram armazenados em água destilada com cloramina T 0,5% (Kiropharma Farmácia Ltda, Uberlândia, Brasil) por 24 horas, limpos com curetas periodontais (SS White Duflex, Rio de Janeiro, Brasil) e submetidos à profilaxia com pedra pomes e água, sendo então, armazenados em água destilada com cloramina T 0,5% sob refrigeração até o momento de sua utilização, que não ultrapassou um mês.

#### **4.2.2. Preparo das amostras**

O preparo oclusal dos dentes foi realizado de forma idêntica a primeira análise deste estudo, e posteriormente condicionados com ácido fosfórico 37% (Condicionador Dental Gel, Dentsply, Petrópolis, Brasil), durante 15 segundos (s), sendo a superfície dentinária lavada com jatos de ar/ água durante 15 s e seca com papel absorvente, para não desidratar a superfície.

Os dentes foram divididos em três grupos (n=5), de acordo com o pré-tratamento com clorexidina: *Np*, não recebeu tratamento com clorexidina; *0,12CHX*, aplicado solução de clorexidina 0,12% (Kropharma Farmácia Ltda, Uberlândia, Brasil) na superfície dentinária por 60 s; e *2CHX*, tratamento com solução de clorexidina a 2% (FGM Produtos Odontológicos, Joinville, Brasil) durante 60 s.

Todos os dentes receberam aplicação de sistema adesivo convencional de três passos, Adper Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE, St. Paul, EUA), sendo que o procedimento foi realizado segundo as recomendações do fabricante e semelhante aos grupos da primeira análise deste estudo. Em seguida, foram confeccionadas restaurações de resina composta Filtek Z350 XT (3M ESPE, St. Paul, EUA) de forma incremental em camadas oblíquas com espessura de 2 mm e fotopolimerizadas individualmente. Foi utilizado mesmo dispositivo e unidade fotopolimerizadora (Figura 6). Após confecção das restaurações, os dentes foram armazenados em recipiente hermeticamente fechado contendo óleo mineral (O) (Kropharma Farmácia Ltda, Uberlândia, Brasil) (Tabela 3) a 37°C durante 24 horas.

Após período de armazenagem os dentes foram seccionados, objetivando confecção de palitos de 8mm de comprimento e 1mm<sup>2</sup>. Cada dente originou 12 palitos, sendo 6 testados imediatamente ( $T_0$ ) e o restante testados após 4 meses ( $T_4$ ) de armazenagem em ependorfes contendo óleo mineral (Kropharma Farmácia Ltda, Uberlândia, Brasil) a 37°C. O meio de armazenagem foi trocado semanalmente.

#### **4.2.3. Ensaio mecânico de microtração e Classificação do padrão de fratura**

Ensaio mecânico de microtração e classificação do padrão de fratura foram realizados de forma idêntica ao primeiro estudo.

#### **4.2.4. Análise Estatística**

Os resultados desta segunda análise foram comparados com os resultados dos grupos em que foi utilizado o sistema adesivo Adper Scotchbond Multi-Purpose da primeira análise. A média dos valores de resistência de união em MPa (MegaPascal) foram submetidos ao teste de normalidade Kolmogorov-Smirnoff e à análise de variância fatorial (3x2x2), sendo o fator clorexidina em três níveis, e os fatores tempo e meio de armazenagem em dois níveis. Posteriormente, foi realizado teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

## ***RESULTADOS***

---

## 5. RESULTADOS

### 5.1. Avaliação em médio prazo do efeito da clorexidina na resistência de união de diferentes sistemas adesivos

A análise de variância (3-way ANOVA) apresentou diferença significante para o fator envelhecimento ( $P<0,0001$ ) e sistema adesivo ( $P<0,0001$ ). Não foram encontradas diferenças estatisticamente significantes para o fator concentração de clorexidina ( $P>0,843$ ), a interação entre clorexidina e envelhecimento ( $P>0,786$ ), envelhecimento e adesivo ( $P>0,633$ ), e entre todos os fatores ( $P>0,868$ ). As médias dos valores de resistência de união e desvio padrão estão descritos na Tabela 4.

**Tabela 4** – Médias e Desvio Padrão dos valores de resistência de união (MPa).

Clorexidina Tempo	Sistema Adesivo					
	Adper Scotchbond Multi-Purpose			XP Bond		
	Controle	0,12%	2%	Controle	0,12%	2%
$T_0$	46,5(10,9) <sup>Aa</sup>	40,4(8,8) <sup>Aa</sup>	38,4(11,1) <sup>Aa</sup>	29,7(5,9) <sup>Ab</sup>	35,1(11,4) <sup>Ab</sup>	35,4(4,3) <sup>Ab</sup>
$T_4$	30,7(5,1) <sup>Ba</sup>	30,4(4,6) <sup>Ba</sup>	26,6(3,7) <sup>Ba</sup>	14,7(4,7) <sup>Bb</sup>	20,7(6,4) <sup>Bb</sup>	21,2(9,5) <sup>Bb</sup>

\* Letras diferentes representam diferença estatística identificada pelo teste de Tukey ( $P<0,05$ ). Letras maiúsculas mostram diferenças na vertical, letras minúsculas mostram diferenças na horizontal.

Para análise do padrão de fratura, o teste Exato de Fisher mostrou diferença significante dentro de cada grupo ( $P<0,0001$ ), com prevalência de fraturas mistas (M) nos grupos  $T_0$ , e prevalência de falhas adesivas (A) nos grupos  $T_4$ . Após envelhecimento não foram encontradas fraturas coesivas em dentina nos grupos tratados com clorexidina 2%, para ambos os sistemas adesivos (Tabela 5).

**Tabela 5 –** Distribuição do padrão de fratura (%) dos grupos testados nos diferentes períodos analisados.

Grupos		Padrão de Fratura (%)			
		A	CD	CR	M
Adper Scotchbond Multi-Purpose T <sub>0</sub> <i>Fischer's Exact Test</i> (p<0.0001)	Controle	17	4	21	58
	CHX 0,12%	20	4	-	76
	CHX 2%	58	4	-	38
Adper Scotchbond Multi-Purpose T <sub>4</sub> <i>Fischer's Exact Test</i> (p<0.0001)	Controle	50	20	-	30
	CHX 0,12%	83	6	-	11
	CHX 2%	21	-	-	73
XP Bond T <sub>0</sub> <i>Fischer's Exact Test</i> (p= 0.01468)	Controle	53	2	-	45
	CHX 0,12%	56	-	3	41
	CHX 2%	41	4	7	48
XP Bond T <sub>4</sub> <i>Fischer's Exact Test</i> (p<0.0001)	Controle	28	28	-	44
	CHX 0,12%	56	5	-	39
	CHX 2%	68	-	11	21

\* Teste Exato de Fisher (P<0,05) mostrou diferença significativa dentro de cada grupo. A: falha adesiva; CD: fratura coesiva em dentina; CR: fratura coesiva em resina composta; M: fratura mista.

## 5.2. Influência da concentração de clorexidina, envelhecimento e meio de armazenagem na resistência de união de sistema adesivo

As médias dos valores de resistência de união e desvio padrão estão descritos na Tabela 6. Não foram encontradas diferenças significantes para o fator concentração de clorexidina (P>0,396), envelhecimento (P>0,509), e interação entre concentração de clorexidina e envelhecimento (P>0,555), concentração de clorexidina e meio de armazenagem (P>0,712) e a interação

de todos os fatores ( $P>0,110$ ), como mostrado pela análise de variância (3-way ANOVA). No entanto, houve diferença significante para o fator meio de armazenagem ( $P<0,0001$ ) e entre os fatores meio de armazenagem e envelhecimento ( $P<0,0001$ ).

**Tabela 6** - Médias e Desvio Padrão dos valores de resistência de união (MPa).

Clorexidina Tempo	Meio de Armazenagem			Óleo Mineral		
	Saliva Artificial		2%	Np		0,12% 2%
$T_0$	46,5(10,9) <sup>Ba</sup>	40,4(8,8) <sup>Ba</sup>	38,5(11,1) <sup>Ba</sup>	43,3(6,1) <sup>Ab</sup>	49,9(6,6) <sup>Ab</sup>	48,5(9,7) <sup>Ab</sup>
$T_4$	30,7(5,1) <sup>Bb</sup>	30,4(4,6) <sup>Bb</sup>	26,7(3,6) <sup>Bb</sup>	63,1(9,7) <sup>Aa</sup>	52,5(11,1) <sup>Aa</sup>	54,8(7,9) <sup>Aa</sup>

\* Letras diferentes representam diferença estatística identificada pelo teste de Tukey ( $P<0,05$ ). Letras maiúsculas mostram diferenças na horizontal, letras minúsculas mostram diferenças na vertical.

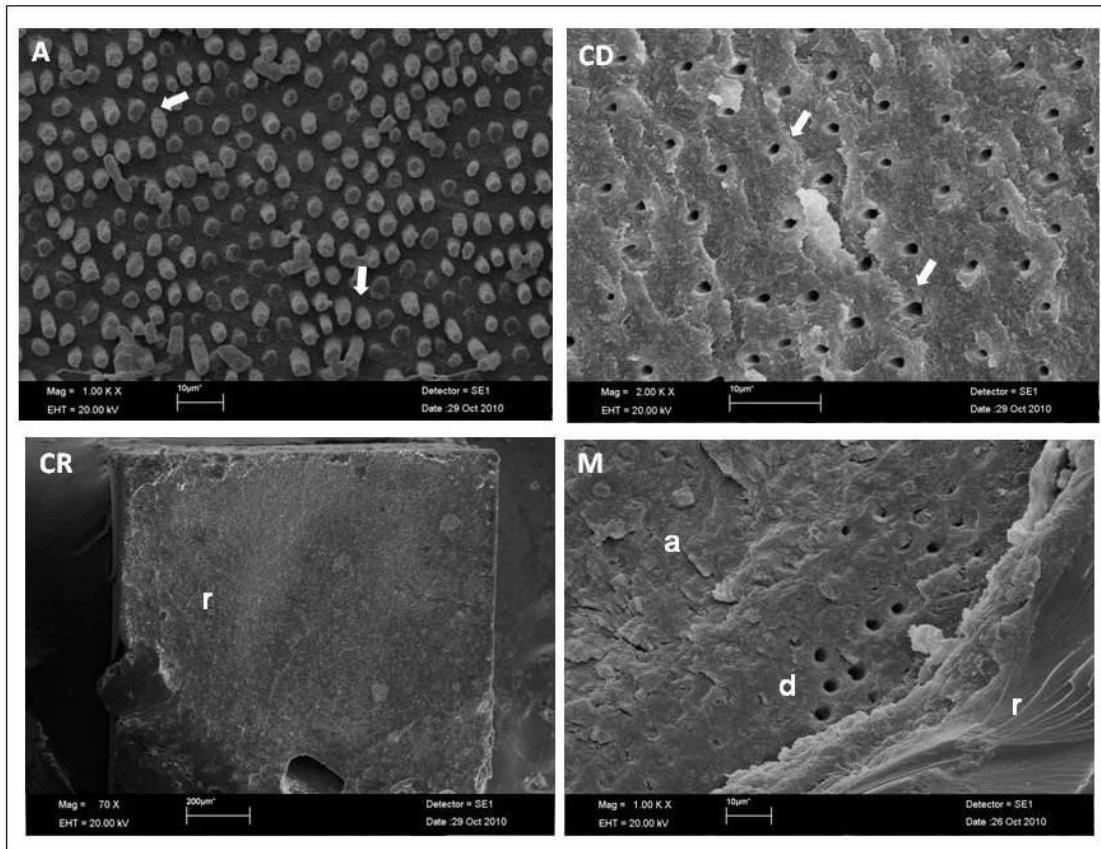
Teste Exato de Fisher mostrou haver diferença significante dentro de cada grupo ( $P<0,0001$ ). Houve prevalência de fraturas mistas (M) nos grupos  $T_0$ , e falhas adesivas nos grupos  $T_4$  para ambos os meios de armazenagem. Exceto grupo 2CHX, que apresentou prevalência em fraturas mistas (M) e nenhuma fratura coesiva em dentina (CD) após envelhecimento, tanto os grupos armazenadas em saliva artificial como em óleo mineral (Tabela 7).

**Tabela 7** - Distribuição do padrão e fratura (%) dos grupos testados nos diferentes períodos analisados.

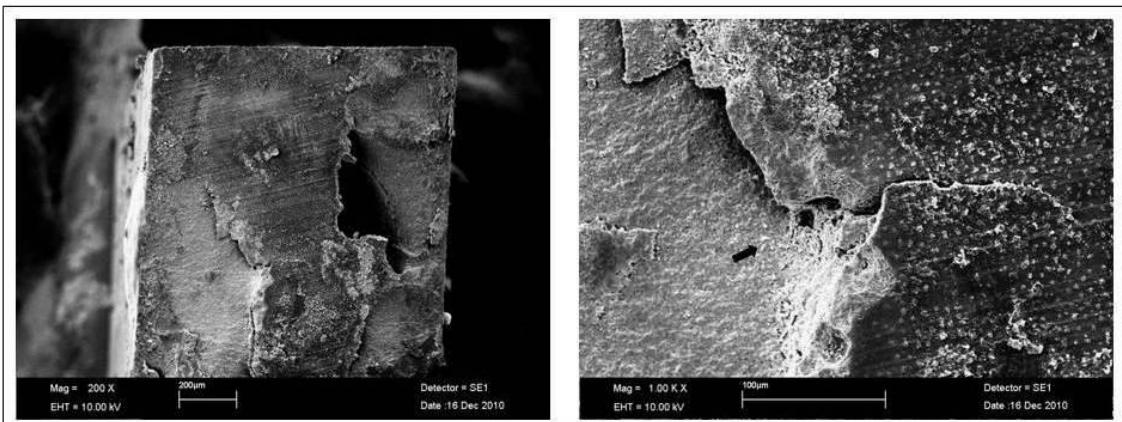
Grupos		Padrão de Fratura (%)			
		A	CD	CR	M
Saliva Artificial T <sub>0</sub> <i>Fischer's Exact Test</i> ( <i>p</i> <0.0001)	Np	17	4	21	58
	CHX 0,12%	20	4	-	76
	CHX 2%	58	4	-	38
Saliva Artificial T <sub>4</sub> <i>Fischer's Exact Test</i> ( <i>p</i> <0.0001)	Np	50	20	-	30
	CHX 0,12%	83	6	-	11
	CHX 2%	21	-	-	73
Óleo Mineral T <sub>0</sub> <i>Fischer's Exact Test</i> ( <i>p</i> = 0.04198)	Np	16	12	-	72
	CHX 0,12%	9	23	-	68
	CHX 2%	13	13	4	70
Óleo Mineral T <sub>4</sub> <i>Fischer's Exact Test</i> ( <i>p</i> <0.0001)	Np	44	34	11	11
	CHX 0,12%	79	14	-	7
	CHX 2%	12	-	-	88

Teste Exato de Fisher (*P*<0,05) mostrou diferença significativa dentro de cada grupo. A: fratura adesiva; CD: fratura coesiva em dentina; CR: fratura coesiva resina composta; M: fratura mista.

### 5.3. Microscopias eletrônicas de varredura



**Figura 9.** MEV do padrão de fratura. **A:** falha adesiva, setas indicam tags praticamente intactos, indicando que a união foi quebrada sem causar dano ao material e/ou estrutura dentária (Aumento. 1.000x); **CD:** falha coesiva na dentina, setas apontam túbulos dentinários mostrando fratura em camadas (Aumento. 2.000x); **CR:** falha coesiva em resina composta (r) (Aumento. 70x); **M:** falha mista, mostrando (a) adesivo, (d) dentina e (r) resina composta (Aumento. 1.000x).



**Figura 10.** MEV de falha adesiva, de superfície irregular, indicando perda de massa, caracterizando eventual degradação por hidrólise observada no grupo C.SC.S T<sub>4</sub> (Aumento. 200 e 1.000x, respectivamente).

## ***DISCUSSÃO***

---

## 6. DISCUSSÃO

Os resultados suportam parcialmente a primeira hipótese testada, no qual o uso de diferentes concentrações de clorexidina como pré-tratamento da dentina não mostrou diferença significante entre os valores de resistência de união. No entanto, foi encontrada diferença significativa para os fatores: adesivo e envelhecimento. A segunda hipótese do trabalho também foi parcialmente aceita, pois o pré-tratamento da dentina com clorexidina (0,12%, 2%) e não realização do pré-tratamento não influenciaram nos valores de resistência de união, e o óleo mineral provou ser o meio de armazenagem que menos influencia negativamente a resistência de união ao longo do tempo.

O sucesso da odontologia adesiva depende principalmente ao entendimento do mecanismo envolvido na degradação da união dentina/resina ao longo do tempo. Sorção de água, presença de monômeros não reagidos, plastificação de polímeros e hidrólise mediada pela água são características que afetam a integridade mecânica e morfológica dos componentes resinosos da camada híbrida. No entanto, outro componente da camada híbrida pode sofrer degradação, a rede de fibrilas colágenas não envolvidas por monômeros resinosos. Essas são vulneráveis à ação de enzimas collagenolíticas presentes na matriz dentinária: as Metaloproteinases (MMPs) (Breschi *et al.* 2009).

MMPs são enzimas proteolíticas zinco-dependentes presentes na dentina mineralizada e envolvidas na degradação dos componentes da matriz extracelular (MEC) quando há diminuição do pH da estrutura do dente. Portanto, condicionamento ácido da estrutura dentinária e aplicação de

sistemas adesivos podem ativar as MMPs, iniciando fenômeno autolítico que pode afetar as fibrilas colágenas, degradar a camada híbrida e consequentemente, afetar a resistência de união à dentina (Tjäderhane *et al.*, 1998; Vuotila *et al.*, 2002; Pashley *et al.*, 2004; Mazzoni *et al.*, 2009).

No entanto, estudos prévios demonstraram que diferentes concentrações de CHX tem a capacidade de inativar as MMPs (Gendron *et al.*, 1999; Breschi *et al.*, 2009, 2010), promovendo estabilidade da camada híbrida e manutenção dos valores de resistência de união (Carrilho *et al.*, 2007a, 2007b; Breschi *et al.*, 2009).

Neste estudo o efeito da CHX 0,12%, mesma utilizada como enxaguatório bucal, foi avaliado com intuito de padronizar a solução de eleição da prática clínica. E os resultados encontrados nos dois estudos deste trabalho demonstraram não haver diferença significante nos valores de resistência de união entre as diferentes concentrações de clorexidina testadas (0,12% e 2%), e nem mesmo em relação ao grupo em que nenhum tratamento prévio foi empregado.

Portanto, no período de quatro meses utilizado para armazenagem de amostras ainda não foi possível identificar influência da clorexidina nos valores de resistência de união. Apesar de estudo anterior apresentar provas mecânicas e morfológicas de degradação que se assemelham aos efeitos *in vivo* após 3 meses de envelhecimento de espécimes (De Munck *et al.*, 2005).

Já na análise do padrão de falha os grupos tratados com CHX 2% não apresentaram falhas coesivas em dentina após período de envelhecimento, o que sugere a ação da CHX na inibição de MMPs, mantendo

a durabilidade e estabilidade dos componentes da matriz extracelular da dentina, como observado em estudo anterior (Carrilho *et al.*, 2007a).

A redução nos valores de resistência de união, encontrada independente da utilização de CHX e diferenças em sua concentração, pode estar relacionada com o tipo de sistema adesivo, pois diferenças significativas nos valores de resistência de união foram encontradas entre os sistemas adesivos utilizados.

O sistema adesivo convencional de três passos (Adper Scotchbond Multi-Purpose) apresentou valores de resistência de união mais elevados, comparado ao sistema adesivo simplificado (XP Bond). “Adesivos simplificados” são aqueles que contêm em uma mesma formulação monômeros hidrofóbicos e hidrofílicos (Van Landuyt *et al.*, 2005; Malacarne *et al.*, 2006), desenvolvidos no intuito de formar cadeias poliméricas uniformemente ligadas (Cadenaro *et al.*, 2005).

Todavia, adesivos simplificados mostram comportamento de membrana semipermeável após polimerização, o que permite a difusão de água pela interface adesiva, resultando em degradação da matriz extracelular e/ou dos materiais (Hashimoto *et al.*, 2003; Cadenaro *et al.*, 2005), o que pode explicar os resultados deste estudo. Além disso, adesivos simplificados apresentam reduzida extensão de polimerização que está relacionada com sua permeabilidade, assim o desprendimento de monômeros não polimerizados aumentam a permeabilidade da resina e expõem fibrilas colágenas à MMPs ativadas.

Idealmente, procedimentos adesivos devem ser realizados em superfície livre de água, o que permite a utilização de resina hidrofóbica, sendo esta mais resistente aos efeitos da água em longo prazo (Carrilho *et al.*, 2005b), favorecendo o adesivo convencional de 3 passos. Além disso, a realização do protocolo de adesão em substrato úmido pode deixar excesso de água ao longo do preparo e comprometer a evaporação do solvente reduzindo o grau de conversão dos monômeros, resultando em redução na resistência de união (Mitsui *et al.*, 2006).

Estudos mostram bons resultados de resistência de união para o adesivo XP Bond tanto em dentina úmida como em dentina seca, devido ao seu solvente diferenciado, o t-butanol. A molécula do t-butanol é maior, ficando mais tempo retida na superfície dentinária, apresentando tempo de evaporação maior (assemelhando-se ao do álcool etílico), sendo capaz de remover de forma mais eficaz a umidade da estrutura (Manhart & Trumm, 2007; Latta, 2007), que explica os valores de resistência do XP Bond entre 20 a 35 MPa neste estudo, sendo valor aceitável.

Os valores de resistência de união do sistema adesivo Adper Scotchbond Multi-Purpose estão entre 26 e 46 MPa, os quais apresentam-se mais elevados pois há a formação de camada adesiva uniforme, já que a baixa viscosidade do primer permite boa infiltração ocasionando desmineralização dentinária em profundidade de 3  $\mu\text{m}$  e evaporação da água (Griffiths & Watson, 1995). Consequentemente boa penetração do bond (adesivo) na dentina desmineralizada e impregnação da matriz de fibrilas colágenas. Por isso este sistema possui menor concentração de água e solventes remanescentes na

interface de união, e menores coeficientes de difusão e solubilidade em água após a polimerização (Griffiths & Watson, 1995; Carrilho *et al.*, 2005b; van Landuyt *et al.*, 2005). Devido ao bom desempenho comprovado por estudos científicos, este sistema é considerado o adesivo “padrão ouro” da odontologia (De Munck *et al.*, 2005).

Não obstante da realidade clínica, a longevidade de restaurações adesivas está sob influência de inúmeros fatores, como: força de oclusão durante a mastigação, tensões geradas pela alteração de temperatura na cavidade oral (Gale & Darvell, 1999), alteração de pH da saliva pela ingestão de alimentos e bebidas, e produtos bacterianos; que podem causar alteração na interface dente / biomateriais e levar a degradação das fibrilas colágenas desprotegidas comprometendo a integridade da interface de união de materiais restauradores resinosos à dentina (Hashimoto *et al.*, 2000, 2003; Breschi *et al.*, 2008).

Estes fatores podem ser simulados em estudos *in vitro*, utilizando métodos de envelhecimento artificial com objetivo de mimetizar a situação clínica. Ciclagem mecânica e térmica (de Castro *et al.*, 2003; Frankenberger & Tay, 2005; Mitsui *et al.*, 2006) e armazenagem de amostras em diferentes meios e tempos (Hashimoto *et al.*, 2000; Carrilho *et al.*, 2005a; García-Godoy *et al.*, 2007; Breschi *et al.*, 2009, 2010) são métodos usados em estudos que analisam a durabilidade de interfaces adesivas.

A água é um meio de armazenagem amplamente utilizado para envelhecimento de amostras *in vitro* (Reis *et al.*, 2010; Stanislawczuk *et al.*, 2011), e resulta em dois padrões de degradação: a desorganização das fibrilas

colágenas, e a perda de resina nos espaços interfibrilares na camada híbrida (Hashimoto *et al.*, 2003). Mas, a água não mimetiza o fluido salivar, uma vez que não possui em sua composição cálcio, fosfato, fluoretos, entre outros (Hashimoto *et al.*, 2003). Assim, estudos têm utilizado saliva artificial como meio de armazenagem para envelhecimento de amostras (Pashley *et al.*, 2004; Carrilho *et al.*, 2007a; García-Godoy *et al.*, 2007; Breschi *et al.*, 2009, 2010); pois mimetiza a cavidade oral; e evita desmineralização adicional e alteração na profundidade do condicionamento da dentina durante o envelhecimento, pela presença de íons cálcio e fosfato (Pashley *et al.*, 2004).

Neste estudo, a saliva artificial foi utilizada como um dos meios de armazenagem; sendo os espécimes armazenados em forma de palito, por ser um método de envelhecimento acelerado, pois a água necessita se difundir por apenas 0,5 mm a partir de cada superfície de corte para chegar ao centro do palito (Pashley *et al.*, 1999; De Munck *et al.*, 2005; Breschi *et al.*, 2009).

Acredita-se que durante o período T<sub>4</sub> houve degradação da interface de união pelo efeito da hidrólise, já que a matriz resinosa polimerizada é suscetível a degradação por hidrólise após sorção de água (Santerre *et al.*, 2001). Sendo este fenômeno agravado pela incorporação de monômeros resinosos hidrofílicos (Tanaka *et al.*, 1999) contidos nos sistemas adesivos simplificados. O que pode ser observado no padrão de falha encontrado (Figura 10) e justificar a redução nos valores de resistência de união nos grupos armazenados em saliva artificial após envelhecimento (T<sub>4</sub>), principalmente nos grupos XP. A possibilidade da presença de bactérias ter

ocasionado essa redução é mínima, pois os palitos foram armazenados em saliva artificial contendo componente bactericida – Clorammina T.

No segundo estudo realizado neste trabalho o óleo mineral foi selecionado como meio de envelhecimento de amostras para evitar o efeito da água e possibilitar análise de fatores intrínsecos envolvidos na degradação estrutural das fibrilas colágenas. Os espécimes armazenados em óleo mineral apresentaram maior porcentagem de fraturas mistas, sem sinal de degradação da interface de união (Tay & Pashley, 2002; García-Godoy *et al.*, 2007). Os maiores valores de resistência de união observados após o envelhecimento em óleo mineral provavelmente não devem ser resultado da melhoria das propriedades mecânicas neste meio, e sim pela prevenção dos efeitos de imersão em saliva artificial ou água (Carrilho *et al.*, 2004). Por outro lado, existe a possibilidade de desidratação dos espécimes após longo prazo de armazenagem em óleo, que pode se tornar um ponto prejudicial ao longo do tempo, sendo necessário definir o tempo máximo de armazenagem em óleo mineral para que não haja alteração das propriedades mecânicas da matriz orgânica e materiais em estudo.

Portanto, este estudo *in vitro* apresenta como limitação a ausência de outros métodos de envelhecimento de amostras. Sendo estudos futuros necessários para avaliar diferentes sistemas adesivos, por exemplo, adesivos autocondicionantes; diferentes métodos de envelhecimento; e o tempo máximo de armazenagem em óleo mineral que não altere as propriedades mecânicas dos materiais em estudo.

## ***CONCLUSÃO***

---

## 7. CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia empregada e dentro das limitações deste estudo, pode-se concluir que:

- (1) Clorexidina não influenciou nos valores de resistência de união;
- (2) Clorexidina 2% influenciou no modo após envelhecimento, mantendo a durabilidade e estabilidade dos componentes da matriz extracelular da dentina;
- (3) Diferenças foram observadas entre os sistemas adesivos;
- (4) Adesivo convencional de três passos apresentou maiores valores de resistência de união;
- (5) Após 4 meses de envelhecimento, houve redução nos valores de resistência de união, independente do sistema adesivo utilizado;
- (6) Espécimes armazenados em saliva artificial apresentaram menores valores de resistência de união, comparadas com aquelas armazenadas em óleo mineral;

## ***REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS***

---

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LHA, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: A critical review of “micro” bond strength test methods. **Dent Mater.** 2010;26:e50-e62.
2. Armstrong SR, Boyer DB, Keller JC. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. **Dent Mater.** 1998;14(1):44-50.
3. Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. The influence of water storage and C-factor on resin-dentin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resins. **Dent Mater.** 2001;17(3):268-76.
4. Armstrong SR, Vargas MA, Chung I, Pashley DH, Campbell JA, Laffon JE, Qian F. Resin-dentin interfacial ultrastructure and microtensile dentin bond strength after five-year water storage. **Oper Dent.** 2004;29(6):705-12.
5. Brackett WW, Tay FR, Brackett MG, Dib A, Sword RJ, Pashley DH. The effect of chlorhexidine on dentin hybrid layers in vivo. **Oper Dent.** 2007;32(2):107-11.
6. Breschi L, Cammelli F, Visintini E, Mazzoni A, Vita F, Carrilho M, et al. Influence of chlorhexidine concentration on the durability of etch-and-rinse dentin bonds: a 12- month in vitro study. **J Adhes Dent.** 2009;11:191-8.

7. Breschi L, Mazzoni A, Nato F, Carrilho M, Visintini E, Tjäderhane L, et al. Chlorhexidine stabilizes the adhesive interface: a 2-year *in vitro* study. **Dent Mater.** 2010;26(4):320–5.
8. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Lenarda R, Dorigo ES. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. **Dent Mater.** 2008;24:90-101.
9. Breschi L, Perdigão J, Gobbi P, Mazzoti G, Falconi M, Lopes M. Immunocytochemical identification of Type I collagen in acid-etched dentin. **J Biomed Mater Res A.** 2003;66(4):764-9.
10. Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, et al. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. **Eur J Oral Sci.** 2005;113:525-30.
11. Cardoso PEC, Braga RR, Carrilho MRO. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. **Dent Mater.** 1998;14:394-8.
12. Carrilho MO, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. **Am J Dent.** 2004;17:104-8.
13. Carrilho MR, Carvalho RM, de Goes MF, di Hipólito V, Geraldeli S, Tay FR, et al. Chlorhexidine preserves dentin bond *in vitro*. **J Dent Res.** 2007a;86:90-4.
14. Carrilho MR, Carvalho RM, Sousa EN, Nicolau J, Breschi L, Mazzoni A, Tjäderhane L, Tay FR, Agee K, Pashley DH. Substantivity of chlorhexidine to human dentin. **Dent Mater.** 2010;26:779-85.

- 15.Carrilho MR, Geraldeli S, Tay F, de Goes MF, Carvalho RM, Tjäderhane L, et al. *In Vivo* Preservation of hybrid layer by chlorhexidine. **J Dent Res.** 2007b;86:529-33.
- 16.Carrilho MRO, Carvalho RM, Tay FR, Yiu C, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. **Am J Dent.** 2005a;18(6):315-9.
- 17.Carrilho MRO, Reis A, Loguercio AD, Rodrigues-Filho LE. Resistência de união à dentina de quatro sistemas adesivos. **Pesqui Odontol Bras.** 2002;16(3):251-6.
- 18.Carrilho MRO, Tay FR, Pashley DH, Tjäderhane L, Carvalho RM. Mechanical stability of resin-dentin bond components. **Dent Mater.** 2005b;21:232-41.
- 19.D'Arcangelo C, Vanini L, Prosperi GD, Di Bussolo G, De Angelis F, D'Amario M, et al. The influence of adhesive thickness on the microtensile Bond strength of three adhesive systems. **J Adhes Dent.** 2009;11(2):109-15.
- 20.De Castro FL, De Andrade MF, Duarte Jr SL, Vaz LG, Ahid FJ. Effect of 2% chlorhexidine on microtensile bond strength of composite to dentin. **J Adhes Dent.** 2003;5:129-38.
- 21.de Munck J, Van den Steen PE, Mine A, Van Landuyt K, Poitevin A, Opdenakker G, et al. Inhibition of enzymatic degradation of Adhesive-Dentin Interfaces. **J Dent Res.** 2009;88(12):1101-6.

22. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. **J Dent Res.** 2005;84:118-32.
23. El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ. The influence of specimen attachment and dimension microtensile Bond strength. **J Dent Res.** 2004;83(5):420-4.
24. Ferracane JL, Hopkin JK, Condon JR. Properties of heat-treated composites after aging in water. **Dent Mater.** 1995;11:354-8.
25. Ferracane JL. Higroscopic and hidrolytic effects in dental polymer networks. **Dent Mater.** 2006;211-22.
26. Frankenberger R, Tay FR. Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. **Dent Mater.** 2005;21(5):397-412.
27. Gale MS & Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. **J Dent.** 1999;27:89-99.
28. García-Godoy F, Tay FR, Pashley DH, Feilzer A, Tjäderhane L, Pashley EL. Degradation resin-bonded human after 3 years of storage. **Am J Dent.** 2007;20:109-13.
29. Gendron R, Greiner D, Sorsa T, Mayrand D. Inhibition of the activities of matrix metalloproteinases 2, 8, and 9 by chlorhexidine. **Clin Diagn Lab Immunol.** 1999;6:437-9.
30. Goracci T, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural

integrity and their measured bond strengths. **Dent Mater.** 2004;20(7):643-54.

31. Griffiths BM & Watson FT. Resin-dentin interface of Scotchbond Multi-Purpose dentin adhesive. **Am J Dent.** 1995;8(4):212-16.
32. Gwinnett AJ. A new method to test the cohesive strength of dentin. **Quintessence Int.** 1994;25:215-8.
33. Han L, Okamoto A, Fukushima M, Okiji T. Evaluation of physical properties and surface degradation of self-adhesive resin cements. **Dent Mater J.** 2007;26(6):906-14.
34. Hashimoto M, Endo K, Kaga M, Sano H, Oguchi H. The effect of the hybrid layer thickness on bond strength: Demineralized dentin zone of the hybrid layer. **Dent Mater.** 2000;16:406-11.
35. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. In vitro degradation of resin dentin bonds analysed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. **Biomaterials.** 2003;24:3795-803.
36. Hebling J, Pashley DH, Tjäderhane L, Tay FR. Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers *in vivo*. **J Dent Res.** 2005;84:741-6.
37. Jacques P, Hebling J. Effect of dentin conditioner on the microtensile bond strength of a conventional and a self-etching primer adhesive system. **Dent Mater.** 2005;21:103-9.
38. Komori PCP, Pashley DH, Tjäderhane L, Breschi L, Mazzoni A, Goes MF, Wang L, Carrilho MR. Effect of 2% Chlorhexidine digluconate on to

- bond strength to normal versus caries-affected dentin. **Oper Dent.** 2009;34(2):157-65.
39. Latta MA. Shear bond strength and physicochemical interactions of XP Bond. **J Adhes Dent.** 2007;9:245-8.
40. Lehmann N, Debret R, Romeas A, Magloire H, Degrange M, Bleicher F, et al. Self-etching increases matrix metalloproteinase expression in the dentin-pulp complex. **J Dent Res.** 2009;88(1):77-82.
41. Malacarne J, Carvalho RM, Goes MF, Svizer N, Pashley DH, Tay FR, Yiu CK, Carrilho MRO. Water sorption/solubility of dental adhesives resins. **Dent Mater.** 2006;22:973-80.
42. Manhart J, Trumm C. Microleakage of XP Bond in class II cavities after artificial aging. **J Adhes Dent.** 2007;9:261-4.
43. Martin-De Las Heras S, Valenzuela A, Overall CM. The matrix metalloproteinase gelatinase A in human dentine. **Arch Oral Biol.** 2000;45:757-65.
44. Mazzoni A, Pashley DH, Nishitani Y, Breschi L, Tjäderhane L, Toledano M, et al. Reactivation of quenched endogenous proteolytic activities in phosphoric acid-etched dentine by etch-and-rinse adhesives. **Biomaterials.** 2006;27:4470-6.
45. Mazzoni A, Pashley DH, Tay FR, Gobbi P, Orsini G, Ruggeri Jr A, et al. Immunohistochemical identification of MMP-2 and MMP-9 in human dentin, Correlative FEI-SEM/TEM analysis. **J Biomed Mater Res.** 2009;88A:697-703.

46. Mitsui FHO, Peris AR, Cavalcanti AN, Marchi GM, Pimenta LAF. Influence of thermal and mechanical load cycling on microtensile bond strengths of total and self-etching adhesive systems. **Oper Dent.** 2006;31(2):210-47.
47. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mater Res.** 1982;16(3):265-73.
48. Nakabayashi N, Watanabe A, Arao T. A tensile test to facilitate identification of defects in dentin bonded specimens. **J Dent.** 1998;26(4):379-85.
49. Nishitani Y, Yoshiyama M, Wadgaonkar B, Breschi L, Mannello F, Mazzoni A, et al. Activation of gelatinolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives. **Eur J Oral Sci.** 2006;114:160-6.
50. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. **J Adhes Dent.** 1999;1:299-309.
51. Pashley DH, Carvalho RM. Dentin permeability and dentin adhesion. **J Dent.** 1997;25:355-72.
52. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dent Mater.** 1995;11(2):117-25.
53. Pashley DH, Tay FR, Yiu CKY, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho R, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. **J Dent Res.** 2004;83:216-21.

54. Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. **J Dent.** 1999;27:209-14.
55. Perdigão J, Carmo ARP, Geraldeli S. Eighteen-month clinical evaluation of two adhesives applied on dry vs moist dentin. **J Adhes Dent.** 2005;7:253-8.
56. Perdigão J, Geraldeli S, Carmo ARP, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. **J Esthet Restor Dent.** 2002;14:31-8.
57. Pilo R, Cardash HS, Oz-Ari, Ben-Amar A. Effect of preliminary treatment of the dentin surface on the shear bond strength of resin composite to dentin. **Oper Dent.** 2001;26:569-75.
58. Raposo LHA. Avaliação dos parâmetros críticos do ensaio de microtração: análise laboratorial e por Elementos Finitos [dissertação]. Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia, Faculdade de Odontologia; 2010.
59. Reis AF, Carrilho Mro, Ghaname E, Pereira PNR, Giannini M, Nikaido T, Tagami J. Effects of water-storage on the physical and ultramorphological features of adhesives and primer/adhesive mixtures. **Dent Mater J.** 2010; 29(6):697-705.

60. Ricci HA, Sanabe ME, Costa CAS, Hebling J. Effect of chlorhexidine on bond strength of two-step etch-and-rinse adhesive systems to dentin of primary and permanent teeth. **Am J Dent.** 2010;23(3):128-32.
61. Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, Ferrari M, Cardoso PEC. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. **Dent Mater.** 2005;21:1144-9.
62. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface área for adhesion and tensile Bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater.** 1994;10(4):236-40.
63. Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. **Crit Rev Oral Biol Med.** 2001;12:136-51.
64. Say EC, Koray F, Tarim B, Soyman M, Gulmez T. *In vitro* effect of cavity disinfectants on the bond strength of dentin bonding systems. **Quintessence Int.** 2004;35:56-60.
65. Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. **J Dent Res.** 1999;78(2):699-705.
66. Soares CJ, Pereira CA, Pereira JC, Santana FR, do Prado CJ. Effect of chlorhexidine application on microtensile bond strength to dentin. **Oper Dent.** 2008;33(2):183-8.

67. Stanislawczuk R, Reis A, Loguercio AD. A 2-year in vitro evaluation of a chlorhexidine-containing acid on the durability of resin–dentin interfaces. **Dent Mater.** 2011;39:40-7.
68. Sulkala M, Larmas M, Sorsa T, Salo T, Tjäderhane L. The localization of matrix metalloproteinase-20 (MMP-20, enamelysin) in mature human teeth. **J Dent Res.** 2002;81:603-7.
69. Sulkala M, Tervahartiala T, Sorsa T, Larmas M, Salo T, Tjäderhane L. Matrix metalloproteinase-8 (MMP-8) is the major collagenase in human dentin. **Arch Oral Biol.** 2007;52(2):121-7.
70. Tanaka J, Ishikawa K, Yatani H, Yamashita A, Suzuki K. Correlation of dentin bond durability with water absorption of bonding layer. **Dent Mater J.** 1999;18:11-8.
71. Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. **J Adhes Dent.** 2002;4:91-103.
72. Tjäderhane L, Larjava H, Sorsa T, Uitto VJ, Larmas M, Salo T. The activation and function of host matrix metalloproteinases in dentin matrix breakdown in caries lesions. **J Dent Res.** 1998;77:1622-9.
73. van Dijken JW. Clinical evaluation of three adhesive systems in class V non-carious lesions. **Dent Mater.** 2000;16:285-91.
74. Van Landuyt KL, De Munck J, Snaauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, et al. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. **J Dent Res.** 2005;84:183-8.

75. Van Noort R, Cardew G, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J Dent Res.** 1991;70(5):889-93.
76. Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique bond strength measurements. **J Dent.** 1989;17(2):61-7.
77. Vuotila T, Ylikontiola L, Sorsa T, Luoto H, Hanemaaiger R, Salo T, et al. The relationship between MMPs and pH in whole saliva of radiated head and neck cancer patients. **J Oral Pathol Med.** 2002;31:329-38.

## **9. ANEXO**

Protocolo de aprovação no Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal de Uberlândia.



Universidade Federal de Uberlândia  
Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação  
COMITÉ DE ÉTICA EM PESQUISA - CEP

Avenida João Naves de Ávila, nº. 2160 - Bloco J - Campus Santa Mônica - Uberlândia-MG –  
CEP 38400-089 - FONE/FAX (34) 3239-4131; e-mail: [cep@propp.ufu.br](mailto:cep@propp.ufu.br); [www.comissoes.propp.ufu.br](http://www.comissoes.propp.ufu.br)

ANÁLISE FNAL Nº.704/10 DO COMITÉ DE ÉTICA EM PESQUISA PARA O PROTOCOLO REGISTRO CEP/UFU  
301/10

Projeto Pesquisa: Análise da resistência de união à dentina humana tratada com digluconatop de clorexidina.

Pesquisador Responsável: Paulo Sérgio Quagliatto

De acordo com as atribuições definidas na Resolução CNS 196/96, o CEP manifesta-se pela aprovação do protocolo de pesquisa proposto.

O protocolo não apresenta problemas de ética nas condutas de pesquisa com seres humanos, nos limites da redação e da metodologia apresentadas.

O CEP/UFU lembra que:

- a- segundo a Resolução 196/96, o pesquisador deverá arquivar por 5 anos o relatório da pesquisa e os Termos de Consentimento Livre e Esclarecido, assinados pelo sujeito de pesquisa.
- b- poderá, por escolha aleatória, visitar o pesquisador para conferência do relatório e documentação pertinente ao projeto.
- c- a aprovação do protocolo de pesquisa pelo CEP/UFU dá-se em decorrência do atendimento a Resolução 196/96/CNS, não implicando na qualidade científica do mesmo.

DATA DE ENTREGA DO RELATÓRIO PARCIAL: AGOSTO DE 2011.

DATA DE ENTREGA DO RELATÓRIO FINAL: AGOSTO DE 2012.

SITUAÇÃO: PROTOCOLO APROVADO.

OBS: O CEP/UFU LEMBRA QUE QUALQUER MUDANÇA NO PROTOCOLO DEVE SER INFORMADA IMEDIATAMENTE AO CEP PARA FINS DE ANÁLISE E APROVAÇÃO DA MESMA.

Uberlândia, 17 de Setembro de 2010.

Profa. Dra. Sandra Terezinha de Farias Furtado  
Coordenadora CEP/UFU

Orientações ao pesquisador

- O sujeito da pesquisa tem a liberdade de recusar-se a participar ou de retirar seu consentimento em qualquer fase da pesquisa, sem penalização alguma e sem prejuízo ao seu cuidado (Res. CNS 196/96 - Item IV.1.f) e deve receber uma cópia do Termo de Consentimento Livre e Esclarecido, na íntegra, por ele assinado (Item IV.2.d).
- O pesquisador deve desenvolver a pesquisa conforme delineada no protocolo aprovado e descontinuar o estudo somente após análise das razões da descontinuidade pelo CEP que o aprovou (Res. CNS Item III.3.z), aguardando seu parecer, exceto quando perceber risco ou dano não previsto ao sujeito participante ou quando constatar a superioridade de regime oferecido a um dos grupos da pesquisa (Item V.3) que requeiram ação imediata.
- O CEP deve ser informado de todos os efeitos adversos ou fatos relevantes que alterem o curso normal do estudo (Res. CNS Item V.4). É papel do pesquisador assegurar medidas imediatas adequadas frente a evento adverso grave ocorrido (mesmo que tenha sido em outro centro) e enviar notificação ao CEP e à Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVISA – junto com seu posicionamento.
- Eventuais modificações ou emendas ao protocolo devem ser apresentadas ao CEP de forma clara e sucinta, identificando a parte do protocolo a ser modificada e suas justificativas. Em caso de projetos do Grupo I ou II apresentados anteriormente à ANVISA, o pesquisador ou patrocinador deve enviá-las também à mesma, junto com o parecer aprobatório do CEP, para serem juntadas ao protocolo inicial (Res.251/97, item III.2.e). O prazo para entrega de relatório é de 120 dias após o término da execução prevista no cronograma do projeto.