



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**FACULDADE DE FARMÁCIA, ODONTOLOGIA E ENFERMAGEM**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**  
**MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA**

**LIDIANE COSTA DE SOUZA**  
**EFEITO DA REMOÇÃO DE COLÁGENO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO**  
**DE CIMENTOS RESINOSOS À DENTINA**

**FORTALEZA – CE**

**2013**

**LIDIANE COSTA DE SOUZA**

**EFEITO DA REMOÇÃO DE COLÁGENO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO  
DE CIMENTOS RESINOSOS À DENTINA**

Dissertação de Mestrado submetida à Coordenação do Curso de Pós-Graduação em Odontologia, da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de mestre em Odontologia. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão Saboia.

**Fortaleza – Ce**

**2013**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

Universidade Federal do Ceará

Biblioteca de Ciências da Saúde

---

S716e Souza, Lidiane Costa de.

Efeito da remoção de colágeno na resistência de união de cimentos resinosos à dentina. / Lidiane Costa de Souza. – 2013.

40 f. : il. color., enc. ; 30 cm.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará; Centro de Ciências da Saúde; Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem; Departamento de Odontologia; Programa de Pós-Graduação em Odontologia; Mestrado em Odontologia, Fortaleza, 2013.

Área de Concentração: Clínica Odontológica.

Orientação: Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão Saboia.

Co-Orientação: Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguércio.

1. Colágeno. 2. Hipoclorito de Sódio. 3. Cimentos Dentários. 4. Dentina. I. Título.

---

CDD 617.695

**LIDIANE COSTA DE SOUZA**

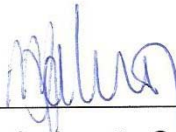
**EFEITO DA REMOÇÃO DE COLÁGENO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO  
DE CIMENTOS RESINOSOS À DENTINA**

Dissertação de Mestrado submetida à Coordenação do Curso de Pós-Graduação em Odontologia, da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de mestre em Odontologia. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão Saboia.

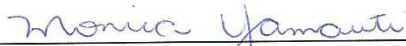
Aprovada em 24 /07 /2013

BANCA EXAMINADORA



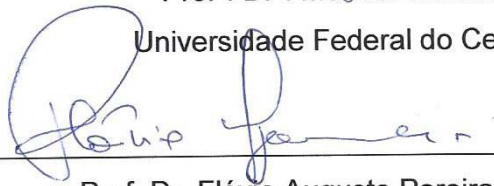
---

Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão Saboia (Orientador)  
Universidade Federal do Ceará



---

Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Mônica Yamauti  
Universidade Federal do Ceará



---

Prof. Dr. Flávio Augusto Pereira Gomes  
Universidade de Fortaleza

**Fortaleza – Ce**

**2013**

## **DEDICATÓRIA**

A Deus, força superior, na qual cada um de nós se apoiou nos momentos mais difíceis, permitindo-nos chegar até aqui.

A meus pais, Pedro e Zezinha, os quais, mesmo diante de tantas dificuldades, nunca desistiram de investir em minha educação, de pensar em meu futuro e, juntamente com meus irmãos, Pedro Henrique e João Felipe, mostraram-me o que é ser família, a força maior para enfrentar qualquer obstáculo.

A meu esposo e grande amor, Daniel, o qual sempre esteve a meu lado, dando-me toda ajuda, carinho e afeto de que precisei.

A todos os meus familiares (avós, tios, tias, primos, primas, cunhadas, sogra) os quais sempre acreditaram em mim e me deram todo tipo de incentivo, para eu chegar até este momento.

Dedico este trabalho a vocês!

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

Ao meu orientador, Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão Saboia, pelos conhecimentos transmitidos, por seu reconhecimento e pelo incentivo dado à continuidade de meu aprendizado.

Ao Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio, pela coorientação, pela presteza e pela colaboração com a estatística deste trabalho.

A todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará, pelos valiosos ensinamentos, durante o curso de Mestrado.

Às queridas amigas e companheiras de Mestrado Fabianni Magalhães, Simone Ramalho, Lívia Barros e Deborah Magalhães pela amizade, dedicação, companheirismo e por toda colaboração que deram no planejamento e na execução deste trabalho.

Às amigas Nara Rodrigues e Diana Cunha pela cooperação, ajudando a tornar as longas horas de laboratório mais amenas.

Aos demais amigos do curso de Mestrado (Galyléia, Camila, Jorgiana, Renato, Arila, Lidiane, Alessandra, Bruna, Jandenilson, Larice, Jorge, Nicolly, Phelype, Clarissa, Artur, Beatriz, Adriana, Walderez,) pela convivência, pelo aprendizado, pela diversão e pela amizade.

Queria agradecer, em especial, à Galyléia a presença, tanto nos momentos de estudo, quanto nos momentos de alegria e descontração, à Camila o companheirismo e a troca de conhecimentos e experiências, no período em que fizemos o mestrado-sanduíche em Piracicaba.

Obrigada!

## **AGRADECIMENTOS**

À Universidade Federal do Ceará, por meio do reitor Prof. Dr. Jesualdo Pereira Farias.

À Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem (FFOE/UFC), na pessoa de sua diretora Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Maria Goretti Rodrigues de Queiroz.

Ao Curso de Odontologia, na pessoa de seu coordenador, Prof. Dr. Fabrício Bitu Sousa.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará, na pessoa de sua coordenadora, Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Lidiany Karla Azevedo Rodrigues.

Aos membros da banca examinadora, pela disponibilidade, além da presteza em avaliar este trabalho, enriquecendo-o.

Às funcionárias da secretaria de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará, Lúcia Ribeiro Marques Lustosa e Janaine Marques Leal, pelo auxílio, como também pela disponibilidade.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES, através do PROJETO REUNI, pela concessão da bolsa de estudo e pela oportunidade de experiência como docente, que me foi muito gratificante e enriquecedora.

A todos aqueles que, de forma direta ou indireta, tornaram possível a realização deste trabalho.

***“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota.”***

***Madre Tereza de Calcutá***



## RESUMO

**Introdução:** Os cimentos resinosos autoadesivos foram introduzidos no mercado a fim de reduzir os passos clínicos e, assim, diminuir o tempo e a sensibilidade operatória. Apesar de o conceito de aplicação única ser bastante atrativo, alguns estudos mostram limitações desses materiais no que se diz respeito ao potencial de desmineralização e interação superficial com a dentina. **Objetivo:** Avaliar o efeito da remoção de colágeno dentinário com NaOCl a 5% na resistência de união da interface formada entre cimentos resinosos e a dentina. **Metodologia:** Trinta e dois terceiros molares recém-extraídos tiveram a dentina coronária exposta, as raízes removidas e foram divididos aleatoriamente em quatro grupos de acordo com o tipo de cimento (convencional ou autoadesivo) e com a estratégia de cimentação utilizada (manutenção ou remoção de colágeno da dentina): RelyX ARC/Single Bond 2 aplicado de acordo com a recomendações do fabricante - controle (RAc); RelyX ARC/Single Bond 2 aplicado após a remoção de colágeno (RAd); RelyX U200 aplicado de acordo com a recomendações do fabricante - controle (RUc); RelyX U200 aplicado após a remoção de colágeno (RUd). Blocos de resina compostas foram cimentados sobre a superfície dentinária e os espécimes foram seccionados para o teste de microtração. Os palitos de cada grupo foram subdivididos em dois subgrupos: teste imediato e teste após 20.000 ciclos térmicos. **Resultado:** O teste Anova mostrou que a remoção de colágeno aumentou os valores de resistência de união para ambos os cimentos, embora, para o grupo RAd, houve um decréscimo nos valores de resistência de união para os palitos termociclados. O teste qui-quadrado mostrou um significativo aumento de falhas prematuras para os grupos, exceto para o grupo RUd. **Conclusão:** A remoção de colágeno melhorou a resistência de união imediata para os materiais testados, mas só ocorreu preservação desta união, após termociclagem, quando o RelyX U200 foi utilizado.

**Palavras-chaves:** Colágeno. Adesão. Propriedades mecânicas. Hipoclorito de sódio.

## ABSTRACT

**Introduction:** The self-adhesive resin cements have been introduced to the market in order to reduce the clinical steps and, thus, reducing the operative time and sensitivity. Although the concept of one-step applying be very attractive, some studies show limitations of resin cements concerning the potential of demineralization and superficial interaction with the dentin.

**Objective:** To evaluate the effect of removing dentin collagen with 5% NaOCl on the bond strength of resin cements/dentin interface. **Methods:** Thirty-two freshly extracted third molars were sliced to expose sound dentin, to remove the roots and were randomly divided into four groups according to the type of cement used (conventional or self-adhesive) and strategy of cementing used: RelyX ARC/Single Bond 2 applied following the manufacturer's instructions – control (RAc), RelyX ARC/Single Bond 2 applied on deproteinized dentin (RA<sub>d</sub>); RelyX U200 applied following the manufacturer's instructions – control (RUc); RelyX U200 applied on deproteinized dentin (RU<sub>d</sub>). Blocks of composite resin were cemented on dentin surface and the specimens were prepared for microtensile bond test. The sticks of each group were subdivided into two subgroups: immediate test and test after 20,000 thermal cycles. **Results:** Three-way Anova showed that collagen removal increased the bond strength values for both cements, although the RA<sub>d</sub> group showed a decrease in the bond strength values after thermocycling. Chi-square test showed significant increase of premature failures for the groups, except for the group of RU<sub>d</sub>. **Conclusion:** The collagen removal improved the immediate bond strength for both cements tested, but, after thermocycling, this union was preserved only in the RelyX U200 group.

**.Keywords:** Collagen. Adhesion. Mechanical properties. Sodium hypochlorite.

## SUMÁRIO

<b>1.</b>	<b>INTRODUÇÃO GERAL</b> -----	<b>11</b>
<b>2.</b>	<b>PROPOSIÇÃO</b> -----	<b>14</b>
	2.1 – Objetivo Geral	
	2.2 – Objetivos Específicos	
<b>3.</b>	<b>CAPÍTULO</b> -----	<b>16</b>
<b>4.</b>	<b>CONCLUSÃO GERAL</b> -----	<b>35</b>
<b>5.</b>	<b>REFERÊNCIAS</b> -----	<b>37</b>
<b>6.</b>	<b>ANEXO</b> -----	<b>38</b>

# *Introdução Geral*

## 1. Introdução Geral

O uso dos cimentos resinosos para a fixação de restaurações indiretas estéticas (inlays, onlays, coroas, facetas, laminados), sejam estas restaurações de resinas compostas ou de cerâmica, tem aumentado consideravelmente (ABO-HAMAR *et al.*, 2005). A utilização desses cimentos permite maior preservação das estruturas dentais remanescentes, através da utilização de uma técnica adesiva (ARRAIS *et al.*, 2008; HIKITA *et al.*, 2007; VIOTTI *et al.*, 2009), e atende à demanda por tratamentos cada vez mais estéticos, como a cimentação de restaurações cerâmicas livres de metal, já que possuem elevada estabilidade de cor, principalmente os cimentos resinosos de dupla polimerização (TANOUE *et al.*, 2003).

De acordo com o pré-tratamento do substrato dentário antes da cimentação, os cimentos resinosos podem ser classificados em convencionais (que preconizam o uso de um sistema adesivo do tipo *etch-and-rinse* ou do tipo *self-etching*) ou autoadesivos (que não necessitam da aplicação de qualquer sistema adesivo) (HIKITA *et al.*, 2007; DE MUNCK *et al.*, 2004).

Os cimentos resinosos autoadesivos foram introduzidos no mercado a fim de reduzir os passos clínicos e a sensibilidade operatória. Segundo os fabricantes, tais cimentos dispensam tratamentos prévios, como o uso de ácido e adesivo, sendo, portanto, aplicado em etapa única. Esses produtos apresentam monômeros acídicos em sua composição que desmineralizam e infiltram o substrato dentinário simultaneamente (DE MUNCK *et al.*, 2004).

Apesar de esse conceito de aplicação única ser bastante atrativo, alguns estudos mostram limitações para os cimentos autoadesivos no que se diz respeito ao potencial de desmineralização e interação superficial com a dentina (AL-ASSAF *et al.*, 2007; MONTICELLI *et al.*, 2008). Com o objetivo de aumentar essa interação, alguns trabalhos investigaram o pré-tratamento da dentina com soluções ácidas, entretanto os resultados encontrados são controversos (MAZZITELLI *et al.*, 2010, PAVAN *et al.*, 2010; SANTOS *et al.*, 2011; SANTOS *et al.*, 2011; LISBOA *et al.*, 2013). Alguns estudos demonstram que a remoção da *smear layer* melhora a interação entre os cimentos

autoadesivos e a dentina (MAZZITELLI *et al.*, 2010, PAVAN *et al.*, 2010; SANTOS *et al.*, 2011). Outros, no entanto, mostram redução da resistência de união após o condicionamento ácido, uma vez que este expõe uma densa malha de colágeno, que pode funcionar como barreira física, reduzindo a penetração do cimento (SANTOS *et al.*, 2011; LISBOA *et al.*, 2013).

Dessa forma a remoção do colágeno dentinário poderia ser uma estratégia favorável à adesão. Após esse procedimento, a dentina torna-se um substrato poroso, capaz de permitir uma maior retenção mecânica (TAY *et al.*, 2002) e com maior conteúdo mineral na sua superfície, o que aumentaria a possibilidade de uma interação química entre o material resinoso e os cristais de hidroxiapatita (TOLEDANO *et al.*, 1999).

O uso do hipoclorito de sódio (NaOCl), um agente desproteinizante não específico, tem sido proposto para a remoção do colágeno exposto, depois do condicionamento ácido (TAY *et al.*, 2002; MARSHALL *et al.*, 2001). Após o tratamento com NaOCl, a dentina fica mais susceptível ao molhamento pelo material resinoso, ou seja, naturalmente mais hidrofílica (PANIGHI & G'SELL, 1992; ATTAL, ASMUSSEN & DEGRANGE, 1994). Além disso, expõe uma rede de canais laterais na dentina superficial e alarga a abertura dos túbulos dentinários tanto na dentina superficial quanto na profunda, permitindo a formação de tags de resina mais resistentes (VARGAS, COB & ARMSTRONG, 1997; PRATI, CHERSONI & PASHLEY, 1999).

Esses fatores podem levar a maior infiltração do material resinoso no tecido dentinário e, por conseguinte, resultar no aumento da resistência de união imediata e após envelhecimento.

*Proposição*

---

## **2. Proposição:**

O presente trabalho teve como objetivos:

### **2.1. Objetivo Geral:**

- Avaliar o efeito da remoção de colágeno dentinário com NaOCl a 5% por dois minutos na resistência de união da interface formada por cimentos resinosos e a dentina.

### **2.2. Objetivos Específicos:**

- Comparar a resistência de união de um cimento resinoso autoadesivo e de um cimento resinoso convencional aplicados à dentina com e sem remoção do colágeno, após 24 horas.

- Comparar a resistência de união de um cimento resinoso autoadesivo e de um cimento resinoso convencional aplicados à dentina com e sem remoção do colágeno, após envelhecimento, através de ciclagem térmica.

- Comparar a resistência de união de união de um cimento resinoso autoadesivo e de um cimento resinoso convencional aplicados à dentina, com e sem remoção do colágeno, após 24 horas e após a ciclagem térmica.

- Avaliar o padrão de fratura dos espécimes após o teste de resistência à microtração.



---

*Capítulo*

### 3. CAPÍTULO

Esta dissertação está baseada no Artigo 46 do Regimento Interno do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará, que regulamenta o formato alternativo para dissertações de Mestrado e teses de Doutorado, e permite a inserção de artigos científicos de autoria ou coautoria do candidato. Por se tratar de estudos envolvendo seres humanos, ou parte deles, o projeto de pesquisa foi submetido à apreciação do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal do Ceará, tendo sido aprovado (Anexo1). Assim sendo, esta dissertação é composta de um artigo científico que será submetido ao periódico *The Journal of Adhesive Dentistry*, conforme descrito abaixo:

#### **EFFECT OF DENTIN DEPROTEINIZATION ON BOND STRENGTH OF RESIN CEMENTS TO DENTIN**

SOUZA LC, LOGUERCIO AD & SABOIA VPA

**Effect of dentin deproteinization on bond strength  
of resin cements to dentin**

**Short Title:** Dentin deproteinization and resin cements

L. C. Souza<sup>1</sup>, A. D. Loguercio<sup>2</sup>, V. P. A. Saboia<sup>1</sup>

1. Department of Restorative Dentistry, Graduate Program of Dentistry - Faculty of Pharmacy, Dentistry and Nursing, Federal University of Ceará, Fortaleza, Ceará, Brazil

2. Department of Restorative Dentistry – School of Dentistry – State University of Ponta Grossa, Ponta Grossa, Paraná, Brazil

**CORRESPONDING AUTHOR**

Vicente de Paulo Aragão Saboia, Department of Restorative Dentistry - Faculty of Pharmacy, Dentistry and Nursing, Federal University of Ceará, Fortaleza, Ceará, Brazil

R. Gilberto Studart, 770/901, Cocó, Fortaleza, CE, Brazil

Zip Code: 60190-750

Tel: +55 85 8807 4623

e-mail: [ypsaboia@yahoo.com](mailto:ypsaboia@yahoo.com)

**KEY WORDS:** collagen, adhesion, mechanical properties, sodium hypochlorite

## ABSTRACT

This study examined the effect of deproteinization on the microtensile bond strength between conventional and self-adhesive resin cement and dentin surfaces after 24 h or 20.000 thermocycles. Occlusal dentin of thirty-two human molars were distributed into four groups according to the type of cement used (conventional or self-adhesive) and the strategy of luting: RelyX ARC/Single Bond 2 (RAc) following the manufacturer's instructions (control), RelyX ARC/Single Bond 2 (RAd) applied after dentin deproteinization; RelyX U200 (RUc) following the manufacturer's instructions (control); RelyX U200 (RUd) applied after dentin deproteinization. The sticks of each group were subdivided into two subgroups: 24 h and test after 20,000 thermal cycles. Three-way Anova showed the collagen removal increased the bond strength values for both cements, although the RAd group showed a decrease in the bond strength values after thermocycling. Chi-square test showed significant loss of specimens by premature failure for the groups, except for the RUd group. The collagen removal improved the immediate bond strength for both cements tested, but, after thermocycling, this union was preserved only in the RelyX U200 group.

## INTRODUCTION

Currently, resin cements are the most indicated luting materials in the cementation of indirect composite resins and ceramic restorations to tooth structures. These cements showed advantageous properties like low water sorption, low solubility and high color stability<sup>33</sup>, bond to enamel e dentin<sup>14</sup> and dual-curing mode<sup>2</sup>. These cements have been widely used for fixation of inlays, onlays, crowns, posts, and veneers because of their enhanced mechanical properties, ease of handling and good esthetic qualities.

These luting systems may be classified as conventional resin cements or self-adhesive resin cements, depending on the bonding strategies<sup>3</sup>. The conventional resin cement requires the previous application of adhesive systems, that can be a etch-and-rinse or a self-etching adhesive, while the self-adhesive cements requires no pretreatment of tooth surfaces<sup>7,10</sup>.

Despite this attractive concept for cementation, scientific evidence has shown low retentive power of this fixation strategy for indirect restorations<sup>4,39</sup> and the superficiality of the interaction between the cement and dentin are the critical points in this new approach for self-adhesive cements<sup>7,39</sup>. Researches investigating pretreatment of dentin with acid solutions show controversial results. Some studies have reported that removing the smear layer improved the interaction between self-adhesive resin cement and dentin<sup>20,24,31</sup>. Others show that the pretreatment with phosphoric acid can result in reduction of the bond strength since the presence of collagen fibrils reduced the penetration of the cement<sup>19, 31</sup>.

Thus, the collagen removal after etching with phosphoric acid could improve the contact between resin cements and dentin, providing optimized results<sup>8,19</sup>.

Therefore, this *in vitro* study examined the effect of deproteinization on the microtensile bond strength ( $\mu$ TBS) between a conventional and a self-adhesive resin cements and dentin surfaces after 24 h or 20.000 thermocycles. The null hypothesis is that dentin deproteinization does not affect the bond strength.

## **MATERIALS AND METHODS**

Thirty-two freshly extracted human non-carious third molars were used in this study after obtaining the patients informed consent for their use, under a protocol approved by the Institution. The teeth were stored in 0.01% thymol solution at 4°C for no more than 1 month. A flat dentin surface was exposed on each tooth after wet grinding of the occlusal enamel on #100- and # 400-grit SiC paper mounted in a polishing machine (Aropol 2V- Arotec SA, São Paulo, SP, Brazil). Dentin surfaces were exposed and inspected under  $\times 80$  magnification to ensure that no enamel remnants were left (Leica DM 1000 – Leica Microsystems GmbH - Wetzlar, Germany). The exposed dentin surfaces were further polished on wet #600-grit silicon-carbide paper for 20 s to produce a standardized smear layer. Each tooth was individually fixed to a sectioning machine (Isomet 1000, Buehler Ltd. Lake Bluff, USA) and sectioned

perpendicular to its longitudinal axis using a flexible diamond disc under cooling, to remove tooth roots and to obtain dentin discs 4 mm thick.

Resin blocks with 5.5 x 5.5 x 2.0 mm of restorative materials from the corresponding manufacturer (Filtek Z100- 3M ESPE, Seefeld, Germany) were made with the aid of a two-piece matrix. The resin blocks were light activated for 80 s. The restoration surface in contact with the dentin was roughened with a diamond point, and then submitted to an ultrasonic bath in distilled water for 10 min. Before the cementation, this surface was silanized (Angelus Prosil-FGM, Joinville, SC, Brazil) following manufacturer's instructions. The pressure exerted on the restoration during the luting procedure was standardized at 20 g/mm<sup>2</sup>.

RelyX ARC/Single Bond 2 (RelyX ARC - 3M ESPE, Seefeld, Germany and Single Bond 2 - 3M ESPE, Seefeld, Germany) (conventional resin cement) or RelyX U200 (3M ESPE, Seefeld, Germany) (self-adhesive resin cement) were used for luting the resin blocks to the dentin surface. In accordance with the strategy of cementation the specimens were distributed into four groups (n=8): RelyX ARC/Single Bond 2 (RAc) following the manufacturer's instructions (control), RelyX ARC/Single Bond 2 (RA<sub>d</sub>) after dentin deproteinization; RelyX U200 (RU<sub>c</sub>) following the manufacturer's instructions; RelyX U200 (RU<sub>d</sub>) after dentin deproteinization (Table 1).

Each specimen was longitudinally sectioned in both "x" and "y" directions, across the bonded interface, using a diamond blade in an Isomet 1000 cutting-machine (Isomet 1000, Buehler Ltd. Lake Bluff, USA) to obtain sticks with cross-sectional areas of approximately 0.9 mm<sup>2</sup>, in accordance with "non-trimming" technique.

The sticks of each specimen were randomly subdivided in two subgroups for the microtensile test: immediately (test after 24 h in distilled water at 37°C) and after thermocycling. For this procedure the specimens were placed in a thermocycling machine (THE-1100 Thermocycler; SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Germany) in distilled water baths for 20.000 cycles of 5°C to 55°C with a dwelling time of 60 seconds in each bath.

The specimens were measured individually with digital caliper (Absolute Digimatic, Mitutoyo, Tokyo, Japan) and subjected in a tensile force in a universal testing machine (Model 4440, Instron Corp., Canton, MA, USA) at crosshead speed of 1 mm/min.

#### Failure mode

The dentin side of the failed bonds was analyzed using stereoscopic light microscopy (Stemi 2000–C, Carl Zeiss Jena; Jena, Germany) at 80X magnification and classified according to the failure mode as mixed (M), cohesive in cement (CC), cohesive in dentin (CD) or cohesive in composite (CC).

## RESULTS

The  $\mu$ TBS means, standard deviation and number of specimens tested are shown in table 2 according to the dentin treatment protocol, luting material and thermocycling. The percentage of the obtained specimens (OS) and lost specimens (LO) are shown in table 3.

The analysis of variance (ANOVA – Three-way) indicated that dentin deproteinization promoted a statistically significant improvement in the bond strength for both cements tested; however, only self-adhesive resin cement RUd maintained the bond strength values after the thermocycling. For control groups (RAc and RUc) no statistical difference was found regardless of the aging by thermocycling.

After the thermocycling, only the RAd group showed a significant reduction of the bond strength values for  $\mu$ TBS. Nevertheless, analyzing the relationship between obtained specimens (OS) and lost specimens (LO) by chi-square test, it was observed significant amount of premature failures for the groups RAc, RUc and RAd.

The distribution of failure modes for each group is summarized in table 4. RelyX ARC groups showed a high incidence of mixed failures while U200 groups showed predominance of cohesive fractures within the resin cement,

specially for the groups submitted to thermocycling procedures. Cohesive fractures within the dentin were not observed for none of the groups.

## DISCUSSION

In accordance with this study, dentin deproteinization improved the performance of both resin cements, resulting in rejection of the null hypothesis.

The role of collagen fibers in dentin adhesion has been questioned. Some studies show that dentin collagen may even interfere with the bonding mechanisms because of the fragile structure of collagen fibers after etching, hindering dentin adhesion<sup>12,35</sup>. The collagen meshwork exposed by acid etching allows the adhesive resin to penetrate and provides an intermingled layer of collagen and resin called hybrid layer<sup>23</sup>. Any collapse of the collagen matrix as a result of overdrying might prevent monomers from penetrating deeper into dentin, which increases the risk of adhesive failures<sup>26</sup>. An incomplete infiltration of resin into demineralized dentin may create porosities within the hybrid layer (nanoleakage)<sup>30</sup>, leaving exposed collagen at the dentin–adhesive interface. Thus, this naked collagen would be more susceptible to degradation by various exogenous substances, leading to premature failure of resin restorations<sup>32</sup> by hydrolysis of the collagen fibrils<sup>37</sup> and/or degradation of the polymerized resins<sup>13</sup>. Therefore, the removal of collagen fibers with a deproteinizing material would facilitate the access of the adhesive resins to the substrate<sup>15</sup>.

After deproteinization, dentin becomes a porous area with multiple irregularities capable of allowing some type of mechanical retention<sup>25</sup>. This substrate is rich in hydroxyapatite crystals, which has a high-energy surface<sup>1</sup> and the possibility of a chemical interaction has also been hypothesized<sup>17</sup>.

NaOCl is a nonspecific proteolytic agent that effectively removes organic components at room temperature<sup>34</sup>. It is capable of producing chemical alterations on the surface of demineralized dentin making it more similar to enamel (hydroxyapatite-rich)<sup>32</sup>. For improving adhesion between the dentin and resin materials concentrations of 10% applied for 1min<sup>6,28</sup> and 5% for 2 min<sup>8,9,11,19</sup> have been used. The most porous surface achieved after this pre-treatment could be responsible for adhesive interfaces with similar bond



strength values to those obtained in enamel after etching with phosphoric acid<sup>38</sup>.

RelyX U200 self-adhesive cement contains phosphoric acidic methacrylates, 4-MET, which react with basic fillers in the cement and the calcium ions of the hydroxyapatite from tooth tissue promoting the bonding to dentin and enamel<sup>14</sup>. This acidic monomer has an ability to form strong ionic bond with calcium of enamel and dentin<sup>40</sup>. Thus, the bonding mechanism of self-adhesive resin cements to dentin is based on chemical reactions between dentin and resin cements while the bonding mechanism of conventional luting systems depends of the type of the bonding agent used in combination with this system<sup>7</sup>. After the removal of collagen achieved by NaOCl application, the mineral to matrix ratio at dentin surface increased and the smear layer was thinned due to dissolution of the collagen part<sup>21,22</sup>, which can may optimize the maximum interaction between RelyX U200 luting agent and hydroxyapatite of dentin improving the chemical reactions. This can explain the highest bond strength values showed for RUd group.

The self-adhesive cements with their heavy filler load and high viscosity may exhibit limited infiltration into the exposed collagen layer<sup>20</sup>. However, for RelyX U200 a new rheology modifier was added to the mixture and the processing of your filler particles was optimized. The new rheology may have facilitated the penetration of the cement into the porosities and lateral branches created by NaOCl on the dentin, promoting a more intimate contact between the self-adhesive cement and the substrate.

The highest percentage of cohesive failures within resin cement for RelyX U200 groups suggests the bond strength of the cement-dentin interface exceeded the cohesive strength of the cement pointing out for a improvement of the chemical reaction with hydroxyapatite and and better penetration of resin monomers into the deproteinized substrate. When using RelyX ARC, failures involving the hybrid layer (mixed) were predominant suggesting frailty of the adhesive interface. The absence of cohesive failures within dentin suggests that this substrate did not become weaker after deproteinization.

The lower results obtained by RAd group compared to RUd group in the immediate test could have been obtained because the adhesive system (Single Bond 2) used. Some authors state that this adhesive system is not capable of effectively filling the pores created by the sodium hypochlorite because of the size of the molecule or by its slow diffusion<sup>27,29</sup>. Moreover, the oxygen released by the sodium hypochlorite molecules could inhibit the polymerization of the adhesive, and thus compromise the performance of the bonding surfaces<sup>36</sup>. The free radicals from the decomposition of NaOCl could have competed with the free vinyl radicals generated during the photo-activation of the adhesive, resulting in an incomplete polymerization because of the premature termination of the polymer chain<sup>18</sup>. The reversion of oxidative capacity of the dentin treated with sodium hypochlorite can be achieved by the application of reducing solutions<sup>5</sup>.

This detrimental effect of residual NaOCl was not so effective for the self adhesive cement probably because the methacrylated phosphoric acid ester monomer is claimed to interact chemically with the basic inorganic fillers in the material, leading to an additional acid-base setting reaction, apart from the free radical polymerization. The setting reaction of RelyX U200 might be able to resolve the negative effect of polymerization on NaOCl-treated dentin surface<sup>16</sup>.

After thermocycling, only the RAd group showed a significant reduction of the bond strength values. However, analyzing the ratio between obtained specimens (OS) and lost specimens (LO), it was observed significant increase of premature failure of sticks for three groups after thermocycling (RAc, RUC and RAd). It demonstrates that thermocycling had an effective detrimental effect for these groups. Only RUd group did not show decrease of bond strength neither increase of premature failure after thermocycling, which points out for the possible benefits of the NaOCl pre-treatment when using the self-adhesive cement RelyX U200.

It is important to point out that the NaOCl treatment makes the technique less sensitive once there is no collagen on the dentin surface and it eliminates the critical clinical step of controlling the amount of dentin moisture before

adhesive application. We highlight the importance of it when cementing fibers post considering that is very difficult to control the dentin moisture in the root canal.

Taking in account all the criteria evaluated, the dentin deproteinization had the most positive impact for the self-adhesive cement. If the improvement of the longevity and effectiveness of the adhesion is demonstrated in clinical researches, the addition of this clinical step in restorative practice could be justified.

## **CONCLUSION**

The deproteinization improved bond strength for both resin cements to dentin for immediate test, but after thermocycling the preservation of this union occurred only when the self-adhesive resin cement RelyX U200 was used.

## **CLINICAL RELEVANCE**

The deproteinization could be justified if the longevity and effectiveness of the adhesion are achieved.

## **REFERENCES**

1. Akinmade AO, Nicholson JW. Glass-ionomer cements as adhesives. Part I. Fundamental aspects and their clinical relevance. *J Mater Sci Mater Med* 1993; 4:95–101.
2. Arrais C, Rueggeberg F, Waller J, Degoes M, Giannini M. Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems. *J Dent* 2008; 36:418-426.
3. Cantoro A, Goracci C, Papacchini F, Mazzitelli C, Fadda GM, Ferrari M. Effect of procure temperature on the bonding potential of self-etch and self-adhesive resin cements. *Dent Mater* 2008; 24:577-583.
4. D'arcangelo C, De Angelis F, D'amario M, Zazzeroni S, Ciampoli C, Caputi S. The influence of luting systems on the microtensile bond strength of dentin to indirect resin-based composite and ceramic restorations. *Oper Dent* 2009; 34:328–336.

5. Da Cunha LF, Furuse AY, Mondelli RF, Mondelli J. Compromised bond strength after root dentin deproteinization reversed with ascorbic acid. *J Endod.* 2010; 36:130-134.
6. De Castro AK, Hara AT, Pimenta LA. Influence of collagen removal on shear bond strength of one-bottle adhesive systems in dentin. *J Adhes Dent* 2000; 2:271-277.
7. De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater* 2004; 20:963-971.
8. De Souza FB, Delfino CS, Turbino ML, Braz R: Deproteinized dentin. A favorable substrate to self-bonding resin cements? *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2011; 98:387-394.
9. De Souza FB, Silva CHV, Palma Dibb RG, Delfino CS, Beatrice LCS. Bonding performance of different adhesive systems to deproteinized dentin—microTBS and SEM. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2005;75B:158–167.
10. Duarte S, Botta A, Meire M, Sadan A. Microtensile bond strengths and scanning electron microscopic evaluation of self-adhesive and self-etch resin cements to intact and etched enamel *J Prosthet Dent* 2008; 100:203-210.
11. Fawzy AS, Amer MA, El-Askary FS. Sodium hypochlorite as dentin pretreatment for etch-and-rinse single-bottle and two-step self-etching adhesives: atomic force microscope and tensile bond strength evaluation. *J Adhes Dent.* 2008; 10:135-144.
12. Gwinnet AJ, Tay FR, Pang KM, Wei SHY. Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. *Am J Dent* 1996; 9:140–144.
13. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Endo K, Oguchi H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedure. *J Biomed Mater Res* 2003;66B:324–330.

14. Hikita K, Van Meerbeek B, Demunck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P, Peumans M. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater* 2007; 23:71-80.
15. Inaba D, Duschner H, Jongebloed W, Odellius H, Takagi O, Arends J. The effects of a sodium hypochlorite treatment on demineralized root dentin. *Eur J Oral Sci* 1995; 103:368–374.
16. Kambara K, Nakajima M, Hosaka K, Takahashi M, Thanatvarakorn O, Ichinose S, M Foxton R, Tagami J. Effect of smear layer treatment on dentin bond of self-adhesive cements. *Dent Mater J*. 2012; 31:980-7.
17. Kanca J. Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. *Quintessence Int* 1992;23:39–41.
18. Lai SCN, Mak YF, Cheung GSP, Osório R, Toledano M, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Reversal of compromised bonding to oxidized etched dentin. *J Dent Res* 2001; 80:1919–1924.
19. Lisboa DS, Santos SV, Griza S, Rodrigues JL, Faria-e-Silva AL. Dentin deproteinization effect on bond strength of self-adhesive resin cements. *Braz Oral Res* 2013; 27:73-75.
20. Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Ferrari M, Osorio R. Dentin treatment effects on the bonding performance of selfadhesive resin cements. *Eur J Oral Sci*. 2010; 118:80-86.
21. Montes MA, de Goes MF, Sinhoreti MA. The in vitro morphological effects of some current pre-treatments on dentin surface: a SEM evaluation. *Oper Dent* 2005; 30:201-212.
22. Mountouris G, Silikas N, Eliades G. Effect of sodium hypochlorite treatment on the molecular composition and morphology of human coronal dentin. *J Adhes Dent* 2004; 6:175-182.
23. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982; 16:265–273.

24. Pavan S, Santos PH, Berger S, Bedran-Russo AK. The effect of dentin pretreatment on the microtensile bond strength of selfadhesive resin cements. *J Prosthet Dent* 2010; 104:258-264.
25. Perdigão JM, Thompson JY, Osorio R, Toledano M, Rosales JI, Cabrerizo MA. An AFM/SEM study of acid-etched and deproteinized dentin in function of depth. *J Dent Res* 1998; 77:809.
26. Pioch T, Kobaslija S, Schagen B, Götz H. Interfacial micromorphology and tensile bond strength of dentin systems after NaOCl treatment. *J Adhes Dent* 1999; 2:135–142.
27. Prati C, Chersoni S, Pashley DH. Effect of removal of surface collagen fibril on resin-dentin bonding. *Dent Mater* 1999; 15:323–331.
28. Saboia VP, Pimenta LA, Ambrosano GM. Effect of collagen removal on microleakage of resin composite restorations. *Oper Dent* 2002; 27:38-43.
29. Saboia VPA, Rodrigues AL, Pimenta LAF. Effect of collagen removal on shear bond strength of two single-bottle adhesive systems. *Oper Dent* 2000; 25:395– 400.
30. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: Leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 1995; 20:18–25.
31. Santos MJ, Bapoo H, Rizkalla AS, Santos GC. Effect of dentin-cleaning techniques on the shear bond strength of self-adhesive resin luting cement to dentin. *Oper Dent* 2011; 36:512-520.
32. Tanaka J, Nakai H. Application of root canal cleaning agents having dissolving abilities of collagen to the surface treatment for enhanced bonding of resin to dentin. *Dent Mater J* 1993;12:196 –208.
33. Tanoue N, Koishi Y, Atsuta M, Matsumura H. Properties of dual-curable luting composites polymerized with single and dual curing modes. *J Oral Rehabil* 2003; 30:1015-1021.

34. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagaruna A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent* 2002; 30:371–382.
35. Toledano M, Osorio R, Perdigão J, Rosales JI, Thompson JY, Cabrerizo-Vilchez MA. Effect of acid etching and collagen removal on dentin wettability and roughness. *J Biomed Mater Res* 1999; 47:198-203.
36. Uceda-Gómez N, Reis A, Carrilho MRO, Loguercio AD, Rodrigues Filho LE. Effect of sodium hypochlorite on the bond strength of an adhesive system to superficial and deep dentin. *J Appl Oral Sci* 2003; 11:223–228.
37. Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD, Robinson SJ. A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *J Dent Res* 1998; 77:50 –59.
38. Wakabayashi Y, Kondou Y, Suzuki K, Yatami H, Yamashita A. Effect of dissolution of collagen on adhesion to dentin. *Int J Prosthodont* 1994; 7:302–306.
39. Yang B, Ludwig K, Adelung R, Kern M. Micro-tensile bond strength of three luting resins to regional dentin. *Dent Mat* 2006; 22:45–56.
40. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004; 83:454-458.

Table 1: Resin cements, their application protocols and strategy of cementation

	Composition	Control	Deproteinized
<b>RelyX ARC/Single Bond 2 (3M/ESPE, Saint Paul, MN, USA)</b>	<b>RelyX<sup>MR</sup> ARC:</b> TEGDMA, Bis-GMA, ether zircônia/sílica filler, funcional dimethacrylate polymer.  <b>Adper Single Bond<sup>TM</sup> 2:</b> Ethanol, Bis-GMA, silanated silica filler, 2-HEMA, GDM, copolymer of polyacrylic and polyitaconic acidse UDMA.	Apply of 37% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> Gel (Condac 37%/FGM, Joinville, SC, Brazil) for 15 s + wash with air spray + dry with absorbent paper + apply of two consecutive coats of Single Bond 2 for 15 s with gently agitation + gently air thin for 5 s to evaporate the solvent + light cure adhesive for 10 s + mix cement for 10 s and apply on silanized surface of resin blocks + wait 3 min and light cure each surface/margin for 40 s	Apply 37% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> Gel (Condac 37%/FGM, Joinville, SC, Brazil) for 15 s + wash with air spray + apply 5% NaOCl (Vetec, Rio de Janeiro, RJ, Brazil) for 2 min + wash with air spray + dry with absorbent paper + apply two consecutive coats of Single Bond 2 for 15 s with gently agitation + gently air thin for 5 s seconds to evaporate the solvent + light cure adhesive for 10 s + mix cement for 10 s and apply on silanized surface of resin blocks + wait 3 min and light cure each surface/margin for 40 s
<b>RelyX U200 (3M/ESPE, Saint Paul, MN, USA)</b>	<b>RelyX<sup>TM</sup> U200:</b> Silane treated glass powder, substituted dimethacrylate, 1-benzyl-5 -phenyl-barbic-acid, calcium salt, 1,12-dodecane dimethycrylate, sodium p-toluenesulfinate, silane treated silica, calcium hydroxide	Mix cement for 10 s and apply on silanized surface of resin blocks + wait 3 min and light cure each surface/margin for 20 s	Apply 37% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> Gel (Condac 37%/FGM, Joinville, SC, Brazil) for 15 s + wash with air spray + apply 5% NaOCl (Vetec, Rio de Janeiro, RJ, Brazil) for 2 min + wash with air spray + dry with absorbent paper + mix cement for 10 s and apply on silanized surface of resin blocks + wait 3 min and light cure each surface/margin for 20 s



Table 2: Mean microtensile bond strengths (MPa) and standart derivations (SD) for the groups

	Control		Deproteinized	
	Immediately	Thermocycled	Immediately	Thermocycled
<b>RelyX ARC/Single Bond 2</b>	10.97 ± 2.9 <sup>c</sup>	11.59 ± 3.7 <sup>c</sup>	15.71 ± 4.4 <sup>b</sup>	7.76 ± 2.4 <sup>d</sup>
<b>RelyX U 200</b>	11.68 ± 3.4 <sup>c</sup>	11.20 ± 3.3 <sup>c</sup>	19.44 ± 4.7 <sup>a</sup>	17.88 ± 5.4 <sup>a,b</sup>

\* Identical superscript letters indicate no significant difference (p>0.05).

Table 3: Obtained specimens (OS) X lost specimens (LO) in percentages

	Control				Deproteinized			
	Immediately		Thermocycled		Immediately		Thermocycled	
	OS	LO	OS	LO	OS	LO	OS	LO
<b>RelyX ARC/Single Bond 2</b>	51	10 (19%) <sup>a</sup>	48	16 (33%) <sup>b</sup>	39	11 (28%) <sup>a</sup>	38	20 (52%) <sup>a</sup>
<b>RelyX U200</b>	50	8 (16%) <sup>a</sup>	51	20 (39%) <sup>b</sup>	49	5 (10%) <sup>a</sup>	52	10 (19%) <sup>a</sup>

\* Identical superscript letters indicate no significant difference (p>0.05).

Table 4: Percentage/numerical distribution of failure modes

	Control								Deproteinized							
	Immediately				Thermocycled				Immediately				Thermocycled			
	M	CC	CR	CD	M	CC	CR	CD	M	CC	CR	CD	M	CC	CR	CD
<b>RelyX ARC/Single Bond 2</b>	77.8% (42)	16.7% (9)	5.5% (3)	- (0)	79.6% (39)	18.4% (9)	2% (1)	- (0)	70% (28)	27.5% (11)	2.5% (1)	- (0)	81.6% (31)	18.4% (7)	- (0)	- (0)
<b>RelyX U 200</b>	16% (8)	84% (42)	- (0)	- (0)	21.6% (11)	72.5% (37)	5.9% (3)	- (0)	36.7% (18)	63.3% (31)	- (0)	- (0)	19.2% (10)	76.9% (40)	3.9% (2)	- (0)

M: mixed; CC: cohesive in cement; CD: cohesive in dentin; CC: cohesive in composite

*Conclusão Geral*

#### **4. Conclusão Geral:**

Da avaliação dos resultados obtidos neste trabalho, pode-se concluir que:

A remoção do colágeno da dentina pode resultar na obtenção de interfaces adesivas cimento/dentina mais resistentes e duradouras quando se utiliza o cimento autoadesivo RelyX U200.

## *Referências*

---

## REFERÊNCIAS

ABO-HAMAR SE, HILLER KA, JUNG H, FEDERLIN M, FRIEDL KH, SCHMALZ G. Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. *Clin. Oral. Investig.* 2005; 9:161-167.

AL-ASSAF K, CHAKMAKCHI M, PALAGHIAS G, KARANIKA-KOUMA A, ELIADES G. Interfacial characteristics of adhesive luting resins and composites with dentine. *Dent. Mater.* 2007; Jul 23(7):829-839.

ARRAIS C, RUEGGEBERG F, WALLER J, DEGOES M, GIANNINI M. Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems. *J. Dent.* 2008; 36:418-426.

ATTAL JP, ASMUSSEN E, DEGRANGE M. Effects of surface treatment on the free energy of dentin. *Dent. Mater.* 1994;10:259-264.

DE MUNCK J, VARGAS M, VAN LANDUYT K, HIKITA K, LAMBRECHTS P, VAN MEERBEEK B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent. Mater.* 2004; 20:963-971.

HIKITA K, VAN MEERBEEK B, DEMUNCK J, IKEDA T, VAN LANDUYT K, MAIDA T, LAMBRECHTS, P; PEUMANS, M. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent. Mater.* 2007; 23:71-80.

LISBOA DS, SANTOS SV, GRIZA S, RODRIGUES JL, FARIA-E-SILVA AL. Dentin deproteinization effect on bond strength of self-adhesive resin cements. *Braz. Oral. Res.* 2013; 27(1):73-75.

MARSHALL GW JR, YUCEL N, BALLOCH M, KINNEY JH, HABELITZ S, MARSHALL SJ. Sodium hypochlorite alterations of dentin and dentin collagen. *Surf. Sci.* 2001;491:444-455.

MAZZITELLI C, MONTICELLI F, TOLEDANO M, FERRARI M, OSORIO R. Dentin treatment effects on the bonding performance of selfadhesive resin cements. *Eur. J. Oral. Sci.* 2010; 118(1):80-86.

MONTICELLI F, OSORIO R, MAZZITELLI C, FERRARI M, TOLEDANO M. Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements into dentin. *J. Dent. Res.* 2008; 87(10):974-979.

PANIGHI M, G'SELL C. Influence of calcium concentration on the dentin wettability by an adhesive. *J. Biomed. Mater. Res.* 1992; 26:1081–1089.

PAVAN S, SANTOS PH, BERGER S, BEDRAN-RUSSO AK. The effect of dentin pretreatment on the microtensile bond strength of selfadhesive resin cements. *J. Prosthet. Dent.* 2010; 104(4):258- 264.

PRATI C, CHERSONI S, PASHLEY DH. Effect of removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding. *Dent. Mater.* 1999; 15:323–331.

SANTOS MJ, BAPOO H, RIZKALLA AS, SANTOS GC. Effect of dentin-cleaning techniques on the shear bond strength of self-adhesive resin luting cement to dentin. *Oper. Dent.* 2011; 36(5):512-520.

TANOUE N, KOISHI Y, ATSUTA M, MATSUMURA H. Properties of dual-curable luting composites polymerized with single and dual curing modes. *J Oral. Rehabil.* 2003; 30:1015-1021.

TAY FR, PASHLEY DH, SUH BI, CARVALHO RM, ITTHAGARUNA A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J. Dent.* 2002; 30:371–382.

TOLEDANO M, OSORIO R, PERDIGAO J, ROSALES JI, THOMPSON JY, CABRERIZO-VILCHEZ MA. Influence of acid-etching and collagen removal on dentin wettability and roughness. *J. Biomed. Mater. Res.* 1999; 47:198–203.

VARGAS MA, COBB DS, ARMSTRONG SR. Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybrid layer. *Oper. Dent.* 1997; 22:159-166.

VIOTTI RG, KASAZ A, PENA AE, ALEXANDRE RS, ARRAIS CAG, REIS AF. Microtensile bond strength of new self-adhesive agents and conventional mutlstep systems. *J. Prosthet. Dent.* 2009; 102:306-312.

*Anexo*

---

UNIVERSIDADE FEDERAL DO  
CEARÁ/ PROPESQ



**PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP**

**DADOS DO PROJETO DE PESQUISA**

**Título da Pesquisa:** Efeito da desproteção dentinária na resistência de união de cimentos resinosos à dentina

**Pesquisador:** Lidiane Costa de Souza

**Área Temática:**

**Versão:** 1

**CAAE:** 14049013.3.0000.5054

**Instituição Proponente:** Universidade Federal do Ceará/ PROPESQ

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

**DADOS DO PARECER**

**Número do Parecer:** 339.789

**Data da Relatoria:** 25/04/2013

**Apresentação do Projeto:**

Trata-se de um estudo experimental, laboratorial, randomizado, cego, transversal onde serão cimentados em trinta e dois terceiros molares, após a remoção da porção de esmalte coronário e da porção radicular. Os dentes e os blocos de resina serão distribuídos nos seguintes grupos de acordo com a estratégia de cimentação utilizada: 1- RelyX ARC controle (de acordo com as instruções do fabricante); 2- RelyX ARC desproteção

(aplicação de ácido fosfórico a 37% + aplicação de NaOCl 5% por 2 min); 3- RelyX U200 controle (de acordo com as instruções do fabricante) 4- RelyX U200 desproteção (aplicação de ácido fosfórico a 37% + aplicação de NaOCl 5% por 2 min). Cada dente, após a cimentação, será submetido ao corte em cortadeira metalográfica pela técnica non-trimmed para a obtenção de palitos. Metade dos palitos de cada dente será testada

de forma imediata e metade será testada após 20.000 ciclos térmicos. Os espécimes serão submetidos ao teste de microtração para avaliar a resistência de união. O padrão de fratura será avaliado em lupa estereoscópica. Dois dentes a mais de cada grupo serão preparados para análise do padrão de nanoinfiltração por microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os valores de resistência dos espécimes testados serão agrupados por

grupo por meio de uma média aritmética. Será realizada uma análise de variância de medidas

Endereço: Rua Cel. Nunes de Melo, 1127

Bairro: Rodolfo Teófilo

CEP: 60.430-270

UF: CE

Município: FORTALEZA

Telefone: (85)3366-8344

Fax: (85)3223-2903

E-mail: comepe@ufc.br



Continuação do Parecer: 339.789

repetidas de 3 fatores (cimento vs. desproteção vs. termociclagem). O nível de significância será de  $p < 0.05$

**Objetivo da Pesquisa:**

objetivo primário: avaliar a ação da desproteção dentinária com NaOCl a 5% na interface de união formada por cimentos resinosos e dentina.

Objetivo secundário: Comparar a resistência de união de um cimento resinoso autoadesivo e de um cimento resinoso convencional aplicado à dentina desproteída e à dentina com manutenção de fibras colágenas.

- Comparar a resistência de união resina/dentina de um cimento resinoso autoadesivo e de um cimento resinoso convencional de forma imediata e após 20.000 ciclos térmicos.- Comparar a resistência de união resina/dentina de um cimento

resinoso autoadesivo e de um cimento resinoso convencional aplicados após a desproteção dentinária de forma imediata e após 20.000 ciclos térmicos.- Avaliar o padrão de fratura dos espécimes após o teste de resistência de microtração.- Analisar a noninfiltração da interface resina/dentina com ou sem a manutenção de colágeno, de forma imediata e após 20.000 ciclos térmicos através da microscopia eletrônica de varredura (MEV).- Determinar a quantidade de nitrato de prata presente nas interfaces resina/dentina utilizando um microscópio eletrônico de varredura de emissão de campo operada no modo de elétrons retroespalhados e uso de energia dispersiva de raios-X espectrometria (EDX).

**Avaliação dos Riscos e Benefícios:**

Riscos:

A pesquisa apresenta risco mínimo.

Benefícios:

A desproteção dentinária pode favorecer a maior longevidade das restaurações indiretas cimentadas com cimentos resinosos

**Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:**

Pesquisa relevante para a área odontologia, esta bem escrita e estruturada.

**Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:**

Todos os termos obrigatórios forma apresentados.

**Recomendações:**

não se aplica

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

Projeto aprovado s.m.j.

Endereço: Rua Cel. Nunes de Melo, 1127

Bairro: Rodolfo Teófilo

CEP: 60.430-270

UF: CE

Município: FORTALEZA

Telefone: (85)3366-8344

Fax: (85)3223-2903

E-mail: comepe@ufc.br

UNIVERSIDADE FEDERAL DO  
CEARÁ/ PROPEAQ



Continuação do Parecer: 339.789

**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Apreciação da CONEP:**

Não

**Considerações Finais a critério do CEP:**

FORTALEZA, 24 de Julho de 2013

---

**Assinador por:**  
**FERNANDO ANTONIO FROTA BEZERRA**  
**(Coordenador)**

**Endereço:** Rua Cel. Nunes de Melo, 1127

**Bairro:** Rodolfo Teófilo

**CEP:** 60.430-270

**UF:** CE

**Município:** FORTALEZA

**Telefone:** (85)3366-8344

**Fax:** (85)3223-2903

**E-mail:** comepe@ufc.br