

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
CENTRO INTEGRADO DE SAÚDE
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PPG – MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

GISELI CARVALHO DE PAULA

**"AVALIAÇÃO POR ESPECTROSCOPIA RAMAN DA UNIÃO DOS
MATERIAIS ADESIVOS À DENTINA UTILIZANDO DIGLUCONATO DE
CLOREXIDINA 2% PARA LIMPEZA CAVITÁRIA"**

Juiz de Fora
2015

GISELI CARVALHO DE PAULA

**AVALIAÇÃO POR ESPECTROSCOPIA RAMAN DA UNIÃO DOS
MATERIAIS ADESIVOS À DENTINA UTILIZANDO DIGLUCONATO DE
CLOREXIDINA 2% PARA LIMPEZA CAVITÁRIA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós - graduação em Clínica Odontológica, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Maria das Graças Afonso Miranda Chaves

Co-Orientadora: Prof^a. Dr^a. Marília Nalon Pereira

Juiz de Fora

2015

PAULA, G. C. Avaliação por Espectroscopia Raman da união dos materiais adesivos à dentina utilizando Digluconato de Clorexidina 2% para limpeza cavitária. Juiz de Fora (MG), 2015. 100f. Dissertação (Curso de Pós-Graduação *Stricto Sensu* – Mestrado em Clínica Odontológica). Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora (MG).

Giseli Carvalho de Paula

**AVALIAÇÃO POR ESPECTROSCOPIA RAMAN DA UNIÃO DOS
MATERIAIS ADESIVOS À DENTINA UTILIZANDO DIGLUCONATO DE
CLOREXIDINA 2% PARA LIMPEZA CAVITÁRIA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós - graduação em Clínica Odontológica, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre. Área de concentração: Clínica Odontológica

Aprovado em _____ de _____ de 2015, pela Banca Examinadora composta por:

Prof^a Dr^a Marília Nalon Pereira
Departamento de Dentística Restauradora
Faculdade de Odontologia/UFJF

Prof. Dr Luiz Fernando Cappa de Oliveira
Núcleo de Espectroscopia e Estrutura Molecular
Faculdade de Química/ UFJF

Prof. Dr. Henrique Nogueira Reis
Departamento de Prótese
Faculdade de Ciências Médicas e da Saúde de Juiz de Fora-Suprema

*Dedico este trabalho à minha família,
em especial ao meu pai e minha mãe
que, com enormes esforços pessoais
tudo fizeram para que eu pudesse
realizar o meus sonhos.*

AGRADECIMENTOS

Obrigada Meu Deus por nunca me desamparar, por estar comigo nos momentos seja de alegria ou de tristeza, por ser a minha motivação e esperança, e fazer-me perceber que sempre dias melhores virão. Obrigada também por ouvir minhas orações, por guiar-me e cuidar da minha família e dos meus amigos. Por me fazer feliz e colocar pessoas maravilhosas na minha vida... E desde já, agradeço-o por essa minha conquista!

Agradeço à minha mãe Mena, pessoa esta, que palavras não são suficientes para descrever seu amor, apoio e compreensão que muito me auxiliaram a realizar esta conquista. Com todo o amor de mãe ensinou-me a enfrentar o mundo de uma forma tão digna e me mostrou que um caminho embora não passe de um caminho, sempre deve ser trilhado e a decisão de continuar nele ou abandoná-lo deve ser livre de medo e ambição...

Ao meu "Papito" Adilson, este homem alegre e brincalhão, obrigada pelo amor desprendido a mim, pela força, pelo apoio, por me ensinar a viver. Foi ele que me disse não quando não podia, e me ensinou que tudo na vida tem limites, e que nem sempre podemos ter tudo o que queremos. Melhor ainda, me ensinou que não precisamos ter tudo o que queremos para sermos felizes. Somente posso retribuir tanto amor com o mesmo sentimento puro e verdadeiro. Fica aqui minha homenagem pelo exemplo de força, coragem, amor e carinho desde meu Pai herói...

Ao "Vovote" Galdino, meu querido vovô, que Deus me deu a bênção de tê-lo comigo, me dando muito amor, me passando experiências, fazendo-me muitíssimo feliz. Agradeço a Deus a cada momento que passamos JUNTOS...

Aos meus avós Nelo, Eurides e Jandira meus anjos que sei que estão lá de cima olhando por mim... Saudades.

Ao meu irmão Junior, por sempre se preocupar comigo, por acreditar e confiar em mim, além do seu companheirismo e dedicação... Eu o amo muito...

Ao Tadeu, pessoa que de forma muito especial e carinhosa me deu força e coragem, me apoiando em todos os momentos... Muito obrigada por me fazer tão feliz...

Ao Professor Luiz Fernando, Difícil mensurar minha enorme gratidão... seja pelo seu incansável e permanente encorajamento, pela disponibilidade dispensada em todas as situações, pelas suas sugestões que foram preciosas e fundamentais para a concretização deste projeto mas também pela incrível pessoa que ele é.

Ao professor Henrique pela sua simpatia, solicitude e disponibilidade em me ajudar nesta minha importante jornada.

Ao Nelson, pela atenção, pelo carinho, pelos ensinamentos e por sempre estar disposto a me ouvir e ajudar. Muito obrigada mesmo.

A todos os professores da Faculdade de Odontologia da UFJF, sobretudo a Professora Graça, por contribuir para meu aprendizado e pelo conhecimento transmitido...

A todos os meus primos, que sempre apoiaram e incentivaram as minhas decisões.

E a todos meus amigos em especial a Cristiane, que muito contribuíram para que eu chegasse até aqui.

Enfim a todos que direta ou indiretamente fizeram parte dessa história. Meu carinho e muito obrigada!

“Solidários, seremos união. Separados uns dos outros seremos pontos de vista. Juntos, alcançaremos a realização de nossos propósitos.”

Bezerra de Menezes

AGRADECIMENTO ESPECIAL

À professora, orientadora, amiga e mãe **Marília Nalon Pereira...** Pessoa extraordinária que Deus colocou em meu caminho... Obrigada por sempre estar pronta a me atender, pelo imenso carinho, pelas chamadas de atenção , pela amizade, respeito, e acima de tudo por sempre acreditar em minha capacidade.

A senhora está e sempre estará em um lugarzinho especial em meu coração!

Que Deus a abençoe sempre...

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	18
2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	21
2.1 Sistemas adesivos	21
2.1.2 Espectroscopia Raman e estrutura molecular de adesão.....	31
2.2 Hibridização nos tecidos dentais e <i>Smear layer</i>	44
2.3 Limpeza cavitária com Digluconato de Clorexidina 2%.....	51
3 PROPOSIÇÃO	67
4 METODOLOGIA.....	68
5 RESULTADOS	77
REFERÊNCIAS.....	92
ANEXO.....	99

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

BPDM	Bifenildimetacrilato
Bis-GMA	Bisfenol-A-glicidilmetacrilato
CHX	Digluconato de Clorexidina
CSEB	Clearfil SE Bond
CTSB	Bond Clearfil Tri S
cm ⁻¹	Centimetro recíproco
Er:YAG	<i>Erbium</i> : ítrio-alumínio- granada
Fator C	Fator de configuração
GPDM	Acido glicerofosfóricodimetacrilato
h	Hora
HEMA	Hidroxietilmetacrilato
NPG-GMA	N-fenilglicina e glicidil-metacrilato
Mpa	Mega Pascal
META/MMA	Metacriloxietil trimetil anidrido/ metil metacrilato
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
ml	Mililitro
mm	Milimetro
mm ²	Milimetro quadrados
MMA	Metilmetacrilato
MMP	Metaloproteinases

Nd:YAG	<i>Neodymium</i> : ítrio-aluminio- granada
nm	Nanometro
PMMA	Polimetilmetacrilato
s	Segundo
SB	Single-Bond
SMP	Scotchbond Multipurpose
°C	Grau Celsius
μm	Micrometro
%	Porcentagem

LISTA DE FIGURAS

FIGURA1- Descrição esquemática do diagrama de níveis dos.....	33
mecanismos de espalhamento energético.	
FIGURA 2- Espectro Raman de <i>T. coccínea</i>	35
FIGURA 3- Espectro Raman de <i>T. tagusensis</i>	36
FIGURA 4- Os espectros Raman de leite em pó comercial (A), adulterada.....	37
por amido em concentrações de 5% (B), 10% (C), e 20% (D)	
FIGURA 5- Espectros Raman das amostras de salsichas: A - salsicha de.....	38
peru light; B - salsicha mista; C - salsicha de frango.	
FIGURA 6- Comparação dos Espectros Raman das amostras de.....	39
salsichas: (-) Salsicha Mista, (-) Salsicha de Frango, (-) Salsicha de Peru light.	
FIGURA 7- Pré-molar com cavidade classe V.....	68
FIGURA 8- Sistema adesivo (Scotchbond Multi Purpose 3M/ESPE).....	71
FIGURA 9 - Aplicação de ácido fosfórico em forma de gel a 35%.....	71
FIGURA 10 - Aplicação de primer.....	72
FIGURA 11 - Aplicação do adesivo e fotopolimerização por 20s.....	72
FIGURA 12 - Restauração com resina composta fotopolimerizável.....	73
(Z350 - 3M/ESPE)	
FIGURA 13- Dente restaurado.....	73

FIGURA 14- Digluconato de Clorexidina 2%.....	74
FIGURA 15- Termocicladora.....	74
FIGURA 16 - Labcut 1010 Low Speed Diamond Saw.....	75
FIGURA 17- Espectrômetro FT-Raman, marca Bruker Optics®	76
FIGURA 18 - Espectro Raman da dentina humana.....	77
FIGURA 19 - Espectro Raman do adesivo Scotchbond Multi Purpose.....	78
3M/ESPE	
FIGURA 20 - Fotomicrografias das interfaces adesivo/dentina do Grupo 1.....	80
sem CHX.	
FIGURA 21- Fotomicrografias das interfaces adesivo/dentina do Grupo 2.....	80
com CHX81	
FIGURA 22– Espectros de 10 dentes com restauração de resina composta.....	81
sem aplicação de Digluconato de clorexidina a 2% como agente de limpeza cavitária.	
FIGURA 23 – Espectros de 10 dentes com restauração de resina.....	82
utilizando Digluconato de clorexidina a 2% como agente de limpeza cavitária	

LISTA DE QUADROS E TABELAS

TABELA 1- Modos de vibração de amido e soro de leite em pó.....	37
TABELA 2 - Tentativa de atribuição do espectro Raman de salsichas.....	39
TABELA 3 - Sistema adesivo dentinário e suas características de..... acordo com o fabricante	69
TABELA 4– Características da resina composta Z350.....	70
TABELA 5 – Vibrações moleculares no Raman da dentina humana.....	79
TABELA 6 - Vibrações no Raman do sistema adesivo Scotchbond Multi..... Purpose 3M/ESPE	79

PAULA, G. C. **AVALIAÇÃO POR ESPECTROSCOPIA RAMAN DA UNIÃO DOS MATERIAIS ADESIVOS À DENTINA UTILIZANDO DIGLUCONATO DE CLOREXIDINA 2% PARA LIMPEZA CAVITÁRIA. 2015. 100 f.** Dissertação (Curso de Pós-Graduação *Stricto Sensu* – Mestrado em Clínica Odontológica). Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora (MG).

RESUMO

Este estudo teve como propósito analisar o efeito da utilização de Digluconato de Clorexidina a 2% como agente de limpeza cavitária antes da aplicação do sistema adesivo convencional na difusão resinosa e no padrão de distribuição da matriz de colágeno na hibridização. Foram realizadas cavidades classe V nas faces vestibulares de vinte dentes pré-molares humanos hígidos que foram divididos em 2 grupos. No Grupo 1: os dentes foram tratados com o sistema adesivo convencional de acordo com as instruções do fabricante e o grupo 2: o Digluconato de Clorexidina 2% foi aplicado na superfície dentinária depois do condicionamento ácido, por 30 segundos e seco com um breve jato de ar. Cada dente foi restaurado com resina composta fotopolimerizável nanoparticulada. Os corpos de prova foram seccionados e as interfaces adesivo/resina foram analisadas por Espectroscopia Raman. As medidas de difusão dos componentes monoméricos e distribuição de colágeno foram avaliadas pelas bandas Raman de 1667 cm^{-1} ; 1273 cm^{-1} ; 1242 cm^{-1} ; 1720 cm^{-1} ; 1453 cm^{-1} . O gradiente de desmineralização usado na determinação da região de hibridização foi avaliado pela banda de 960 cm^{-1} da hidroxiapatita da dentina peritubular. De acordo com os resultados obtidos, a aplicação de Digluconato de Clorexidina favoreceu a reidratação da trama de fibras colágenas da dentina, reexpandindo-as melhorando a qualidade da camada híbrida.

Palavras-chave: Digluconato de Clorexidina, adesivo dentinário e resina composta.

ABSTRACT

This study aimed to analyze the effect of using Chlorhexidine Digluconate 2% as cavity cleaning agent before applying the conventional adhesive system to resinous dissemination and distribution pattern of the collagen matrix in the hybridization. Class V cavities were performed on the buccal surfaces of twenty premolars healthy human teeth were divided into 2 groups. Group 1: teeth were treated with conventional adhesive systems according to the manufacturers instructions and group 2: Chlorhexidine Digluconate 2% was applied to the dentin surface after etching for 30 seconds and dried with a brief jet air. Each tooth was restored with light-cured composite nanoparticle. The specimens were sectioned and adhesive / resin interfaces were analyzed by Raman Spectroscopy. Diffusion measurements of monomeric components and collagen distribution were evaluated by Raman bands 1667 cm^{-1} ; 1273 cm^{-1} ; 1242 cm^{-1} ; 1720 cm^{-1} ; 1453 cm^{-1} . The demineralization gradient used to determine the hybridization region was evaluated by the band of 960 cm^{-1} hydroxyapatite of peritubular dentin. According to the results obtained, the application of Chlorhexidine Digluconate favored the rehydration of the web of collagen fibers of the dentin, reexpanding them increasing the hybrid layer.

Keywords: Chlorhexidine Digluconate, microleakage and resin composite.

1 INTRODUÇÃO

As técnicas restauradoras contemporâneas são baseadas nas propriedades adesivas dos materiais resinosos. Buonocore, em 1956, introduziu a técnica de condicionamento da superfície do esmalte com ácido fosfórico, capaz de produzir microporosidades no esmalte e conseqüentemente a união de materiais resinosos a essa superfície. E, desde então, pesquisadores e indústrias tentam aprimorar o selamento e a capacidade dos adesivos odontológicos (PERDIGÃO e RITTER, 2003). Vários sistemas adesivos podem ser encontrados no mercado e são classificados de acordo com a interação do adesivo ao substrato dentário e ao número de passos (TERUYA e CORRÊA, 2001).

A primeira geração de adesivos amelodentinários uniu à dentina e ao esmalte por quelação com o cálcio, mas foi insuficiente para resistir à alta contração de polimerização e ao elevado coeficiente de expansão térmica (BUONOCORE et al., 1956). Nos adesivos de segunda geração a ligação à dentina não foi suficientemente forte para resistir à hidrólise intraoral, e os valores de resistência adesiva permaneceram baixos e associados à uma considerável microinfiltração (ADA, 1987). A terceira geração, trouxe consigo uma melhoria da resistência adesiva, no entanto, a adesão à camada de resíduos depositados na superfície dentinária durante o preparo cavitário chamada de lama dentinária ou *smear layer*, continuou fraca e inconsistente (RETIEF et al., 1991).

Já nos sistemas adesivos de 4ª e 5ª gerações o condicionamento ácido teve por objetivo a remoção total da *smear layer* produzida durante o preparo cavitário, pois esta promoveu um elo de ligação fraco entre o substrato dentinário e o material restaurador (CARVALHO, 1998).

A Dentística Restauradora teve grande evolução, mas, ainda encontra limitações no que se refere ao vedamento marginal das restaurações. A pesquisa por um material que promova vedamento ideal é tema de diversos estudos, pois essa propriedade é uma das grandes responsáveis pelo sucesso clínico de uma restauração estética (MUNCK et al., 2005).

Dentro deste cenário, a adesão ao substrato dentinário sempre foi mais crítica quando comparada ao esmalte. Isso se deve, em parte, à composição aquosa, à permeabilidade variável própria do tecido dentinário, às características hidrofóbicas dos monômeros resinosos e às alterações fisiológicas a que esse substrato está sujeito que pode acarretar uma persistência de remanescentes bacterianos nas paredes cavitárias, mesmo após a remoção total do tecido cariado (CARVALHO, 1998).

Assim, vários autores recomendam o uso de soluções de limpeza cavitária após o preparo da cavidade ou uso de materiais restauradores que possam inibir a microinfiltração marginal (FRANCISCHONE et al., 1984; CAVALCANTE et al., 2012).

O Digluconato de Clorexidina 2% (CHX) representa um agente de limpeza promissor, por sua capacidade de reduzir, de forma significativa, os níveis bucais de microrganismos (CAVALCANTE et al., 2012). E, mesmo quando utilizada por segundos em superfície dentinária, é capaz de retardar a degradação das interfaces adesivas e reexpandir a trama colágena, favorecendo a adesão e aumentando a longevidade da camada híbrida (MOHAMMADI e ABBOT, 2009).

Portanto um estudo mais detalhado poderia comprovar a eficiência destes materiais quanto às características da camada híbrida instalada neste tipo de procedimento utilizando a Espectroscopia Raman que é uma técnica não destrutiva que fornece informações sobre moléculas químicas e as estruturas presente na

camada híbrida dos corpos de prova já que suas moléculas apresentam modos de vibração bem definidos com energias características. Deste modo é possível identificar as estruturas químicas presentes na camada híbrida através de espectros da mesma (SUZUKI et al., 1991).

A partir dessas evidências, este estudo destinou-se verificar a efetividade do entrelaçamento micromecânico, da estrutura mista de matriz colágena envolvida pela resina chamada camada híbrida após a aplicação de solução de Digluconato de Clorexidina a 2%.

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2. 1 Sistemas adesivos

Os adesivos de primeira geração surgiram na década de 50 e 60 e foram baseados em cianoacrilatos, poliuretanos, na molécula de GPDM (ácido glicerofosfóricodimetacrilato) e na molécula de NPG-GMA (N-fenilglicina e glicidilmetacrilato). Os cianoacrilatos são polímeros de baixo peso molecular, que foram usados como finas películas para promover a adesão ao esmalte, ao passo que os poliuretanos foram usados como veículos de aplicação de flúor e aderiam ao conteúdo inorgânico do esmalte através de reações químicas com os grupos livres de isocianeto. A molécula de GPDM também revelou alguma capacidade para aderir ao cálcio da hidroxiapatita, numa reação mediada por grupos de fosfatos ativos e a molécula de NPG-GMA em uma molécula bifuncional em que uma das extremidades se ligava à dentina e a outra polimerizava com a resina composta. A primeira geração de adesivos amelodentinários uniu à dentina e ao esmalte por quelação com íons cálcio. As suas limitações foram dificuldades inerentes à manipulação clínica, instabilidade, decomposição por hidrólise intraoral e baixas forças adesivas, insuficientes para resistir à alta contração de polimerização e ao elevado coeficiente de expansão térmica das resinas acrílicas restauradoras usadas nesse período (BUONOCORE et al., 1956).

Os adesivos de segunda geração surgiram no final da década de 70. A principal modificação foi a introdução de ésteres de fosfato de resinas sem carga derivadas do metacrilato, como o Bis-GMA (bisfenol-A-glicidilmetacrilato) e o HEMA (hidroxietilmetacrilato), que apareceram em substituição do dimetacrilato, mas que

mantiveram a capacidade para se ligarem ao cálcio da estrutura dentária. O desenvolvimento da molécula de Bis-GMA (que reúne uma resina dimetacrilato e um agente de união à base de silano) foi um grande avanço, ao melhorar a adesão entre as partículas de carga e a matriz orgânica. Esta segunda geração de adesivos requeria a presença da *smear layer*, que consiste numa camada amorfa, não estruturada, originada pela instrumentação dos tecidos dentários e composta por resíduos de dentina, bactérias e constituintes salivares. O seu mecanismo de adesão baseou-se na ligação iônica entre os grupos fosforilados da resina e o cálcio presente na *smear layer*. No entanto, a ligação à dentina não foi suficientemente forte para resistir à hidrólise intraoral, e os valores de resistência adesiva permaneceram baixos e associados a uma considerável microinfiltração. A principal razão para o mau desempenho destes adesivos foi o fato de se basearem na adesão direta à *smear layer*, deixando-a intacta. A resistência adesiva destes sistemas ficou assim limitada à resistência coesiva da própria *smear layer* ou à adesão desta à dentina subjacente, ambas com valores muito baixos de resistência adesiva, na ordem dos 6 a 7 Mpa (ADA, 1987).

Na terceira geração, foi realizado pela primeira vez o condicionamento ácido da dentina, com o objetivo de modificar ou remover parcialmente a *smear layer*. Os procedimentos de adesão envolveram a aplicação do condicionador dentinário - os condicionadores desta geração incluíram agentes quelantes, como o HEMA, ou ácidos fracos, como o ácido cítrico, nítrico, maleico, oxálico ou fosfórico em baixas concentrações, com o objetivo de abrir parcialmente os túbulos dentinários e aumentar a permeabilidade da *smear layer*, permitindo a penetração da resina na dentina subjacente; aplicação do *primer* (agente promotor da adesão à dentina) e aplicação do agente adesivo, tipicamente uma resina sem carga.

O *primer* consistia numa molécula bifuncional, possuindo por um lado monômeros hidrofílicos, como o BPDM (bifenildimetacrilato), com afinidade para as fibrilas de colágeno expostas e por isso se infiltravam na *smear layer* modificando-a e, por outro lado, possuindo grupos hidrófobos, que se ligavam quimicamente à resina adesiva. Estas propriedades do *primer* permitiram que este criasse uma interligação micromecânica com a dentina, em oposição à adesão puramente química, presente nas gerações anteriores. Possivelmente por este motivo, esta geração trouxe consigo uma melhoria da resistência adesiva 18 a 20Mpa. No entanto, a adesão à *smear layer* continuou fraca e inconsistente. As primeiras três gerações de adesivos basearam-se no uso de grupos ácidos, para reagir com o cálcio, e de grupos metacrilatos, para copolimerizar com a resina. A adesão fundamentou-se na modificação da *smear layer*, com base no conceito de que esta camada constituía uma barreira de proteção natural para a polpa. A interação dos adesivos com a dentina foi superficial e era necessário o condicionamento do esmalte com um ácido forte, num passo clínico separado (RETIEF et al., 1991).

Alguns sistemas adesivos apresentam em sua composição a adição de partículas inorgânicas de tamanho nanométrico com a finalidade de melhorar suas propriedades mecânicas, sendo a sílica a mais utilizada. As partículas de carga foram introduzidas para reduzir as tensões provenientes da contração de polimerização da resina composta, amenizando assim a formação de fendas e defeitos na camada híbrida. Isso ocorre porque quanto maior é a quantidade de cargas inorgânicas, menor é a contração de polimerização. Teoricamente, as partículas de carga deveriam penetrar em toda a extensão dentinária desmineralizada a fim de reforçar a camada híbrida já que o espaço interfibrilar apresenta dimensão próximo de 20 nm (SWIFT et al., 1996).

Os sistemas adesivos de 4^a e 5^a gerações, também conhecidos como convencionais, preconizam o condicionamento ácido total de esmalte e dentina, separadamente dos outros passos operatórios. Dentro deste cenário, a adesão ao substrato dentinário sempre foi mais crítica quando comparada ao esmalte. Isso se deve, em parte, à composição aquosa e a permeabilidade variável própria do tecido dentinário, às características hidrofóbicas dos monômeros resinosos e às alterações fisiológicas a que esse substrato está sujeito. No esmalte dental, o condicionamento ácido promove a desmineralização seletiva dos prismas, resultando em microporos que aumentam a energia livre de superfície e permitem o máximo molhamento desse tecido, promovendo microretenção mecânica do material adesivo. Na dentina, o condicionamento ácido tem por objetivo a remoção total da *smear layer*, camada de esfregaço produzida durante o preparo cavitário, pois esta promove um elo de ligação fraco entre o substrato dentinário e o material restaurador (CARVALHO,1998).

Os sistemas adesivos atuais compõem-se de um conjunto de materiais que, aplicados de forma seqüencial, promovem a adesão à dentina e ao esmalte dental simultaneamente, a saber: 1: agente condicionador - substância de natureza ácida; 2: *primer* - substância hidrofílica que torna a superfície mais receptiva à adesão, aumentando a capacidade de umedecimento da superfície dentinária; 3: adesivo-substância hidrofóbica também chamada resina fluida ou *bond*, que liga o complexo esmalte/dentina condicionados e *primer* à resina composta. Podem apresentar os três componentes separados ou associados entre si, o que determinará sua aplicação em 1, 2 ou 3 passos (TERUYA e CORRÊA, 2001).

Youssef et al. (2001) afirmaram que a adição de carga no adesivo aumenta sua viscosidade e diminui seu escoamento, além de produzir uma camada híbrida mais espessa, capaz de absorver a tensão de contração da resina composta. Tendo em vista algumas contra-indicações desta espessura, alguns fabricantes começaram a produzir adesivos com nanocarga, ou seja, partículas de tamanho diminuto, que comparando a resistência de microtração dentinária de dois sistemas adesivos particulados e um sem carga, houve diferenças estatisticamente significantes entre estes adesivos, com maior resistência de união para os primeiros.

A maior parte dos procedimentos restauradores abrange, além do esmalte dental, a dentina, que é morfológica e fisiologicamente mais dinâmica que o esmalte. Estas diferenças levaram ao desenvolvimento das várias gerações de adesivos dentais até os sistemas atualmente disponíveis, que utilizam o condicionamento ácido total do esmalte e dentina. Este fato tornou possível a execução de restaurações mais estéticas, com melhor selamento marginal, resistência e maior longevidade que aquelas realizadas com os sistemas adesivos das gerações anteriores. Recentemente foram introduzidos no mercado os adesivos autocondicionantes, capazes de atuar ao mesmo tempo como condicionadores de esmalte/dentina e como *primers*, não havendo a etapa de lavagem. Desta forma, a *smear layer* e a hidroxiapatita dissolvidas pelo adesivo ficam incorporadas a ele (GARONE FILHO, 2002).

O sistema adesivo de 4ª geração (multi-frascos) ou convencional apresentam os três componentes separados, ácido, *primer* e adesivo, sendo empregados em 3 passos. Esses adesivos foram considerados pelos fabricantes como a evolução dos seus próprios materiais, já que apresentavam resistência de união mais elevada e confiável. Isto pode ser explicado pela introdução do condicionamento ácido total

que remove a *smear layer*, o que não ocorria nos sistemas adesivos das gerações anteriores. Estudos sugerem que o estresse desenvolvido pelos materiais restauradores durante a fotopolimerização excedem a força adesiva da *smear layer* à dentina, além do fato desta camada ser úmida, o que diminui de forma expressiva a capacidade de espalhamento do adesivo sobre ela. Estes adesivos alcançaram valores de adesão à dentina entre 15 a 30 MPa em diferentes tipos de ensaios mecânicos e são empregados com ótimos resultados clínicos (GARONE NETTO, 2003).

Visando diminuir um passo clínico e minimizar possíveis erros da técnica, os fabricantes desenvolveram os adesivos de 5ª geração ao unirem o *primer* e o *bond* em um único frasco. São empregados em 2 passos, ou seja, condicionamento ácido e aplicação do *primer/bond*. Inúmeros sistemas adesivos de frasco único têm sido lançados no mercado, atraindo a atenção dos profissionais, pois a facilidade de uso e rapidez de aplicação são fatores importantes na seleção do material. A simplificação da técnica é desejada como um recurso extra na odontologia, especialmente na odontopediatria, considerando-se que, nesta especialidade, o tratamento deve ser o mais curto e o menos traumático possível. Esses sistemas são constituídos de monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos dissolvidos em um solvente orgânico do tipo acetona ou etanol, onde o monômero HEMA (hidrofílico) é um dos principais componentes, na maioria dos casos. Os solventes orgânicos, altamente voláteis, dissolvem os monômeros hidrofílicos do *primer* e os conduzem até um íntimo contato com as fibras colágenas expostas, resultando em um entrelaçamento micromecânico, que forma uma estrutura mista de matriz colágena envolvida pela resina e alguns cristais remanescentes de hidroxiapatita, formando a camada híbrida (PERDIGÃO e RITTER, 2003).

A revisão da literatura mostra que as gerações mais recentes de sistemas adesivos não representam as gerações com melhor desempenho. Neste sentido, a classificação dos adesivos por gerações, apesar de comercialmente atraentes, irá necessitar de constantes atualizações e pode induzir o clínico em erro, uma vez que não traz necessariamente uma vantagem face à geração anterior. Na realidade, os sistemas convencionais de quarta geração ainda são os que asseguram a adesão ao esmalte mais estável, previsível, consistente e eficaz, representando o Padrão Ouro (*gold standard*) dos adesivos contemporâneos. Este fato encontra-se bem sustentado num trabalho de revisão sistematizada da literatura que menciona, para os adesivos de quarta geração, uma taxa média de falha anual na ordem dos 4,8%. A superioridade desta classe de adesivos deve-se à excelente interligação com o esmalte, resultante de um padrão de condicionamento muito retentivo e que por sua vez é acompanhado por uma boa hibridização da dentina (PEUMANS et al., 2005).

O estudo realizado por Haj-Ali et al. (2006) compararam as características da interface adesivo/dentina afetada por cárie e dentina saudável. As secções destas interfaces de cada metade dos dentes foram coradas pelo tricromo de *Goldner*, e visualizados em microscopia óptica. A largura do colágeno exposto foi medida diretamente sobre as fotomicrografias, e a penetração resinosa foi analisada qualitativamente. O grau e extensão com o qual o adesivo encapsulou a matriz dentinária desmineralizada foram refletidos pela diferença da cor dos espécimes da interface corados. Segundo os autores, as características morfológicas das interfaces adesivo/dentina de dentes cariados, sugeriram um aumento na zona de colágeno exposto e uma diminuição na qualidade da infiltração resinosa, comparada a dentina não cariada. As evidências sugeriram que as características do substrato dentinário têm um significativo efeito na estrutura da interface adesivo/dentina.

Os adesivos convencionais apresentam etapas críticas durante a realização da técnica, como o sobrecondicionamento ácido e a secagem excessiva após a lavagem, acarretando o colapso da rede colágena, impedindo a completa difusão dos monômeros por entre as fibrilas e, conseqüentemente, levando a falhas na hibridização. Essa sensibilidade técnica inerente desses sistemas adesivos está intimamente relacionada à sensibilidade pós-operatória devido ao comprometimento da qualidade da camada híbrida formada, o que proporciona um aumento da microinfiltração e irritação pulpar (CUNHA et al., 2007).

Loguercio et al. (2007) mostraram que dos adesivos de 5ª geração apresentam força de união pouco inferior à obtida com os adesivos de 4ª geração, visto que a penetração do agente de união na dentina não é tão eficaz favorecendo a microinfiltração marginal. Seguindo essas tendências, os sistemas adesivos sofreram, ao longo das últimas décadas, importantes modificações em suas formulações com o intuito de simplificar a técnica de aplicação. As versões mais simplificadas destes produtos tornaram-se mais atrativas do ponto de vista de aplicabilidade clínica. O grande questionamento é saber se estas versões mais simplificadas possuem uma adesão confiável e duradoura tanto em esmalte quanto em dentina. Para atestar a eficácia destes sistemas adesivos, estudos laboratoriais e, principalmente clínicos, são de suma importância porque conduzem a respostas concretas para indicar em qual situação clínica se pode utilizar cada adesivo. Nos estudos clínicos, as lesões cervicais não cariosas são utilizadas por serem cavidades completamente expulsivas e a perda de uma restauração será exclusivamente por falha de adesão do material empregado.

Amaral et al. (2013) avaliaram o desempenho clínico de restaurações de lesões cervicais não cariosas no período de seis meses utilizando versões de

sistema adesivo convencional comparando com um sistema adesivo autocondicionante. Assim, foram restaurados 32 dentes com um sistema convencional (Grupo Controle) e 31 com um sistema adesivo autocondicionante de passo único *Adper Easy One*® (Grupo Teste). As restaurações foram avaliadas segundo os critérios USPHS modificados (*United States Public Health Service*), nos períodos imediato (baseline) e após seis meses. Dentro das limitações dessa pesquisa, pode-se constatar que apesar de estudos laboratoriais prévios demonstrarem eficácia do sistema adesivo autocondicionante *Adper Easy One*®, isso não foi observado clinicamente. Dessa forma, o sistema simplificado convencional *Single Bond*® demonstrou melhor desempenho clínico, com um maior número de restaurações aderidas em boas condições clínicas no período de seis meses.

Reis et al. (2014) avaliaram a influência de diferentes tratamentos em esmalte na resistência de união com a resina composta. Foram utilizados 30 dentes bovinos seccionados e mantido o esmalte vestibular, apenas padronizado com lixa 600 em politriz circular. Todas as coroas foram incluídas em resina acrílica e divididas em dois grupos. O Grupo A: controle (n=6), não sofreu desmineralização, e o Grupo B: (n=24) foi submetido a tratamento desmineralizador (permaneceram imersos em solução desmineralizadora de ácido cítrico a 2,5% e subdividido em 4 subgrupos, sendo: Grupo B1: sem tratamento remineralizador; Grupo B2: imerso durante 8 semanas em saliva artificial; Grupo B3: imerso em solução de fluoreto de sódio 0,05% durante 1 minuto diariamente e em saliva artificial por 8 semanas; Grupo B4: infiltrado com material resinoso (*Icon*®–DMG). Sobre as diferentes superfícies de esmalte, foi aplicado sistema adesivo *Adper Single Bond 2* (3M-ESPE) de acordo com a indicação do fabricante e inserida a resina composta *Filtek Z350* (3M-Espe). Os corpos de prova foram submetidos a desgaste termomecânico,

seccionados em palitos com dimensões aproximadas de 1mm² e submetidos ao teste de microtração. Os dados obtidos foram submetidos à ANOVA e ao Teste de Tukey ($\alpha= 5\%$). As médias em Mpa foram: Grupo Controle: 28,70; Grupo B1: 29,91; Grupo B2: 29,03; Grupo B3: 29,81 e Grupo B4: 29,72. Concluíram que não houve diferença significativa entre os grupos com diferentes tratamentos para o esmalte.

O objetivo desse estudo foi avaliar o desempenho clínico de 90 restaurações, realizadas em lesões cervicais não cariosas, após 12 e 24 meses de suas realizações. Foram formados 3 grupos de estudo com 30 dentes cada. Os dentes pertencentes ao G1 receberam, após o condicionamento com ácido fosfórico 35% em esmalte e dentina, o sistema adesivo convencional Peak LC Bond (Ultradent); os do G2 receberam aplicação do sistema adesivo autocondicionante Clearfil Protect Bond (Kuraray); os do G3, previamente à aplicação do sistema adesivo autocondicionante Clearfil Protect Bond, receberam o condicionamento com ácido fosfórico apenas em esmalte. Todos os dentes foram restaurados com a resina composta Amelogen Plus (Ultradent). Dois examinadores devidamente calibrados realizaram as análises clínicas, nos tempos iniciais de 12 e 24 meses de suas realizações. Foram considerados os fatores retenção, adaptação marginal, descoloração marginal, presença de lesão de cárie e sensibilidade. Aos 12 e 24 meses de análise clínica e clínica/digital não foram observadas diferenças estatisticamente significativas nos fatores analisados entre os grupos de estudo. A sensibilidade dental diminuiu significativamente e foi totalmente eliminada aos 12 e 24 meses de análise clínica, respectivamente. De acordo com as análises clínicas, as restaurações de lesões cervicais não cariosas realizadas com os sistemas adesivos, convencional e autocondicionante, apresentaram comportamento clínico satisfatório e semelhante, aos 12 e 24 meses de análise (PAVANI et al, 2014).

2.1.2 Espectroscopia Raman e estrutura molecular de adesão

Para Oliveira (2001) pode-se, em termos genéricos, definir espectroscopia como a interação de qualquer tipo de radiação eletromagnética com a matéria. Quando a radiação eletromagnética incide sobre a matéria ou uma molécula química qualquer, pode então ocorrer uma transição entre estados energéticos. De acordo com o valor de energia da radiação eletromagnética, as transições entre os estados ocorrem diferenciadamente, e pode-se dividi-las em vários tipos, dos quais as principais são as transições eletrônicas, vibracionais e rotacionais e ainda as translacionais. A energia da interação entre radiação eletromagnética e matéria nem sempre será absorvida; muitas vezes ela pode ser espalhada. Isso quer dizer que quando um fóton de determinado comprimento de onda atinge a matéria, ele poderá ser espalhado, desde que não seja absorvido. Se esse fóton for espalhado com o mesmo valor de comprimento de onda, ou seja, se a energia do fóton for a mesma antes e depois da interação com a matéria, teremos o chamado espalhamento elástico, no qual o princípio da conservação de energia é restritamente seguido, ou seja, a energia do fóton é a mesma antes e depois da interação com a matéria. Entretanto, existirão casos em que a energia desse fóton não será a mesma, e este fato explica a existência do chamado efeito Raman. Quando a radiação atinge um composto químico e essa radiação não é absorvida, ela pode passar direto pela matéria (ou seja, não vai interagir com a mesma) ou então ser espalhada. Um espectro é registro dessa interação e uma espécie de impressão digital de um composto químico, uma vez que cada composto difere de outro em função da composição química, ou seja, de diferentes átomos que o formam, e também da geometria molecular. Dessa forma, a análise do espectro permite dizer qual é a molécula em questão e a análise do processo de interação entre radiação

eletromagnética e a matéria. Um equipamento que obtém o registro das bandas do espectro vibracional é um espectrômetro.

A radiação espalhada pelas moléculas contém fótons com a mesma frequência da radiação incidente, mas pode conter também um pequeno número de fótons com a frequência alterada ou deslocada. O processo espectroscópico da medida destes fótons deslocados foi chamado de Espectroscopia Raman. Na espectroscopia Raman, uma amostra é irradiada com uma fonte de luz monocromática (normalmente um laser). Neste processo, a maior parte da radiação será espalhada da amostra no mesmo comprimento de onda da radiação laser incidente (espalhamento elástico ou *Rayleigh*). Entretanto, uma pequena fração da luz incidente, aproximadamente um fóton em um milhão (0,0001%), será espalhado da amostra inelasticamente e, portanto, com um comprimento de onda maior (*anti-Stokes*) ou menor (*Stokes*) do que o comprimento de onda original do laser (espalhamento Raman). Este processo de espalhamento inelástico da luz é conhecido como efeito Raman (SALA, 1995).

As bandas Raman resultantes fornecem a “impressão digital” de cada componente químico da amostra, que for Raman ativo. Tendo em vista que a energia luminosa é proporcional à frequência, a mudança de frequência dessa luz espalhada deve ser igual à frequência vibracional do espalhamento das moléculas. Classicamente, podemos entender a vibração molecular, considerando um sistema massa – mola, no qual, a frequência de vibração de duas moléculas de massa m_1 e m_2 ligados por uma força constante K , é inversamente proporcional a massa

reduzida do sistema, ou seja,
$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$
 onde μ , é a massa reduzida definida por

$$\mu = \frac{m_1 + m_2}{m_1 m_2}$$

. A partir do ponto de vista do nível de energia, o processo de espalhamento Raman pode ser visto como uma transição da molécula de um estado fundamental para um estado vibracional excitado, acompanhado pela absorção simultânea de um fóton incidente e da emissão de um fóton espalhado (Figura 1). O estado fundamental da vibração molecular corresponde a uma molécula parada, com energia E_0 (nível fundamental). O outro nível corresponde à energia E_1 que a molécula tem quando está vibrando em um de seus modos normais. Para que isso aconteça, é necessário que a molécula receba uma energia E_f . Quando o fóton incidente tem uma energia E_f muito maior que a energia E_1 do modo normal, a molécula é excitada para um estado cuja energia E_V é muito maior que a energia E_1 do modo de vibração. Esses estados excitados são muito instáveis e a molécula rapidamente cai para estados de menor energia. A molécula pode, por exemplo, voltar ao estado fundamental (0), reemitindo um fóton com a mesma energia do fóton incidente. O fóton incidente foi espalhado (E_s), sem perder sua energia inicial (espalhamento *Rayleigh*).

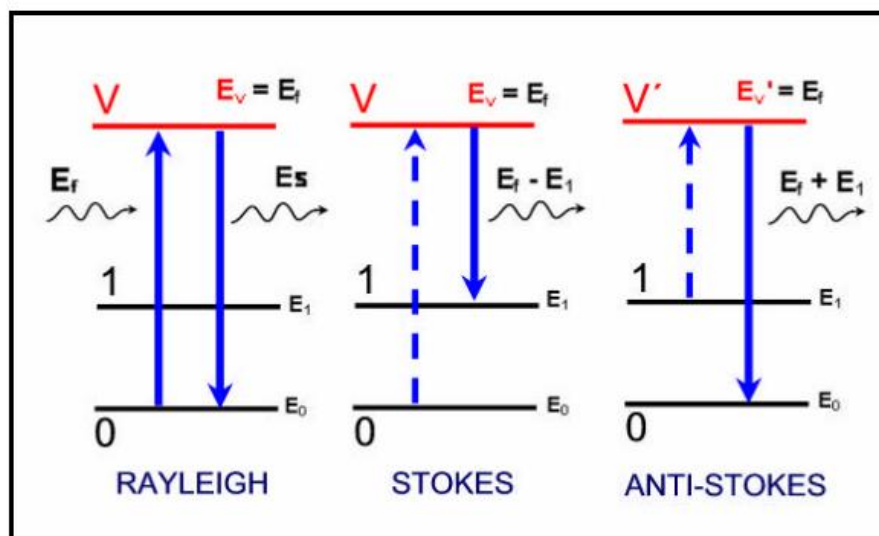


Figura 1- Descrição esquemática do diagrama de níveis dos mecanismos de espalhamento energético.

Entretanto, em alguns casos, a molécula não retorna ao estado fundamental. Depois de decair, ela permanece no estado vibracional (1), com energia E_1 . Nesse caso, o fóton que é reemitido terá sua energia diminuída para $E_f - E_1$ (espalhamento inelástico Raman *Stokes*). De outra maneira, a molécula pode já estar vibrando com energia E_1 , quando o fóton incide sobre ela, levando-a a uma energia mais alta $E_{V'}$. Desse estado vibracional (V'), a molécula decai para o estado fundamental (0) e um fóton de energia $E_f + E_1$ é emitido com ganho de energia (espalhamento inelástico Raman anti-*Stokes*). Portanto, o processo Raman pode produzir fóton com energia maior ou menor que a energia do fóton incidente. A luz Raman espalhada é coletada por um espectrômetro e mostrada como um “espectro”, no qual sua intensidade é dada como uma função da sua mudança de frequência. Visto que cada espécie molecular possui sua banda vibracional molecular, o espectro Raman de uma substância em particular irá consistir de uma série de picos ou “bandas”, cada uma deslocada por uma das frequências vibracionais características daquela molécula (HANLON et al., 2000).

A Espectroscopia Raman mostra ilimitadas possibilidades de análises em diferentes substâncias orgânicas e inorgânicas. Em seu eixo das abscissas, a diferença entre o número de onda da radiação incidente e espalhada - chamada de deslocamento Raman - cuja unidade é convencionalmente expressa em unidades de inverso de centímetros cm^{-1} . No eixo das ordenadas aparece a intensidade espectral, usualmente representada em unidades arbitrárias (u.a.) dependentes de parâmetros experimentais (Rodrigues, 2004).

Maia et al. (2014) realizaram um estudo *in situ* por Espectroscopia Raman para a identificação das substâncias presentes nos tecidos dos corais *Tubastraea*

coccinea e *T. tagusensis*. As análises espectrais dos extratos brutos das duas espécies de corais revelaram que um conjunto de bandas pertencem a duas substâncias distintas, (Figuras 2 e 3), o carotenoide astaxantina identificado através das bandas em 1510 (C=C); 1159 (C-C) e 1005 cm^{-1} (C-CH₃), e o alcaloide indólico derivado da aplisinopsina com bandas em 1665; 1620; 1574; 1510; 1452; 1441; 1396; 1338; 1158; 1014 cm^{-1} . Então, sobre a composição química dos corais *T. coccinea*, *T. tagusensis* demonstraram que as espécies de corais produzem os pigmentos astaxantina e alcaloides indólicos derivados da aplisinopsina os quais são igualmente conhecidos por serem antioxidantes eficazes.

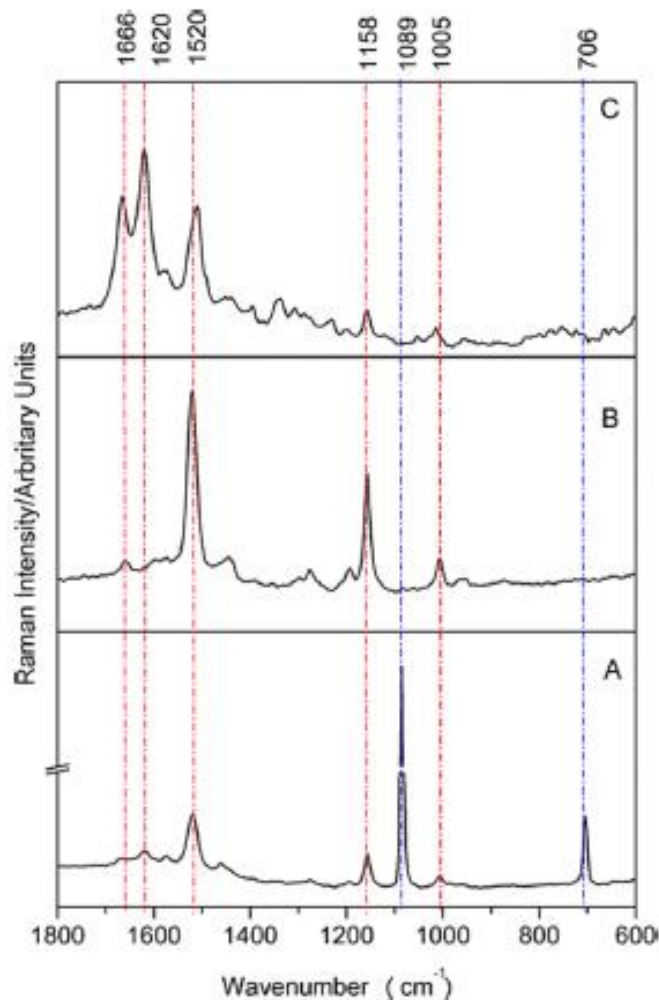


Figura 2- Espectro Raman de *T. coccínea*

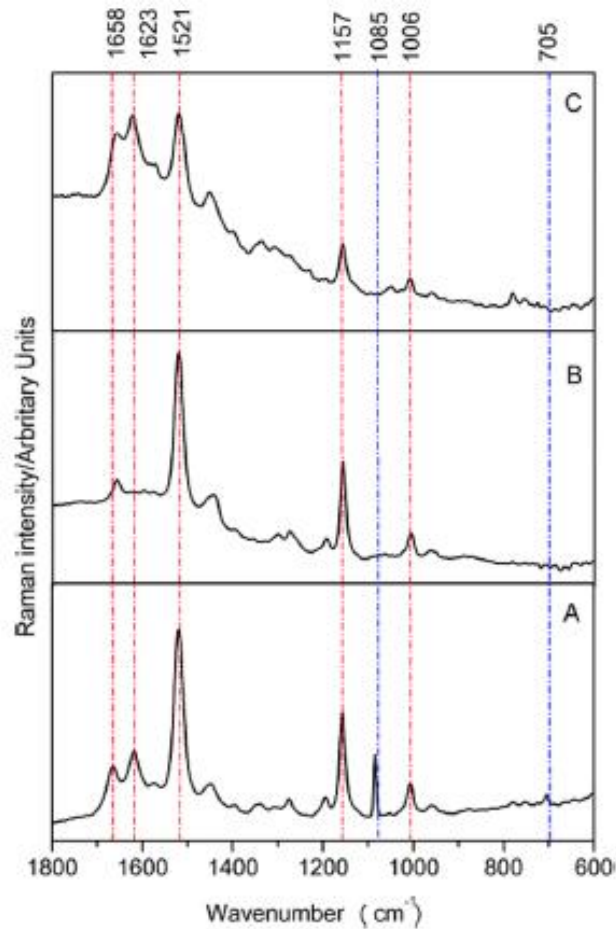


Figura 3- Espectro Raman de *T. tagusensis*

No trabalho de Almeida et al. (2012) a Espectroscopia de FT-Raman é explorada como uma técnica para a avaliação da qualidade do leite em pó. Com base em informações fornecidas pelos espectros Raman de amostras de leite em pó adulteradas com amido e soro de leite, para identificar a fraude. A Figura 4 mostra o espectro de Raman de leite em pó e amostras adulteradas por amido em concentrações de 5%; 10% e 20%. Enquanto a Tabela 1 apresenta os principais modos de vibração destes produtos empregados como adulterantes em leite em pó. Soro de leite em pó é constituído por uma mistura de lactose e proteínas; devido a uma grande quantidade deste dissacarídeo, o espectro de Raman de soro de leite é marcado por bandas características de hidratos de carbono. As principais bandas

intensas estão localizadas em 2978; 2888; 1087; 1659 e 850 cm^{-1} . Modificações nestas regiões do espectro de leite pó indicam um teor mais elevado de lactose que pode ser associada com a presença de soro de leite.

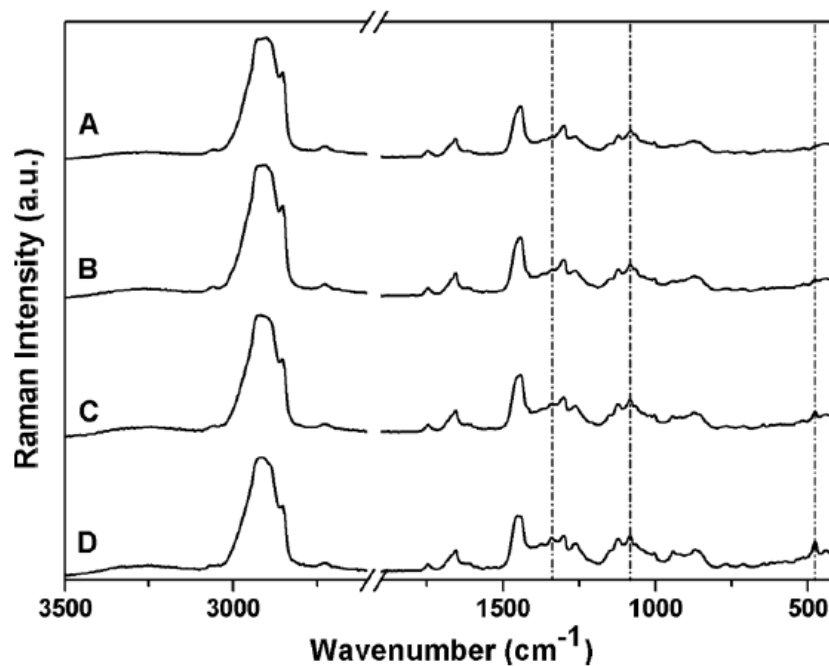


Figura 4- Os espectros Raman de leite em pó comercial (A), adulterada por amido em concentrações de 5% (B), 10% (C), e 20% (D).

Whey powder	Starch	Assignment
2980–2880	2910	$\nu(\text{C-H})$
1659		$\nu(\text{C=O})$ Amide I
1457	1460	$\delta(\text{C-H})$
	1384	$\delta(\text{C-O-H})$
1335	1343	$\nu(\text{C-O}) + \delta(\text{C-O-H})$
1262	1266	$\tau(\text{CH}_2)$
1120–1087	1129–1050	$\nu(\text{C-O}) + \nu(\text{C-C}) + \delta(\text{C-O-H})$
950–850	940–860	$\nu(\text{C-O-C}) + \delta(\text{C-O-H}) + \nu(\text{C-O})$
477	477	$\delta(\text{C-C-C}) + \delta(\text{C-C-O})$

Tabela 1- Modos de vibração de amido e soro de leite em pó.

A salsicha é considerada um produto escaldado ou cozido emulsionado. Os produtos emulsionados são compostos de tecido muscular, gordura, água, sais e condimentos que mediante tratamento térmico adquirem consistência sólida. Na elaboração destes produtos, esses materiais são cominuídos e misturados, formando uma massa que possui características de emulsão de óleo em água. Os espectros Raman obtidos para as salsichas são apresentados na figura 5. A partir das bandas observadas, é possível determinar a composição química dos vários tipos de salsichas. A figura 6 apresenta uma comparação dos espectros Raman das amostras. Observa-se uma grande diferença de intensidade entre as amostras de salsicha. A tabela 2 apresenta uma tentativa de atribuição das bandas dos modos vibracionais.

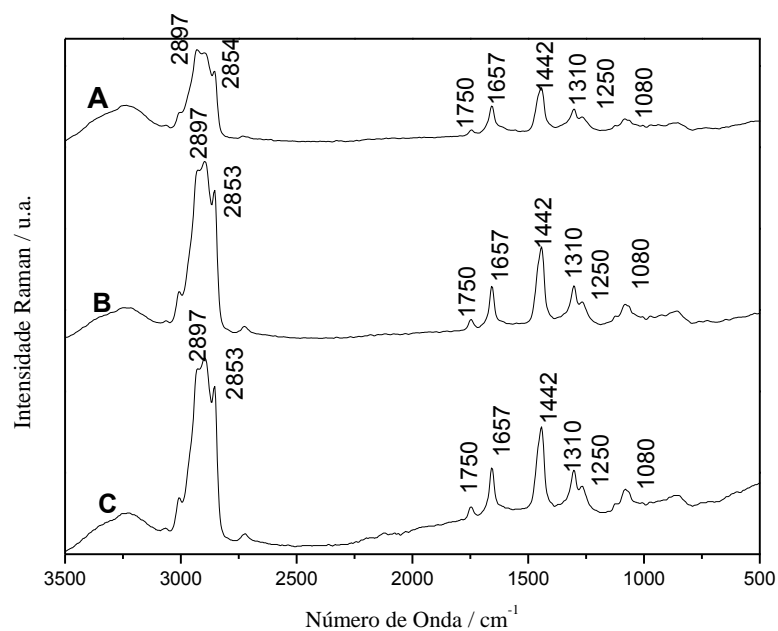


Figura 5- Espectros Raman das amostras de salsichas: A - salsicha de peru light; B - salsicha mista; C - salsicha de frango.

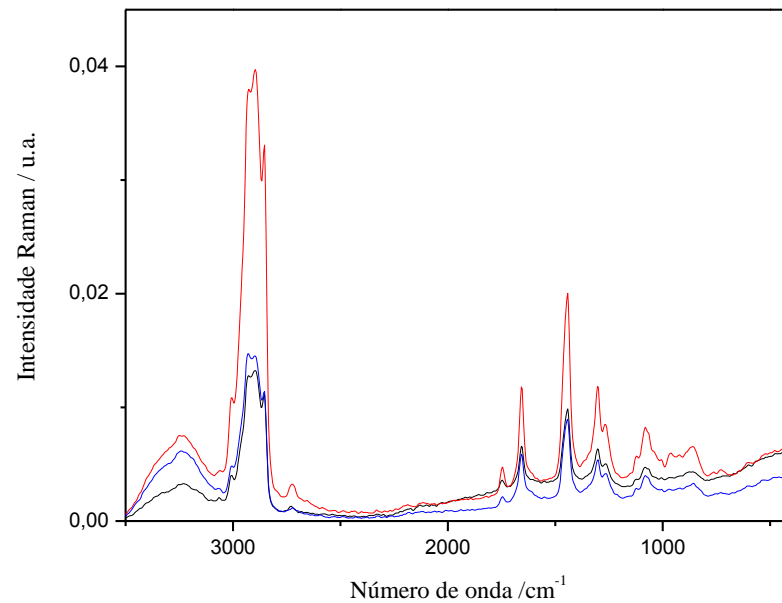


Figura 6- Comparação dos Espectros Raman das amostras de salsichas:
 (-) Salsicha Mista, (-) Salsicha de Frango, (-) Salsicha de Peru light.

Número de Onda (cm^{-1})	Atribuição
856	Tirosina
1081	(C-O) + (C-C) + (C-O-H)
1250	(C-H)
1310	Amida III
1442	(CH ₂)
1657	(C=C)
1750	(C=O)
2854	(CH ₂)
2897	(CH ₃)

Tabela 2 - Tentativa de atribuição do espectro Raman de salsichas.

A espectroscopia Raman fornece informações interessantes sobre a estrutura secundária e terciária das proteínas presentes nas amostras de salsichas, através dos modos vibracionais Amida I e Amida III. As bandas mais utilizadas para

determinar essas estruturas são as características de aminas I ($1645 - 1685 \text{ cm}^{-1}$) e aminas III ($1200 - 1350 \text{ cm}^{-1}$). Além disso, uma banda localizada na região de 856 cm^{-1} relacionada ao modo vibracional do aminoácido tirosina também é característica da estrutura terciária das proteínas. Na região de 1660 cm^{-1} , aparece uma banda com média intensidade nos espectros, esta região é caracterizada pelo modo amida I, referente ao estiramento C=O das moléculas de proteínas. Esta região apresenta ainda contribuição do estiramento da ligação C=C dos ácidos graxos insaturados presentes nas amostras. Na região de 1440 cm^{-1} observa-se uma banda atribuída ao movimento de tesoura do CH_2 , relacionada à hidrofobicidade das proteínas. Nas regiões entre 2850 cm^{-1} e 2900 cm^{-1} , observa-se duas bandas nos três tipos de salsichas relacionadas, respectivamente, ao estiramento simétrico da ligação CH_2 e ao estiramento simétrico da ligação CH_3 , que são modos vibracionais característicos das gorduras presentes nas amostras (Campos et al. 2014).

O mecanismo de hibridização dos tecidos dentinários envolve também a compreensão de inúmeras interações moleculares entre as estruturas dentárias e natureza química dos sistemas adesivos. A análise vibracional molecular, em particular, a Espectroscopia Raman, é um instrumento útil para a determinação da composição molecular dos materiais e para obter informações estruturais, através da interação entre um feixe de laser de comprimento de onda conhecido e a matéria a ser estudada. Muitos estudos têm sido realizados a respeito dos constituintes do esmalte e da dentina através da espectroscopia Raman. Essa técnica também tem sido aplicada para estudar a estrutura molecular de polímeros dentais como o polimetilmetacrilato, assim como reações químicas de compósitos resinosos fotopolimerizáveis. Uma combinação da técnica Raman e microscopia permite uma

micro-análise molecular específica não destrutiva. Analisando os componentes moleculares da interface adesivo/dentina, produzida pelo 4-META/MMA (4-metacriloxietil trimetil anidrido/ metil metacrilato), demonstrou-se que as moléculas do 4-META na solução monomérica estavam hidrolizadas na forma de moléculas de 4- MET, copolimerizadas com as moléculas do metil metacrilato (MMA) para formar as camadas de resina e dentina reforçadas. Através do estudo das intensidades Raman, os autores observaram que a concentração de 4- MET na camada híbrida era quatro vezes a concentração na solução monomérica original, demonstrando a excelente infiltração do monômero 4-MET no substrato dentinário *in situ* (SUZUKI et al.,1991)

Através de ensaio mecânico de cisalhamento e espectroscopia modificada de Fourier (FT), Jacobsen e Söderholm(1995) determinaram como as resistências adesivas dos *primers* a base de HEMA são afetados por diferentes solventes (água e acetona), o tempo de aplicação desses *primers* afetam a resistência adesiva, e grau de conversão polimérica das resinas adesivas. O HEMA misturado com água e acetona foi colocado sobre a dentina úmida por 30 segundos, seca e coberta com resina adesiva e fotopolimerizada. Cilindros de compósito resinoso foram aderidos a estas superfícies e a resistência adesiva ao cisalhamento foi determinada após 30 dias de armazenamento a 37°C. A conversão das resinas adesivas contendo 0,05; 0,1; 0,2; 0,4 e 0,8 ml de água por ml de resina adesiva foi determinada pela Espectroscopia FT-Raman. Os dois grupos da acetona apresentaram valores de resistência adesiva significativamente maiores do que os dois grupos com água. Ao contrário dos *primers* a base de acetona, os *primers* a base de água melhoraram sua resistência adesiva com o aumento do tempo, sem alcançar os valores dos *primers* à base de acetona. A conversão da resina adesiva foi de 53,5%,

decrecendo para aproximadamente 25% quando 0,2ml ou mais de água foi adicionado por ml de resina. Segundo os autores, a água foi inferior à acetona como solvente para os *primers* dentinários a base de HEMA, diminuindo a resistência adesiva, e aumentando o tempo de condicionamento com o *primer*. A explicação dada pelos autores foi de que a água pode interferir na polimerização dos sistemas resinosos.

Wieliczka et al. (1996) estudaram a interface adesivo/dentina obtida pelo uso do sistema adesivo 3 passos Scotchbond Multi-UsTM (3M-ESPE), através da Espectroscopia FT-Raman. As bandas mais intensas obtidas foram aquelas associadas ao componente inorgânico que ocorreram em 431 cm^{-1} (O-P-O modo de curvamento); e 960 cm^{-1} (P-O modo de estiramento simétrico) com vestígios de mineralização da dentina peritubular, e bandas associadas ao componente orgânico que apareceram em 1242 cm^{-1} (amida). O espectro do adesivo Scotchbond Multi-UsTM (3M-ESPE) revelou vibrações em ambos os grupos alifáticos e aromáticos. As linhas mais intensas ocorreram em 640 cm^{-1} ; 1113 cm^{-1} (C-O-C); 1187 cm^{-1} ; 1453 cm^{-1} (CH) e 1609 cm^{-1} (fenil C=C). Os autores relataram o contraste suficiente entre o adesivo, interface e resina nas fotomicrografias, permitindo a fácil identificação da posição na qual os espectros Raman foram obtidos. Nos espécimes examinados nesse trabalho o adesivo penetrou menos de $2\mu\text{m}$ na dentina desmineralizada. Concluíram que há uma forte evidência espectroscópica de um colapso da matriz colágena sobre si mesma após o condicionamento ácido impedindo uma completa difusão dos monômeros por entre as fibrilas e, conseqüentemente, levando a falhas na hibridização.

Xu et al. (1997) investigaram a hipótese de ligação química entre o HEMA e a dentina, através da Espectroscopia Raman transformada de Fourier. Os autores

expuseram a dentina ao ácido cítrico a 2,5%, lavaram, secaram com ar, e trataram com HEMA. Os corpos de prova foram lavados sequencialmente com água destilada e os espectros obtidos para cada tempo de lavagem. Após 12 lavagens, houve evidência de HEMA remanescente sobre a superfície, lavagens extras falharam em remover mais material. Essa presença foi confirmada pelos autores, através de ombros nas bandas de 1640cm^{-1} e 1405cm^{-1} . Se o HEMA não estivesse presente sobre o colágeno, essa proporção seria encontrada para o colágeno não tratado. Concluíram que o HEMA interage fisicamente e quimicamente, e pode ser interpretada tanto através da formação de pontes de hidrogênio ou a formação de ligações com o grupo éster.

Toda vez que uma mistura de monômeros de pesos moleculares bastante diferentes é usada no *primer* ou resina adesiva, a taxa de difusão no interior do substrato dentinário pode diferir bastante. Como exemplo, misturas de metilmetacrilato (MMA) e polimetilmetacrilato (PMMA) diferem no peso molecular dos componentes (MMA=100; PMMA = 300.000). Como a taxa de difusão é proporcional a raiz quadrada do peso molecular, a profundidade de difusão do PMMA será severamente limitada comparada com a profundidade de difusão do MMA. Isso pode resultar em proporções molares finais diferentes de MMA e PMMA na camada híbrida. A separação de fase química foi relatada, também, nos estudos de Espectroscopia Raman. Através de misturas de concentrações conhecidas de HEMA/BisGMA, os autores observaram a influência da umidade sobre as mesmas. Mudanças no espectro Raman durante a reação de um adesivo convencional a base de BisGMA com água, determinaram que concentrações acima ou igual a 25% adesivo/água que simularam misturas de óleo em água, onde os componentes do sistema adesivo se separam em fases. A comparação das características espectrais

desta mistura na concentração de 25% em volume, sugeriu que esta concentração de água separava a mistura em partículas distintas, compostas basicamente de BisGMA. Os espectros Raman diferentes sugerem que o HEMA é o constituinte primário do espectro gravado da matriz ou material ao redor das partículas de BisGMA. Com o adesivo comercial Single Bond (3M) usado nessa pesquisa, houve uma possível evidência espectroscópica de separação de fase nos 2µm iniciais da matriz dentinária desmineralizada impregnada pelo adesivo e menor evidência de desmineralização de dentina peritubular. A maior parte da interface dentina intertubular/adesivo foi caracterizada por fibrilas colágenas da matriz desmineralizada (SPENCER; WANG, 2001).

2.2 Hibridização nos tecidos dentais e *smear layer*

O conceito de hibridização dos tecidos mineralizados tornou-se conhecido e difundido pela odontologia mundial somente no início da década de 80, quando Nakabayashi, Kojuma e Masuhara (1982), relataram os resultados obtidos em mais de uma década de experimentos. A formação de uma nova estrutura, denominada camada híbrida era o resultado do entrelaçamento das fibrilas colágenas com a resina 4-META/metil metacrilato tri-n-butil borano. Para tanto, a fase mineral do substrato dentinário assim como a camada de lama dentinária (*smear layer* e *smear plugs*), proveniente do preparo mecânico da superfície dentinária, eram removidas pela aplicação de uma solução ácida condicionante (cloreto férrico a 3% em ácido cítrico a 10%). Através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), os autores

demonstraram a difusão da resina adesiva pela dentina desmineralizada, numa profundidade de aproximadamente 5µm.

KANKA, em 1992, demonstrou que a resistência adesiva dos sistemas adesivos, aplicados sobre a dentina, mantida úmida após a lavagem do condicionador ácido, era maior do que a união conseguida, quando a dentina era excessivamente seca. Demonstraram que a superfície da dentina condicionada com ácido fosfórico a 37%, lavada e posteriormente secada com jatos de ar, apresentava uma camada amorfa em praticamente toda a extensão da dentina intertubular. Nesta superfície não foi observada a porosidade necessária para a infiltração do agente resinoso. Porém, quando a superfície da dentina foi mantida úmida, as fibras colágenas e respectivas porosidades entre elas ficaram evidentes na dentina intertubular. O estudo concluiu que a secagem com ar da dentina desmineralizada, causava um colapso das fibras colágenas, reduzindo a porosidade superficial e prejudicando a formação da camada híbrida.

Para Oda et al. (2001) desde a introdução de sistemas adesivos nos procedimentos restauradores com materiais estéticos, têm-se estudado de forma abrangente o tipo de tratamento na superfície dentinária para se consagrar uma técnica ideal. A utilização do ácido fosfórico a 35% sobre a dentina é atualmente ainda o método que mais se domina em termos de adesividade. Porém, métodos de tratamento alternativos, na dentina, têm sido discutidos na literatura, entre eles a aplicação de alguns tipos de irradiação a laser. O objetivo desta pesquisa foi avaliar morfologicamente a união adesivo/resina composta e dentina irradiada com laser Er:YAG e laser Nd:YAG num estudo comparativo por MEV, utilizados em substituição ao condicionamento ácido ou associados ao mesmo. Foram utilizados dentes bovinos recém-extraídos, que receberam um preparo de cavidade de classe

V, e restauração com sistema adesivo e resina composta fotoativada. Como variantes alguns deles receberam o tratamento prévio de irradiação com laser Er:YAG e outros de irradiação com laser Nd:YAG, à aplicação do agente adesivo e da resina composta. Com base nessas observações microscópicas, concluíram que no tratamento de superfície da dentina com laser Er:YAG e condicionamento ácido, a morfologia da superfície dentinária irradiada e atacada com ácido fosfórico apresentava-se diferente, com a dentina peritubular preservada, provavelmente pelo maior conteúdo mineral desta, em relação à intertubular. Nos tratamentos com laser Nd:YAG, houve apenas aparente superposição da resina na superfície dentinária, sugerindo que houve oclusão dos túbulos com características de fusão na dentina superficial.

Os adesivos atuais interagem com o substrato dentinário através de duas estratégias diferentes, isto é, removendo a camada de *smear layer* (condicionamento + lavagem), ou mantendo-a como um substrato adesivo (técnica autocondicionante). A diferença entre os dois enfoques está representada pelo uso de uma etapa preliminar de condicionamento ácido do substrato com o gel de ácido fosfórico a 37% na forma de gel, que mais tarde é removido pela lavagem com água. Além do condicionamento ácido, outros dois passos fundamentais para a obtenção da adesão à dentina compreende a aplicação de um *primer* para melhorar as características de difusão e molhabilidade do substrato dentário condicionado, seguida da aplicação da resina adesiva propriamente dita. Esses dois últimos passos podem ser separados ou combinados, dependendo do sistema adesivo utilizado. Seguindo essa perspectiva, os sistemas adesivos atuais podem ser classificados de acordo com o número de passos que constituem o protocolo de aplicação do sistema. Os sistemas de condicionamento total (condicionador ácido +

lavagem) podem ser de dois ou três passos, dependendo se o *primer* e resina adesiva são separados ou combinados em um único frasco. Similarmente, os sistemas autocondicionantes podem ser de um ou dois passos, na dependência do *primer* condicionante estar separado da resina adesiva ou combinado com a mesma, permitindo um procedimento de aplicação única (TAKAHASHI et al., 2002).

Smear layer é o nome dado ao material depositado nas paredes dentinárias, toda vez que a dentina é cortada por brocas ou limas endodônticas. A dentina humana é, estruturalmente, formada por túbulos e composta, aproximadamente, por 70% de material inorgânico (principalmente a hidroxiapatita), 10% de água e 20% de material orgânico (principalmente o colágeno). As características da *smear layer* formada durante o tratamento restaurador vão depender de diversos fatores, como: a anatomia do dente, os tipos de instrumentos utilizados no tratamento, a presença de contaminação microbiana e os produtos químicos utilizados para facilitar o debridamento. Essencialmente, a *smear layer* é uma camada de material lamacento, de estrutura não homogênea, fracamente aderido às paredes do dente, composta de partículas orgânicas e inorgânicas, sobretudo cálcio, fosfato, proteínas coaguladas, tecido pulpar, saliva, células sanguíneas e, em canais infectados, bactérias e fungos (GULABIVALA et al., 2005).

O ácido fosfórico é sugerido para solubilizar os depósitos de minerais presentes na luz dos túbulos dentinários, permitindo assim a formação dos *tags* de resina, o que aumentaria a força de união dentina/resina. Mas, mesmo após longos períodos de exposição, observou-se que os cristais ainda são resistentes à dissolução. O longo período de condicionamento ácido apenas produz uma camada desmineralizada mais profunda na dentina intertubular. Assim, a união à dentina

ainda requer tratamentos mais específicos para formação de camada híbrida de melhor qualidade (WANG et al.,2007).

A preservação da estrutura dental sadia, a longevidade e a qualidade dos procedimentos restauradores, são buscas importantes dentro da Odontologia Restauradora. No entanto, a cavidade bucal representa um desafio para as técnicas adesivas, pois a umidade e a complexidade dos substratos dentais estão intimamente relacionadas à estabilidade da união dente/restauração. Após o condicionamento ácido, a prática adesiva em esmalte proporciona união à resina restauradora através do mecanismo de embricamento micromecânico. O sucesso clínico desta união está relacionado à composição inorgânica do esmalte, 86% do volume e à formação de prolongamentos da resina adesiva denominados *tags*. A dentina, por sua vez, é um substrato biológico complexo e composto por uma matriz de colágeno preenchida com cristalitos de apatita, contendo 20% de água em sua composição. Além disso, o substrato dentinário apresenta grande variabilidade morfológica e fisiológica, que reflete na dificuldade de sua adesividade (FRANCESANTONIO et al.,2008).

Diversos materiais restauradores são empregados em cavidades de dentes anteriores e posteriores que, ao longo do tempo, têm sofrido modificações em sua composição, com a finalidade de promover adequada inter-relação do material restaurador com as paredes cavitárias, de forma a impedir a penetração de bactérias e a recidiva de cárie. Existem importantes variáveis, como: 1: preparo cavitário, forma do mesmo e técnica da restauração empregada; 2: material restaurador e suas propriedades individuais e 3: diferentes técnicas de acabamento e polimento, que podem ser fatores intervenientes na avaliação da microinfiltração marginal. A fenda marginal é provocada, principalmente, pela contração de polimerização, e tem

sido descrita como a principal causa da infiltração marginal em restaurações próximas à junção amelocementária. Ela é medida pelo fator de configuração (fator C), que é proporcional à superfície aderida e inversamente proporcional à superfície livre, permitindo prever o estresse liberado nas forças de contração de polimerização das resinas. Ainda em decorrência da contração, podem ocorrer fraturas do agente adesivo (PILO e BEM-AMAR, 1999).

O condicionamento ácido promove a formação da camada híbrida e impede a penetração de bactérias pela interface dente/restauração, levando à formação de barreira dentinária. O *primer* normalmente remove ou modifica a *smear layer* para promover aumento da capacidade de molhamento, desidratação química e permitir a penetração em profundidade do monômero. O adesivo, por sua vez, forma os *tags*, com aumento da área de adesão. Para conseguir melhor formação desses *tags*, é necessário o uso da técnica úmida de secagem do substrato dentinário. Além desses procedimentos, a aplicação de selantes de superfície após o acabamento e o polimento das restaurações aumenta a resistência à abrasão, reduz a infiltração marginal e aumenta a vida útil das restaurações de resina composta, por meio de sua penetração na interface dente/restauração, possibilitando o vedamento. (NUNES et al.,2001)

Para Nunes et al.(2002) uma restauração de resina composta ideal deve cumprir quatro requisitos básicos: 1-ter alta resistência ao desgaste; 2- possuir boa adaptação marginal; 3- ser resistente à degradação pela água e outros solventes; 4- ser radiopaca e de fácil execução. Esses requisitos convergem para um grande objetivo da odontologia atual: aumentar a longevidade clínica dos materiais restauradores. Para isso o condicionamento ácido atua promovendo a formação da camada híbrida e impede a penetração de bactérias pela interface

dente/restauração, levando à formação de barreira dentinária. O *primer* normalmente remove ou modifica a *smear layer* para promover aumento da capacidade de molhamento, desidratação química e permitir a penetração em profundidade do monômero. O adesivo, por sua vez, forma os *tags*, com aumento da área de adesão. Para conseguir melhor formação desses *tags*, é necessário o uso da técnica úmida de secagem do substrato dentinário. Além desses procedimentos, a aplicação de selantes de superfície após o acabamento e o polimento das restaurações aumenta a resistência à abrasão, reduz a microinfiltração marginal e aumenta a vida útil das restaurações de resina composta, por meio de sua penetração na interface dente/restauração, possibilitando um melhor vedamento.

É comumente relatado na literatura científica que o condicionamento ácido remove a *smear layer*, entretanto até 2001 não havia nenhuma evidência química que comprovasse estas observações. Spencer et al.(2001) determinaram a estrutura molecular da *smear layer* formada por brocas carbide e diamantada. Os corpos de prova foram analisados pela Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Espectroscopia Raman. A *smear layer* produzida pela broca diamantada mostra uma perda substancial de qualquer estrutura fibrilar; o topo dessa camada muitas vezes apareceu deslocado da dentina subjacente. Ao contrário, a camada de *smear layer* produzida por brocas carbide pareceu mais fibrosa. Os resultados obtidos dos mapas espectrais indicaram que o colágeno dentro da *smear layer* estava desorganizado, porém não desnaturado. Entretanto, esse colágeno desorganizado apresentou-se desnaturado após o tratamento ácido por 15 segundos nesse trabalho. Segundo os autores, os resultados mostraram uma clara evidência de que o colágeno da *smear layer* não foi removido pelo condicionamento ácido, e que o mineral ficou retido dentro desse colágeno gelatinizado e desnaturado. Finalmente,

essa camada gelatinosa, sobre a dentina intertubular inibe a formação de um selamento hermético em nível da interface adesivo/dentina.

A Espectroscopia Raman foi utilizada por Wang e Spencer (2012) para investigar as mudanças na composição e estrutura molecular de detritos de *smear layer* sem tratamento, e após tratamentos com ácido cítrico a 10%, ácido fosfórico a 35%. Os resultados mostraram que mesmo após longos períodos de exposição, observou-se que ainda havia cristais de hidroxiapatita resistentes à dissolução e que o período de condicionamento apenas produz uma camada desmineralizada mais profunda na dentina intertubular. Assim, alguns autores relataram que a composição da *smear layer in situ* era uma mistura do colágeno desorganizado e parte mineral. Mudanças espectrais no mapeamento dos detritos da *smear layer* sugeriram que o colágeno desorganizado foi desnaturado pelo tratamento ácido, formando uma matriz gelatinosa ao redor da parte mineral. A camada de *smear layer* não ficou aparente nas micrografias eletrônicas de varredura após o tratamento ácido. Os resultados evidenciaram que os detritos de *smear layer* não se dissolveram após o tratamento ácido e substâncias quelantes nas concentrações e tempos utilizados. Além disso, os resultados mostraram que estas substâncias não têm capacidade de dissolver o colágeno.

2.3 Limpeza cavitária com Digluconato de Clorexidina 2%

Desde a realização do condicionamento ácido do substrato de esmalte, como tentativa para melhorar a adesão da resina composta ao dente, muito se evoluiu no que se diz respeito a resultados restauradores e estéticos satisfatórios. São muitos

os materiais restauradores utilizados rotineiramente na Odontologia Estética, tais como: resinas compostas, cerâmicas e cerômeros. Apesar de toda essa evolução, a Dentística Restauradora contemporânea ainda encontra limitações no que se refere a um bom selamento das margens do preparo cavitário, pois a eficácia de união imediata dos adesivos contemporâneos é bastante favorável, mas a longo prazo, a eficácia de ligação de alguns adesivos cai drasticamente. A pesquisa por um material que promova um vedamento ideal é tema de diversos estudos, pois essa propriedade é uma das grandes responsáveis pelo sucesso clínico de uma restauração (MUNCK et al., 2005).

Franco et al. (2007) realizaram uma revisão de literatura abordando o uso da CHX como agente desinfetante de cavidades e sua influência na união resina/dentina. A análise de alguns trabalhos permitiu concluir que é importante realizar a limpeza cavitária com CHX, pois sua ação desinfetante protege a estrutura dentária de sensibilidade pós-operatória e de cáries recorrentes. Além disso, observou-se que os agentes de limpeza em geral não prejudicam o processo de adesão.

Leung et al. (1980) afirmaram que lesões de cárie que não permitem a realização de procedimentos de remineralização, necessitam da intervenção invasiva do cirurgião-dentista. Essa intervenção preconiza a remoção da cárie previamente à restauração das estruturas perdidas, protegendo os remanescentes de novas agressões. A limpeza cavitária é baseada na remoção de detritos oriundos do preparo, tais como, raspas de dentina e esmalte, bactérias, pequenos fragmentos ou partículas abrasivas dos instrumentos rotatórios, óleos provenientes dos aparelhos de alta e baixa velocidade, porém o número de bactérias residuais em preparos cavitários dobra-se em um mês em restaurações recém-realizadas. Frente

a este estudo que demonstrou a permanência de resíduos e bactérias após o preparo cavitário, observa-se a importância do uso de um agente de limpeza cavitária, para prevenir a recorrência de cárie, facilitar a retenção de materiais às estruturas dentárias, prevenindo a ocorrência de microinfiltração marginal nas restaurações e, conseqüentemente, a possibilidade de apresentar sensibilidade pós-operatória.

O esmalte é a estrutura mais mineralizada do corpo humano, pois possui 97% de sais de cálcio e 3% de matéria orgânica, e a dentina se assemelha mais ao osso, possuindo 70% do total em material inorgânico. No interior da dentina encontram-se os túbulos dentinários que são pequenos canalículos com diâmetro de 2,5 a 4 μm , por onde passam os prolongamentos citoplasmáticos das células odontoblásticas situadas junto à polpa. Na remoção da lesão de cárie, quanto mais profundo o preparo cavitário, maior será o número de túbulos expostos com maior diâmetro e maior área de canalículos por superfície. O corte da estrutura dentária forma uma camada amorfa e delgada de resíduos denominada *smear layer*. Essa camada é composta de matéria orgânica e inorgânica, sobretudo fosfato de cálcio e pode ter uma espessura variável de 0,5 a 15 μm . A *smear layer* é composta de partículas pequenas que variam de 50 a 200 μm que obstruem e selam parcialmente os túbulos dentinários seccionados, formando os "*smear plugs*" ou tampões que vedam os túbulos e por isso diminuem a permeabilidade dentinária, exigindo tratamentos específicos dependendo do procedimento a ser realizado. Estas partículas que se localizam sobre a superfície dentinária podem interferir na adaptação dos materiais restauradores (BARATIERI et al., 2001).

Segundo Francischone et al. (1984) a *smear layer* é formada pela mecânica do corte ou abrasão e é constituída fundamentalmente por partículas da

matriz de colágeno, partículas inorgânicas do dente, saliva, sangue, bactérias dentre outros. Ela é dividida em duas camadas: a externa *ou smear on* que é amorfa e se localiza sobre a superfície dentinária, e a interna *ou smear in*, formada de partículas menores forçadas para o interior dos túbulos dentinários. Essa camada representa uma proteção natural ao complexo dentinopulpar contra a invasão de bactérias, produtos tóxicos, toxinas bacterianas e ácidos. Porém, a presença desta camada também apresenta desvantagens como a interferência direta nos mecanismos de adesão de alguns sistemas adesivos e a manutenção de bactérias no seu interior. Os agentes de limpeza são produtos utilizados para remoção da *smear layer* formada após a realização do preparo, não deverá ser tóxico à polpa e aos tecidos adjacentes ao dente, facilitar a remoção dos agentes protetores, combater e eliminar microorganismos patogênicos existentes nas paredes cavitárias.

Nagem Filho (1985) classificou os agentes de limpeza enquadrando-os em dois grupos: os desmineralizantes, que são os ácidos, e, os não-desmineralizantes, que são os germicidas e alcalinizantes. Encontram-se no mercado vários produtos que podem ser utilizados como agentes de limpeza cavitária, cuja ação e indicação variam de acordo com a sua natureza química e com a indicação clínica. Podem ser citados alguns produtos como: Digluconato de clorexidina a 2%, (Cav Clean, Consapsis, Cavity Cleanser), peróxido de hidrogênio a 3% ou 10 volumes, solução de hidróxido de cálcio (água de cal), detergentes (Tergensol, Tergidrox) e soluções fluoretadas (Vitashield, Tubulicid). O autor enfatiza a ação da CHX como agente de limpeza cavitária por ser um desinfetante efetivo na redução de níveis de *Streptococcus mutans*, localizados principalmente na dentina.

O Digluconato de Clorexidina é um componente catiônico, pois liga-se imediatamente a superfície bacteriana carregada negativamente, sendo

uma biguanida não tóxica que é preparada sob a forma de sais, dentre eles o acetato, hidrocloreto e o gluconato de clorexidina, com propriedades hidrofílicas e hidrofóbicas. É considerado um agente antimicrobiano de amplo espectro que atua sobre bactérias Gram positivas e Gram negativas aeróbicas e anaeróbicas, fungos e leveduras. Possui estabilidade, é segura e efetiva. Suas propriedades catiônicas favorecem a adsorção seletiva pela hidroxiapatita do esmalte dentário (MENDES, ZENÓBIO e PEREIRA, 1995).

Silva et al. (1997) observaram que a CHX é efetiva em penetrar no interior dos túbulos dentinários para remover os resíduos existentes com duas formas principais de ação. Quando em baixas concentrações, seu efeito é bacteriostático. Sua carga positiva se liga à carga negativa da parede da célula bacteriana, alterando o equilíbrio osmótico e fazendo com que haja perda de substâncias intracelulares de baixo peso molecular. Em altas concentrações, ela é bactericida e faz com que o citoplasma da célula se precipite, o que resulta em morte celular. A CHX, mesmo em baixas concentrações também age inibindo o sistema fosfoenolpiruvatofosfotransferase, responsável pelo transporte de açúcar pelas bactérias, e ainda se ligando a estas e às glicoproteínas salivares para interferir na adesão bacteriana ao dente.

Hebling et al. (2005) enfatizaram que atividades colagenolíticas iniciadas pelo condicionamento ácido da dentina possam iniciar a degradação da camada híbrida. Este estudo testou o efeito da CHX, um inibidor de MMP (metaloproteinases), aplicada depois do condicionamento ácido da dentina. Foram realizadas restaurações classe I em molares decíduos e depois de seis meses foram extraídos e processados para análise em MET. Camadas híbridas dos dentes tratados com CHX exibiram a integridade estrutural na rede de colágeno. Por outro

lado, camadas híbridas anormais foram observadas nos dentes controle, onde não foi usado CHX. Autodegradação das matrizes de colágeno ocorre rapidamente na interface dentina/resina *in vivo* e esta degradação pode ser evitada com o uso de CHX como um inibidor de MMP.

Carrilho et al. (2007) pesquisaram *in vitro* a ação da CHX na união dentina/resina, considerando que a CHX inibe as enzimas metaloproteinases da matriz (MMPs), desacelerando assim a perda dessa união. Utilizaram sete terceiros molares erupcionados e livre de cáries, com preparos classe I, em nível de dentina. Posteriormente, os dentes foram seccionados em duas metades de vestibular para lingual, sendo uma restaurada por meio de ácido, *primer*, adesivo e resina composta e, outra tratada com CHX a 2%, sendo, portanto condicionada com ácido fosfórico a 35%, enxaguadas durante 30 segundos em água corrente, secadas, reidratados com CHX a 2%, aplicação do adesivo de passo único e restauração com resina composta Z250 (3M). Os experimentos foram armazenados em saliva artificial, alguns com e outros sem os inibidores das metaloproteinases. Os pontos de resistência à microtração foram analisados por MEV depois do preparo dos espécimes e seis meses depois. Observaram que o uso da CHX preserva a união entre dentina/resina e, é significativamente melhor, sendo observada após 6 meses. A análise de falhas a MEV mostrou-se significativamente menor na camada híbrida com CHX, em comparação com o grupo controle após 6 meses. Concluíram que a CHX pode ser útil para a preservação da resistência na união entre dentina/resina.

Brackett et al. (2007) avaliaram *in vitro* o efeito da CHX na camada híbrida em 12 pares de pré-molares contralaterais livres de cárie que haviam sido programados para a exodontia, como parte do tratamento ortodôntico, em seis pacientes saudáveis, com idade média de 15 anos. Em cada paciente foi realizado um preparo

cavitário classe I, na oclusal com aproximadamente 3 mm de profundidade, 2,5 mm de largura realizados com broca carbide nº 245, sob isolamento absoluto. Foi realizado condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 15 segundos, lavagem e secagem com suaves jatos de ar. Foi utilizado adesivo de frasco único (AdperTM Single Bond Plus, 3M ESPE) por três vezes. Os dentes foram restaurados com resina composta microhíbrida (FiltekTM Supreme, 3M ESPE). No grupo experimental foi seguido o mesmo protocolo como descrito acima, exceto que, na sequência de condicionamento, lavagem e remoção do excesso de água, após o condicionamento ácido, a dentina foi reidratada com CHX 2% por 30 segundos, sendo todos os dentes preparados e restaurados pelo mesmo operador. Depois de dois e seis meses os dentes restaurados foram analisados em MEV e concluíram que não houve diferença estatisticamente significativa na força de união entre resina/dentina nos dois grupos estudados.

A degradação das fibrilas de colágeno pode ser reduzida com a inibição das atividades das enzimas metaloproteinases da matriz (MMPs). O Digluconato de Clorexidina, empregado usualmente como solução desinfetante de preparos cavitários e como substância química auxiliar ao tratamento endodôntico mostrou ter função antiproteolítica, inibindo de forma inespecífica a ação das MMPs. Assim o emprego desta solução, previamente à aplicação dos sistemas adesivos retarda a degradação das interfaces adesivas reidratando e reexpandindo a trama das fibras, aumentando a longevidade da camada híbrida (MOHAMMADI e ABBOT, 2009).

Campos et al. (2009) estudaram a influência da clorexidina (CHX) sobre a resistência à microtração de sistemas adesivos. Utilizaram 80 incisivos centrais bovinos com a superfície do esmalte vestibular das coroas desgastadas com lixa 600 para expor as superfícies planas de dentina. Os materiais utilizados foram

Scotchbond Multipurpose™ (SMP); Single-Bond® (SB); Clearfil SE Bond® (CSEB) e Bond Clearfil Tri S® (CTSB), e restaurados com resina composta Z-250(3M). Os dentes foram divididos aleatoriamente em 16 grupos: No grupo, (SMP e SB), aplicou-se CHX 0,12% e 2% antes ou após o procedimento de condicionamento ácido. No grupo, (CSEB e CTSB) 0,12% ou 2% a CHX foi aplicada antes do *primer*. Foram estabelecidos grupos controles para cada um dos sistemas adesivos. Os corpos de prova foram imediatamente submetidos a testes de microtração e os dados analisados pela análise de variância de Tukey ($\alpha=01$). Os padrões de falhas dos corpos de prova foram observados através de MEV. Os efeitos da CHX 2% foram estatisticamente significativos ($p < 0,01$) para os adesivos CSEB e CTSB, mas não foram significativos para os adesivos SB e SMP. Concluíram que a CHX nas concentrações de 0,12% e 2% não mostraram qualquer influência sobre a imediata microtração em ambos os sistemas adesivos testados, porém, desinfetantes à base de CHX em concentrações superiores a 0,12% devem ser evitados antes dos sistemas adesivos CSEB e CTSB, pois podem reduzir a força de ligação do adesivo e resina composta .

Komori et al. (2009) pesquisaram o princípio terapêutico da CHX a 2% na durabilidade das restaurações de resina composta em dentina hígida e de dentes afetados por cárie. Quarenta molares humanos com lesões de cárie coronária, circundado por dentina normal, foram selecionados para este estudo. Foram seccionados da face palatina para vestibular, com um disco de diamante arrefecido com água, em seguida condicionados com ácido fosfórico a 35%, e lavados em água corrente por 30 segundos e secos com ar. Os dentes atribuídos ao grupo controle foram reidratados com 15 ml de água destilada aplicando adesivo de três passos Scotchbond Multi-Purpose-MP™ ou o de dois passos Single Bond 2 de

acordo com as instruções do fabricante. Nos grupos experimentais, a dentina foi reidratada com CHX 2% durante 60 segundos, secadas e aplicados os mesmos adesivos. Foram preparadas cavidades classe V e inserida resina composta Z-250(3M) e submetidos a teste de microtração sendo testados imediatamente e após seis meses de armazenamento em saliva artificial. Os dados foram analisados pelo teste ANOVA ($\alpha = 0,05$). A resistência adesiva imediata foi maior em dentina hígida, do que em dentina afetada por cárie, porém em seis meses não houve diferença significativa entre os tipos de dentina independente dos adesivos aplicados serem de 2 ou 3 passos, ou do tratamento da dentina ser com ou sem CHX.

Loguercio et al. (2009) avaliaram os efeitos das concentrações de clorexidina sobre a preservação da ligação resina/dentina. Usaram 120 molares extraídos, hígidos, sendo desinfetados com cloramina 0,5%, e armazenados em água sob refrigeração, por um período máximo de três meses, sendo trocada a água semanalmente para evitar proliferação fúngica. Retiraram a superfície do esmalte com lixa de carboneto de silício, expondo a dentina, e dividiram aleatoriamente os corpos de prova em dois grupos de 60 dentes. O grupo 1 foi subdividido em cinco subgrupos de 12 dentes, e após o condicionamento ácido, a dentina desmineralizada foi reumedecida com 0,002%; 0,02%; 0,2%; 2%; 4% de CHX respectivamente, durante 60 segundos. No grupo 2: as superfícies foram reumedecidas com água deionizada durante 60 segundos e nas restaurações utilizaram o adesivo AdperTM Single Bond ou Prime & BondTM e resina composta Opallis. Os dentes foram testados sob tensão e analisados em MEV. Túbulos de dentina foram mantidos estáveis durante 6 meses sob todas as concentrações de CHX testadas. Concluíram que a utilização de CHX, mesmo sendo em baixa

concentração, é suficiente para preservar as interfaces da resina/dentina ao longo de um período de 6 meses.

Azevedo et al. (2010) avaliaram o efeito da CHX sobre a qualidade da camada de híbrida em dentes não cariados. A dentina de 10 molares foi exposta com broca carbide 330 após remoção do esmalte. Os corpos de prova foram separados aleatoriamente. No grupo 1: condicionamento ácido, aplicação de Digluconato de Clorexidina a 2%, aplicação de adesivo Single Bond e restauração com resina composta Z250. No grupo 2: os mesmos procedimentos foram realizados, sem a aplicação do agente antimicrobiano. Vinte e cinco regiões foram examinadas por MEV e os dados obtidos foram analisados estatisticamente pelos testes qui-quadrado e t de Student ao nível de 5% de significância. Os grupos apresentaram algumas lacunas interfaciais sem diferenças estatisticamente significativas. O Grupo 1 apresentou maior número de áreas com uma camada híbrida visível. Os resultados mostraram que o procedimento clínico restaurador usando CHX não interfere significativamente nas características morfológicas da camada híbrida.

Zhou et al.(2010) avaliaram o efeito da CHX sobre a ligação resina/dentina após aplicar adesivo auto-condicionante. Utilizaram 16 terceiros molares extraídos e armazenados em NaCl 0,9% a 4°C. Após os corpos de prova foram divididos aleatoriamente em 4 grupos, onde cada grupo correspondia a uma das concentrações de CHX: 0,05%; 0,1%; 0,5%, e 1%. Removeram o esmalte da face oclusal, expondo dentina e dividiram os dentes em duas metades com disco de diamante, sob refrigeração. Os dentes do grupo controle foram condicionados com SE Bond sem CHX, já os dentes dos grupos experimentais usaram Clearfil® SE Bond® e as diferentes concentrações de CHX, e restaurados com resina composta

Clearfil AP-X, armazenados em saliva artificial por 24h. Foram seccionados longitudinalmente obtendo-se feixes para serem avaliados e armazenados em água destilada por 24h. Os corpos de prova foram submetidos a uma carga de tração e analisados em estereoscopia. Não observaram nenhuma diferença significativa de imediato na resistência adesiva resina/dentina, tanto no grupo controle como no experimental. Concluíram que o uso da CHX não tem nenhum efeito sobre a resistência da ligação resina/dentina quando a concentração de CHX é inferior a 1%.

Manfro et al. (2010) estudaram a ação da CHX, suas concentrações e o efeito desse composto sobre a força de ligação de um sistema adesivo convencional à dentina em dentes decíduos. Utilizaram 21 molares, hígidos, divididos em três grupos (n = 7). Grupo A: controle. Grupos B e C experimentais. Todos os dentes foram seccionados, a nível dentinário. No grupo A aplicou-se gel de ácido fosfórico a 37% por 15 segundos e a dentina lavada pelo mesmo tempo, secos ao ar por 30 segundos e reidratados com água. Nos grupos B e C, seguiram os procedimentos semelhantes porém, para reidratação utilizou a CHX na concentração de 0,5% e 2% respectivamente, durante 30 segundos. Foi construído um bloco de resina composta, simulando uma restauração, e os dentes foram armazenados em água destilada numa temperatura de 37°C durante 24h antes do ensaio de microtração. Observaram que não houve diferença estatisticamente significativa na resistência de união, entre os grupos testados. Concluíram que as concentrações de CHX 0,5% e 2% não causam efeitos adversos sobre a resistência de união à dentina.

Stanislawczuk et al. (2011) avaliaram o efeito da CHX a 2% contendo ácido, CHX a 2% sem ácido, imediatamente e dois anos após a aplicação e a absorção de nitrato de prata, na união resina/dentina. Usaram 42 molares, que tiveram a superfície do esmalte retirada com lixa de carboneto de silício, expondo assim a

dentina. Os dentes foram divididos aleatoriamente em três grupos. Grupo 1: grupo controle, as superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico 37%, lavadas, secadas e reumidecidas com água, seguidas da aplicação de *primer* e adesivos Prime[®] Bond NT ou Adper[™] Single Bond 2. Grupo 2: procedeu-se com os procedimentos como no grupo controle, porém a dentina foi reumidecida com CHX a 2% contendo ácido. Grupo 3: a dentina foi reumidecida com CHX a 2% por 60 segundos. As superfícies condicionadas, foram restauradas com resina composta Opallis e prepararam os corpos de prova para os testes de microtração imediatamente e dois anos após as aplicações. Para absorção de nitrato de prata, os dentes foram seccionados em feixes e separados de acordo com cada grupo, submersos no nitrato de prata e submetidos aos testes de ANOVA e Tukey ($\alpha = 0,05$). A absorção de nitrato foi mais evidente no grupo controle do que nos grupos experimentais tanto imediatamente ou dois anos após a aplicação de CHX. O uso da CHX a 2%, ou associada com o ácido foi eficaz para reduzir a degradação das ligações da dentina ao longo de 2 anos. Concluíram que o uso apenas da CHX ou adicionada ao ácido pode ser uma excelente ferramenta para aumentar a estabilidade a longo tempo das fibras de colágeno dentro da camada híbrida.

Leitune et al. (2011) pesquisaram a influência da aplicação de CHX a 2% em dentina após o condicionamento ácido com utilização de 40 molares decíduos não cariados e livres de cárie, esfoliados por meio natural. Estes dentes foram seccionados, expondo dentina, sendo essa condicionada com ácido fosfórico a 37% durante 15 segundos e lavados com água corrente. Após os corpos de prova foram divididos em dois grupos de 20 dentes. O grupo teste recebeu uma aplicação de CHX 2% durante 30 segundos antes de aplicar o sistema adesivo de três passos enquanto que o grupo controle recebeu apenas o sistema adesivo. Os dentes foram

restaurados com resina composta Z-100 (3M). Dez dentes foram retirados aleatoriamente e submetidos a um teste de microcilhamento e os restantes foram armazenados em água destilada a uma temperatura de 37°C num período de seis meses antes de testar a resistência de união ao microcislhamento. Nos corpos de prova com o mesmo tratamento dentinário não encontraram diferenças estatísticas significantes. Concluíram que, mesmo em concentrações baixas, e com uma aplicação em curto tempo de 30 segundos, a CHX previne a degradação da camada híbrida afetando positivamente a resistência e prolongando a vida útil das restaurações.

Singla, Aggarwal e Kumar (2011) avaliaram *in vitro* o efeito da CHX a 2% sobre a microinfiltração marginal em cavidades classe II restauradas com adesivo autocondicionante. Usaram 40 terceiros molares inferiores, hígidos e em todas as faces proximais, fizeram cavidades padronizadas classe II e cada preparo foi enxaguado, secado e divididos em dois grupos. No grupo 1: aplicou-se adesivo Adper™ 3M ESPE e restauração com resina nanohíbrida Z-350(3M); grupo 2: aplicou-se CHX 2% e restaurou-se como no grupo 1. Os corpos de prova foram imersos em corante azul de metileno em frascos separados, seláveis a 37°C durante 24 horas. Após a coloração, os dentes foram enxaguados em água corrente para remover o corante residual e as peças radiculares dos dentes foram cortadas seis mm abaixo da junção cimento-esmalte. Partes coronárias foram seccionadas méso-distalmente no centro das restaurações com disco de diamante. A microinfiltração marginal foi avaliada nas margens gengivais em MEV. Concluíram que o uso do desinfetante CHX 2% aumenta a infiltração em cavidades restauradas com único adesivo auto condicionante.

Cavalcante et al.(2012) em uma pesquisa *in vitro e in situ* avaliaram, a curto prazo de tempo, o efeito da CHX a 2% e do cloreto de sódio a 0,9% sobre uma dentina desmineralizada por bactérias cariogênicas, utilizando 85 molares extraídos e armazenados em solução de timol a 4%. *In vitro*, fatias espessas de dentina humana foram imersas durante 5 dias em cultura BHI (Infusão de coração e cérebro), sendo inoculados com *Streptococcus mutans*. *In situ*, 20 voluntários utilizaram dispositivos palatinos feitos de resina acrílica contendo blocos de dentina durante 14 dias. Os fragmentos foram submetidos à CHX a 2% e ao cloreto de sódio numa concentração de 0,9% por cinco minutos (grupo controle). As análises microbiológicas foram realizadas imediatamente antes e depois dos tratamentos; microrganismos foram encontrados em quantidade superiores no grupo controle tanto *in vitro* quanto *in situ*. Concluíram que embora a CHX não elimine os microrganismos completamente, é eficaz na redução da microbiota cultivada em dentina contaminada, sendo adequada para desinfetar os preparos dentários.

Lafuente (2012) pesquisou o efeito da CHX na camada híbrida após os procedimentos restauradores. Usou seis molares e seis pré-molares hígidos extraídos, neles preparou cavidades classe II (MO-OD) usando broca carbide 558. Os dentes foram separados em dois grupos (n=6). No grupo controle aplicou-se ácido fosfórico a 37% por 30 segundos, lavou-se em água abundante secou-se e aplicou-se adesivo Bond Adper ou Adper™ SE Plus e restauração com resina composta (Filtek Supreme XT, cor A2). No grupo experimental após o condicionamento ácido, aplicou-se CHX a 2%, adesivo e resina composta como no grupo controle. Os dentes foram seccionados no mesmo sentido mesio-distal com disco de diamante, e armazenados em água durante quatro meses a uma temperatura de 37°C. Os corpos de prova foram observados em MEV e analisados

pelo teste Kruskal-Wallis. Observaram que no grupo experimental todos os dentes apresentaram uma camada híbrida clara, já no grupo controle apenas metade dos dentes apresentaram camada híbrida clara. Os autores concluíram que o uso da CLX 2% antes da aplicação do sistema adesivo reduziu a deterioração da camada híbrida quando exposta a água, mas sem efeito na formação da interface adesiva ou dos *tags* resinosos nos túbulos dentinários.

A degradação das fibras colágenas é um dos fatores que limita a longevidade da união à dentina. Das teorias propostas para aumentar essa longevidade, destacam-se a inibição de enzimas colagenolíticas e a remineralização das fibras colágenas expostas e não envoltas pelos sistemas adesivos. Assim, o objetivo desse trabalho foi comparar o efeito sobre a resistência de união de sistemas adesivos do pré-tratamento da dentina com CHX, nas concentrações de 0,2 e 2%, e com uma pasta remineralizante (MI Paste-GC). Foram utilizadas 80 lâminas de dentina, com 2mm. de espessura, obtidas a partir do desgaste de incisivos bovinos. Com pontas diamantadas nº 3131 foram realizadas cavidades padronizadas. Nos grupos controles foram aplicados os sistemas adesivos Single Bond Universal® (3M ESPE), na proposta autocondicionante, e Clearfil SE Bond® (Kuraray), conforme as recomendações dos fabricantes. Nos demais grupos, houve o pré-tratamento da dentina com Digluconato de Clorexidina, 0,2 e 2%, durante um minuto e com a MI Paste, durante três minutos. As cavidades foram restauradas com a resina Z350 XT(3M ESPE). Após 24 horas de armazenagem foi realizado o teste de *push-out*, numa velocidade de 0,5 mm/min. Para um mesmo adesivo não houve diferença na resistência de união. Entre os adesivos, houve diferença para os tratamentos com MI Paste e CHX 0,2%, ambos em favor do Single Bond Universal®, respectivamente, 15, 22 e 20,25 Mpa. Os diferentes pré-tratamentos não alteraram a resistência de

união imediata à dentina, apenas houve diferenças quando foram feitas comparações entre os adesivos (SANTOS et al.,2014).

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo desta pesquisa, *in vitro*, foi verificar pela Espectroscopia Raman a interferência do uso Digluconato de Clorexidina na interdifusão da porção resinosa do sistema adesivo com as fibrilas de colágeno no interior dos túbulos dentinários desmineralizados.

4 METODOLOGIA

Este projeto de pesquisa foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa Humanas da Universidade Federal de Juiz de Fora, parecer 875.792/2014, (em anexo). Utilizou-se 20 pré-molares humanos hígidos com indicação ortodôntica de exodontia, obtidos do Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia, UFJF. Após a exodontia, os mesmos foram limpos manualmente com curetas periodontais (Gracey n° 5 e 6) para a remoção de tecidos periodontais e armazenados em água destilada, sob refrigeração, por um período máximo de três meses, sendo trocada a água semanalmente para evitar proliferação fúngica (LOGUERCIO et al., 2009).

Neste trabalho foram utilizadas superfícies vestibulares dos pré-molares extraídos formando dois grupos com 10 corpos de prova cada, que passaram por uma profilaxia com taça de borracha (Vicking®) em micromotor de baixa rotação (Kavo®), pedra-pomes e água (Herjos®). Com turbina de alta rotação (Extra Torque 605 kavo®), na face vestibular de cada pré-molar foi preparada uma cavidade classe V com refrigeração água/ar, com as seguintes dimensões: 4mm de largura mesio-distal, 2mm altura gengivo-oclusal, 2mm de profundidade e término gengival 1mm acima da junção amelocementária com broca carbide 957 (JET Lote 4431425) (Figura 7).



Figura 7- Pré-molar com cavidade classe V

Em seguida, foram realizadas lavagens com spray ar/água através de seringa tríplice, sendo dispendidos 15 segundos para cada procedimento, devidamente cronometrado com Crômetro Digital Profissional (Vollo® VI512). Cada grupo recebeu o sistema adesivo convencional que foi homogeneizado e manipulado conforme as instruções do fabricante.

O sistema adesivo empregado no presente estudo foi o de três passos, condicionamento ácido total 35% (Scotchbond Multi Purpose™ 3M/ESPE) como listado na Tabela 3:

Scotchbond Multi Purpose	Composição química	Concentração(%)
Condicionador Lote: N°326199	H ₃ PO ₄	35%
Primer Lote N°481327	H ₂ O	45%
	HEMA (hidroxietilmetacrilato)	40%
	Copolímero de ácido itaônico	15%
Adesivo Lote N°515442	Bis-GMA (bisfenol-A- glicidilmetacrilato)	65%
	HEMA (hidroxietilmetacrilato)	30%
	Trifenilantimônio	5%

Tabela 3- Sistema adesivo dentinário e suas características de acordo com o fabricante

Cada dente foi restaurado com resina composta fotopolimerizável nanoparticulada 3M ESPE Filtek™ Z350 XT *Universal Restorative* cor A3D, como mostrado na Tabela 4.

Resina composta	Composição química
Z-350 Lote N°811382	Bis-GMA, UDMA (dimetacrilato de uretano), TEGDMA (Trietileno glicol dimetacrilato), Bisfenol A polietileno glicol diéter dimetacrilato, Zircônia, Sílica, Cerâmica silanizada tratada

Tabela 4 – Características da resina composta Z350

O primeiro grupo – G1: 10 dentes foram restaurados com o sistema adesivo convencional de três passos com condicionamento com ácido fosfórico em forma de gel a 35%, por 15 segundos, em toda a extensão de esmalte/dentina, lavada pelo mesmo tempo e secada apenas superficialmente utilizando-se leve jato de ar e deixando-se a dentina visivelmente úmida. Aplicou-se o *primer* com um *microbrush*, secando-se levemente por 5 segundos. Em seguida, foi aplicado o adesivo, leve jato de ar para espalhamento do material e fotoativação por 20 segundos pelo Fotopolimerizador - Altlux® I 1200 mW.(FIGURAS 8,9,10,11,12 e 13) e restaurados utilizando a técnica incremental mista, realizada na face vestibular dos corpos de prova, com três incrementos: a) 1º e 2º incrementos oblíquos no sentido ocluso-cervical de ± 2 mm; b) 3º incremento oblíquo de $\pm 2,0$ mm, completando a cavidade em direção oclusal. Não foi realizado polimento na restauração final.



Figura 8- Sistema adesivo (Scotchbond Multi Purpose™ 3M/ESPE)



Figura 9- Aplicação de ácido fosfórico em forma de gel a 35%.



Figura 10- Aplicação de primer.

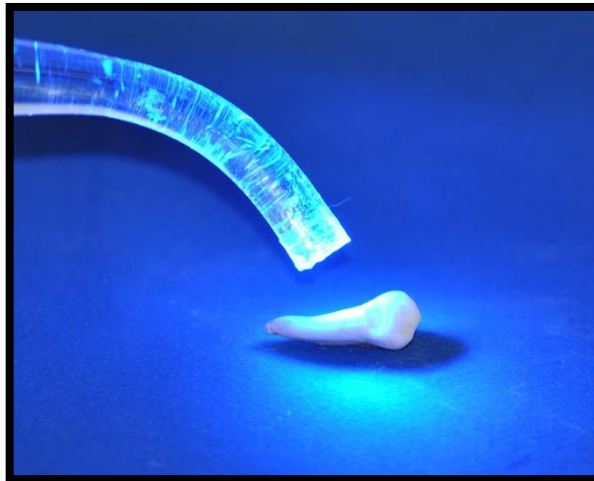


Figura 11- Aplicação do adesivo e fotopolimerização por 20s.



Figura 12- Restauração com resina composta fotopolimerizável (Z350 - 3M/ESPE).



Figura 13- Dente restaurado.

No segundo grupo - G2: Após o condicionamento ácido, fez-se a aplicação do Digluconato de Clorexidina 2% na superfície dentinária durante 30 segundos e seca com um breve jato de ar. Em seguida, aplicou-se o sistema adesivo e restauração conforme o Grupo 1 (FIGURA 14).



Figura 14- Digluconato de Clorexidina 2%

Os corpos de prova foram termociclados por 1000 ciclos entre 5°C e 55°C \pm 2°C para simular o meio bucal (FIGURA 15).



Figura 15- Termocicladora

Os 20 corpos de prova foram seccionados paralelamente à face lingual com um disco de diamante por micrótomo de marca Labcut 1010 (Low Speed Diamond

Saw®) em rotação anti-horária cerca 0,3mm de espessura sob refrigeração para expor a superfície da dentina (FIGURA 16). A face lingual, após ser pincelada com cola em bastão, foi posicionada sobre lâminas de vidro para microscópio.



Figura 16 - Labcut 1010 Low Speed Diamond Saw

Após serem seccionados e armazenados em água destilada, os corpos de prova seguiram imediatamente para caracterização das estruturas químicas da interface dente/restauração, pelo espectrômetro FT-Raman, marca Bruker Optics®, modelo RFS100, com microscópio acoplado permitindo espectros de áreas macroscópicas no diâmetro de aproximadamente 1 mm e microscópicas em torno de 15 μ m; equipado com um laser Nd+3/YAG operando em 1064nm e um detector Ge-diode resfriado com nitrogênio líquido, resolução espectral de 4 cm⁻¹, média de 1024 acumulações e com potência utilizada de 200 mW (FIGURA 17).



Figura 17- Espectrômetro FT-Raman, marca Bruker Optics®.

Após a obtenção dos espectros, observou-se as diferenças na composição química da camada híbrida entres os grupos estudados.

5 RESULTADOS

Os espectros Raman, na região de 0 a 1800 cm^{-1} , representativos da dentina humana é mostrada na Figura 18. As principais bandas Raman, mostradas na dentina são bem nítidas, a banda mais intensa em 960 cm^{-1} é atribuída ao fosfato da dentina (modo de estiramento simétrico, de PO_4^{3-}), assim como a região de características mais amplas das bandas 438 e 584 cm^{-1} (dois modos do composto O-P-O). A banda em 1070 cm^{-1} é atribuída ao carbonato da parte mineral dentinária (modo de estiramento simétrico, de CO_3^{2-}). A matriz colágena dentinária apresenta suas características associadas às bandas 1667 cm^{-1} (arcabouço da amida I), 1453 cm^{-1} (CH₂), 1273 cm^{-1} (amida III) e 1242 cm^{-1} (amida III). A banda em 1667 cm^{-1} apresentou-se alargada e pouco resolvida, característica de uma sobreposição com outras bandas, não sendo utilizada nos procedimentos de ajuste.

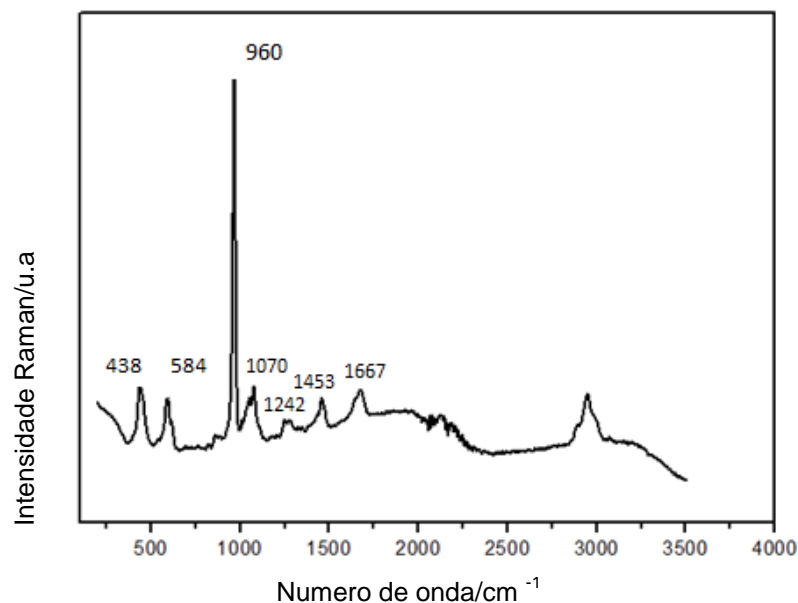


Figura 18 - Espectro Raman da dentina humana.

Os espectros Raman, na região de 0 a 1800 cm^{-1} , representativos do sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose 3M/ESPE (Figura 19) apresenta bandas intensas localizadas em 1720 cm^{-1} (grupo carbonila C=O), 1609 cm^{-1} (fenil C=C), 1453 cm^{-1} (CH_2), 1113 cm^{-1} (C-O-C) e 2781 cm^{-1} (carbonila). Essas bandas estão associadas aos monômeros de metacrilato. Em particular, as bandas em 1609 e 1113 cm^{-1} são associadas ao monômero BisGMA.

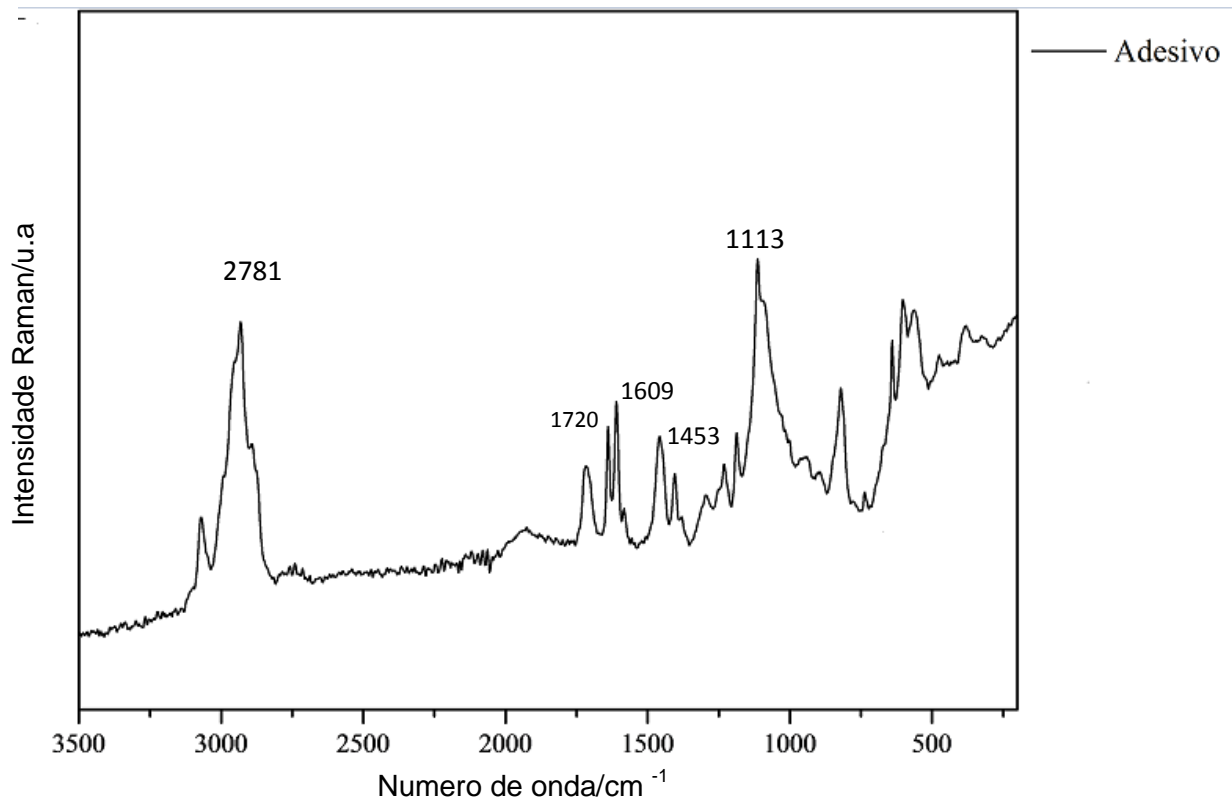


Figura 19 - Espectro Raman do sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose 3M/ESPE

As designações e número de onda das bandas foram baseadas na literatura, e apresentadas nas tabelas 5 e 6.

Dentina		
Número de ondas /cm⁻¹	Grupo característico	Denominação
960	(PO ₄ ³⁻)	Fosfato
1070	(CO ₃)	Carbonato mineral
1242	(C-N)	Amida III
1273	(C-N-H)	Amida III
1453	(- CH ₂)	Hidrocarboneto
1667	(C=O)	Amida I

Tabela 5 – Vibrações moleculares na Espectroscopia Raman da dentina humana

Scotchbond Multi Purpose 3M/ESPE		
Número de ondas /cm¹	Grupo característico	Denominação
1113	(C-O-C)	Deformação axial assimétrica de C-O-C
1453	(CH ₂)	Deformação angular assimétrica de hidrocarboneto
1609	(C=C)	Deformação axial de aromáticos
1720	(C=O)	Banda larga atribuída a diferentes grupos C=O
2781	(CH)	Estiramento CH

Tabela 6- Vibrações na Espectroscopia Raman do sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose 3M/ESPE

As Figuras 20 e 21 são fotomicrografias da região da interface adesivo/dentina de corpos de prova do Grupo sem CHX a 2% e do grupo com CHX a 2%, respectivamente. As fotomicrografias apresentaram contraste suficiente entre as estruturas constituintes da interface, permitindo a pronta identificação da posição no qual os espectros Raman foram obtidos.

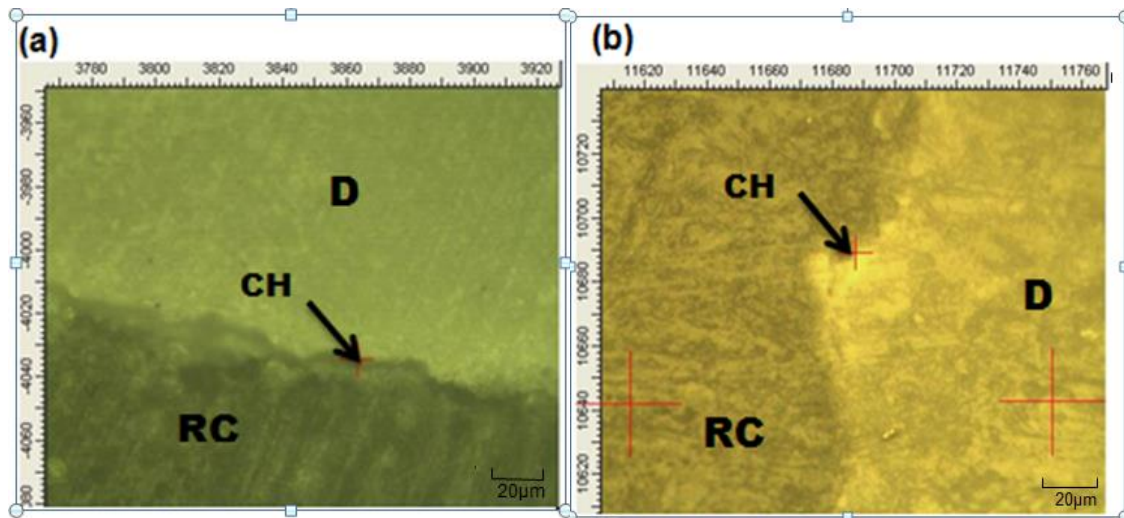


Figura 20 - Fotomicrografias das interfaces adesivo/dentina do Grupo 1, sem CHX.
Legenda: (a) e (b) Adesivo convencional de 3 passos (Scotchbond Multi Purpose 3M/ESPE sem limpeza cavitária com CHX. Resina Composta (RC); Camada híbrida (CH); Dentina (D).

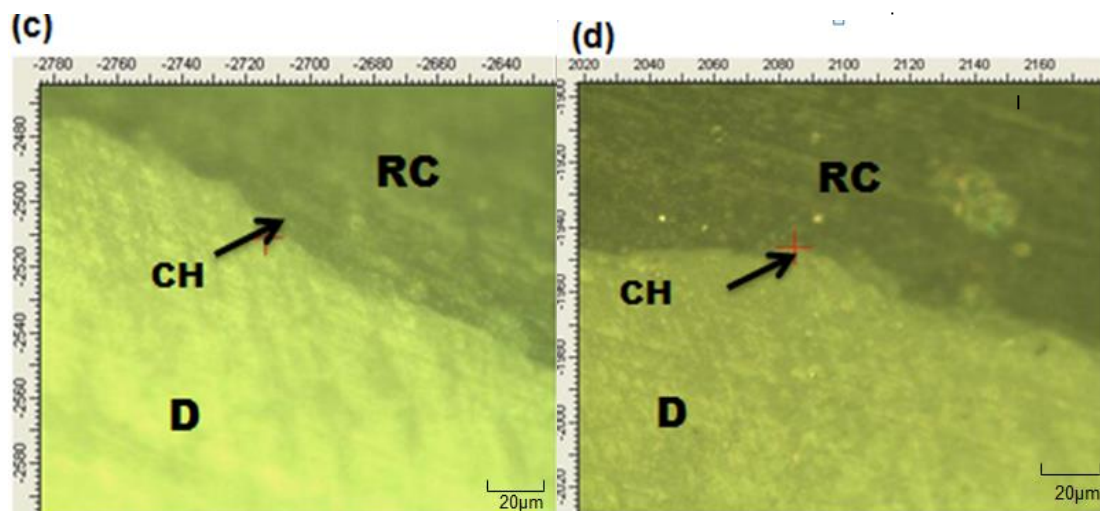


Figura 21 - Fotomicrografias das interfaces adesivo/dentina do Grupo 2, com CHX.
Legenda: ((c) e (d) Adesivo convencional de 3 passos (Scotchbond Multi Purpose 3M/ESPE) com limpeza cavitária com CHX. Resina Composta (RC); Camada híbrida (CH); Dentina (D).

A Figura 22 representa a sequência de espectros de uma varredura linear da zona de interface adesivo/dentina, no mapeamento da zona de interdifusão resinosa do Grupo 1, sem lavagem cavitária com clorexidina 2%

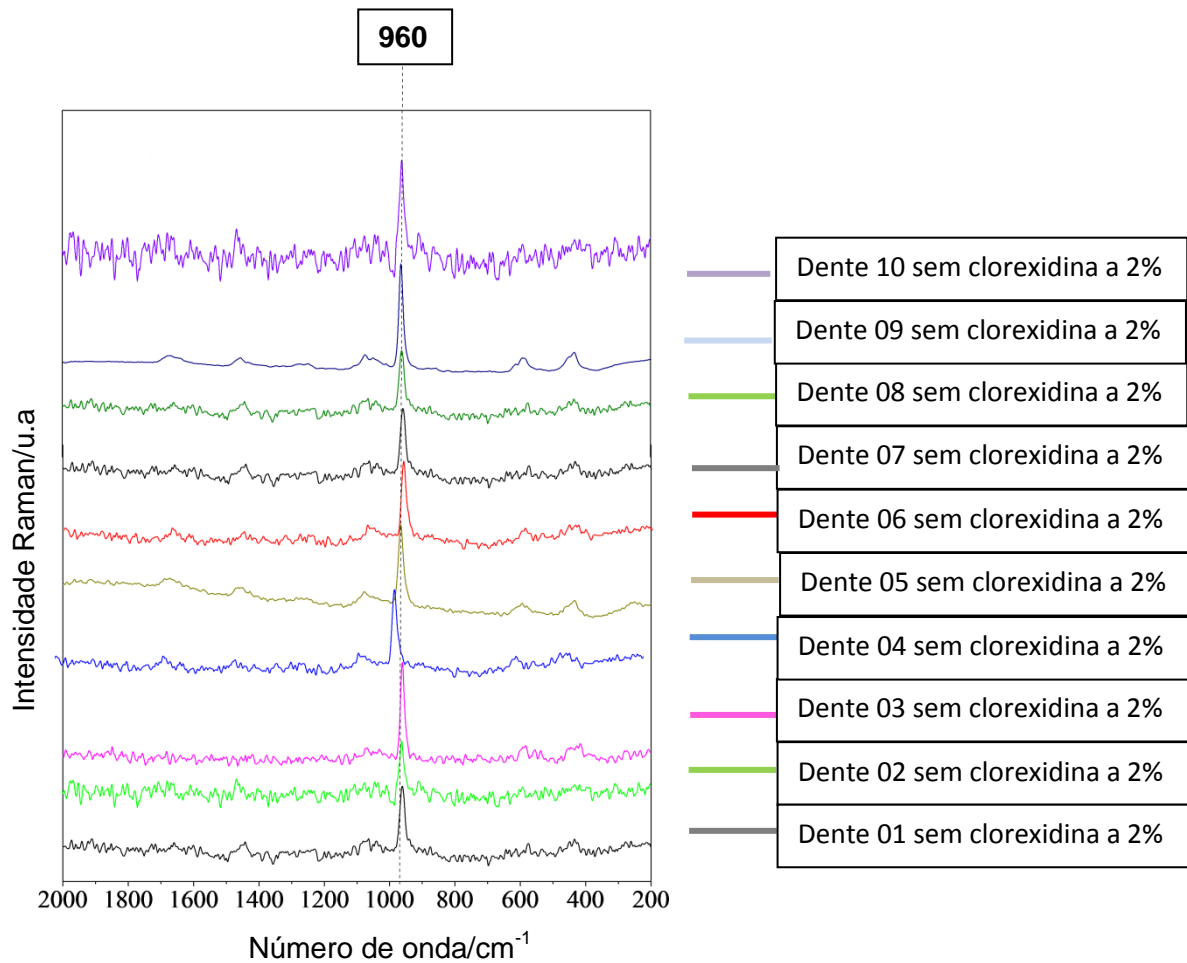


Figura 22 – Espectros de 10 dentes com restauração de resina composta sem aplicação de Digluconato de Clorexidina a 2% como agente de limpeza cavitária.

No grupo tratado sem Digluconato de Clorexidina a 2% pode-se verificar uma menor impregnação do adesivo na camada híbrida e insuficiente exposição das fibrilas de colágeno nas paredes dos túbulos dentinários - dentina peritubular- dada a evidência de traços de fosfato marcado pela banda de intensidade Raman em 960 cm^{-1} e fraca captação de bandas determinantes de hibridização, tais como bandas atribuídas ao colágeno e ao componente resinoso.

Já a Figura 23 representa a sequência de 10 espectros da camada híbrida de dentes tratados com Digluconato de Clorexidina a 2%.

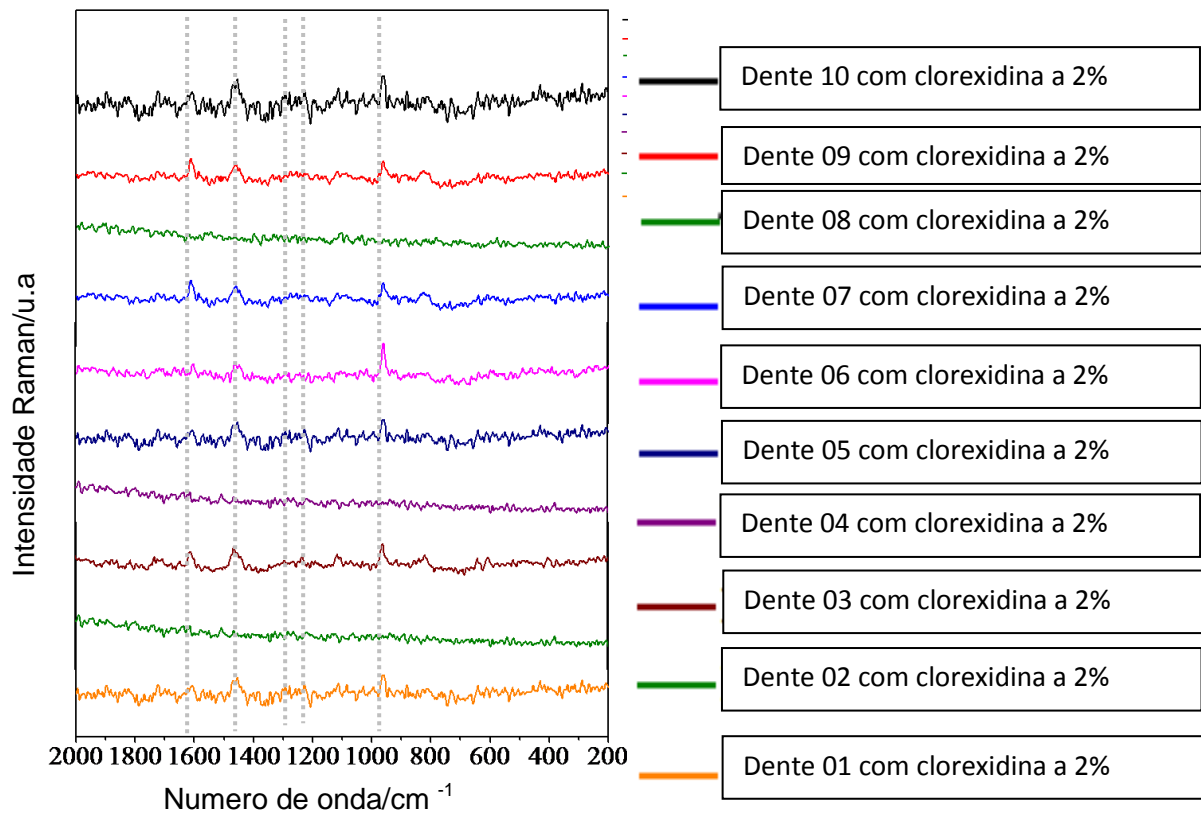


Figura 23 – Espectros de 10 dentes com restauração de resina composta utilizando Digluconato de Clorexidina a 2% como agente de limpeza cavitária.

Já no grupo tratado com Digluconato de Clorexidina a 2% pode-se observar uma menor intensidade das bandas do grupamento mineral com bandas de fosfato menos intensas e outras bandas alargadas e pouco resolvidas, típicas de sobreposição e entrelaçamento de compostos, mas ainda permanecendo bandas identificativas de matriz de colágeno dentinária associadas às bandas 1667 cm⁻¹ (arcabouço da amida I); 1273 cm⁻¹ (amida III) e 1242 cm⁻¹ (amida III) e bandas associadas ao componente resinoso localizados em 1720 cm⁻¹ (grupo carbonila

C=O), 1453 cm^{-1} (grupo CH_2). Característica de uma difusão e distribuição dos monômeros resinosos através dos túbulos dentinários ratificada pela diminuição de intensidade relativa de bandas de PO_4^{3-} , ou seja, comparando-se as figuras 22 e 23, há um menor grau de mineralização da dentina peritubular, indicando a reexpansão da malha colágena/resina provocada pelo Digluconato de Clorexidina.

DISCUSSÃO

O mecanismo básico de união dos materiais restauradores estéticos ao esmalte e à dentina ocorre essencialmente por um processo de troca, o qual envolve a substituição dos minerais removidos dos tecidos dentais duros por monômeros resinosos, que se infiltram e são polimerizados nas porosidades criadas, promovendo uma adesão micromecânica (RETIEF et al., 1991; NAKABAYASHI, KOJUMA e MASUHARA,1982). No entanto, o sucesso clínico das restaurações depende da efetividade e durabilidade dessa interface, o que torna necessário o conhecimento sobre os substratos dentários nos quais os sistemas adesivos serão aplicados e o mecanismo pelo qual ocorre esta união (NAKABAYASHI, KOJUMA e MASUHARA, 1982; MUNCK et al., 2005; FRANCESCANTONIO et al., 2008).

A quarta geração de adesivos representou uma mudança na linha de pensamento em vez de um avanço no desenvolvimento dos materiais. Estes adesivos passaram a preconizar a aplicação de ácido fosfórico no esmalte e dentina, com o objetivo de remover por completo a *smear layer* composta de partículas orgânicas e inorgânicas, sobretudo cálcio e fosfato (GULABIVALA et al., 2005) e expor a malha de colágeno, nos estudos que comparavam as características da interface adesivo/dentina afetada por cárie e dentina saudável (HAJ-ALI et al.,2006). Estes adesivos ainda são os que asseguram a adesão ao esmalte mais estável, previsível, consistente e eficaz, representando o padrão ouro dos adesivos contemporâneos (PEUMANS et al., 2005; LOGUERCIO et al., 2007; AMARAL et al.,2013). A superioridade desta classe de adesivos deve-se à excelente interdigitação com o esmalte, resultante de um padrão de condicionamento retentivo e que por sua vez é acompanhado por uma boa hibridização da dentina (GARONE

NETTO, 2003; BRACKETT et al., 2007; LOGUERCIO et al., 2007; AMARAL et al., 2013), apesar que nos estudos de Cunha et al.(2007), Reis et al. (2014) e Pavani et al.(2014) a comparação dos adesivos convencionais, apresentaram comportamento clínico satisfatório e semelhante, aos autocondicionantes já que os adesivos convencionais apresentam etapas críticas durante a realização da técnica, como o sobrecondicionamento ácido e a secagem excessiva após a lavagem.

A permeabilidade do substrato dentinário e a difusão dos monômeros resinosos são fatores essenciais para uma hibridização de qualidade, permitindo um encapsulamento mais eficaz das fibrilas colágenas (XU et al., 1997; WIELICZKA et al.,1996). Para SPENCER et al.(2001), a dentina mineralizada é relativamente impermeável aos monômeros resinosos, pois o condicionamento ácido da dentina remove a fase mineral aumentando a porosidade do substrato, no entanto os estudos de Oda et al. (2001), Wieliczka et al. (1996) e Spencer e Wang (2001) que avaliavam morfologicamente a união adesivo/resina composta e dentina em estudos comparativos por MEV, demonstraram a permanência de áreas mineralizadas na dentina peritubular, pelo maior conteúdo mineral desta e a fraca interdigitação do colágeno com a resina composta.

Os monômeros resinosos podem penetrar na dentina desmineralizada através dos túbulos dentinários, e via espaços interfibrilares ao redor das fibras colágenas da dentina intertubular condicionada (HAJ-ALI et al., 2006; PERDIGÃO e RITTER, 2003). Então, em estudos onde houve a caracterização da interface adesivo/dentina dos corpos de prova após restaurações adesivas através de Espectroscopia Raman Transformada de Fourier (FT-Raman), técnica esta, não destrutiva e que fornece informações sobre as moléculas químicas das estruturas presentes nos corpos de prova, (SUZUKI et al.,1991) revelaram que o adesivo

penetra menos de 2µm na dentina desmineralizada (WIELICZKA et al.,1996; SPENCER; WANG, 2001). Por sua vez, Spencer et al.(2001); Haj-Ali et al.(2006) e Cunha et al. (2007) corroborando com estes resultados analisados pela Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Espectroscopia Raman, ainda concluíram que há uma forte evidência de um colapso da matriz colágena sobre si mesma após o condicionamento ácido impedindo uma completa difusão dos monômeros por entre as fibrilas e, conseqüentemente, levando a falhas na hibridização.

Detritos de *smear layer* que não se dissolveram após o tratamento ácido e inibem a formação de um selamento hermético em nível da interface adesivo/dentina (WANG e SPENCER 2012; SPENCER et al.,2001) tornam necessária a pesquisa por um material que promova vedamento ideal, limpeza cavitária, prevenção de microinfiltração nas restaurações e qualidade da camada híbrida (LEUNG et al.,1980; NAGEM FILHO,1985; FRANCO et al. 2007; MUNCK et al.,2005).

O Digluconato de Clorexidina é preconizado como agente de limpeza cavitária, sendo efetivo em penetrar no interior dos túbulos dentinários para remover os resíduos existentes (FRANCO et al., 2007), a invasão de bactérias, produtos tóxicos, toxinas bacterianas e ácidos (FRANCISCHONE et al.,1984; RETIEF et al.,1991).

Azevedo et al. (2010) avaliou o efeito da CHX sobre a qualidade da camada de híbrida em dentes não cariados restaurados com adesivo Single Bond e resina composta Z250, grupos tratados sem CHX e com CHX foram examinados por MEV e os dados obtidos foram analisados estatisticamente pelos testes qui-quadrado e t de Student ao nível de 5% de significância. Os resultados mostraram que o procedimento clínico restaurador usando CHX não interfere significativamente nas características morfológicas da camada híbrida.

Ainda estudos através de MEV, analisaram a adesão causada pelos sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes: Single Bond(SB), Bond Clearfil Tri S (CTSB) e Scotchbond Multipurpose (SMP), (CAMPOS et al., 2009) e Clearfil SEBond (CSEB) (CAMPOS et al., 2009; ZHOU et al., 2010) após a reidratação com Digluconato de Clorexidina 0.12% e 2% (CAMPOS et al., 2009) e 0,05%; 0,1%; 0,5%, e 1% (ZHOU et al., 2010). Foram estabelecidos grupos controles para cada um dos sistemas adesivos. Os corpos de prova foram imediatamente submetidos a testes de microtração. Os efeitos da CHX 2% foram estatisticamente significativos ($p < 0,01$) para os adesivos. Concluíram que a CHX nas concentrações de 0,12% e 2% não mostraram qualquer influência sobre a imediata microtração em ambos os sistemas adesivos testados, porém, desinfetantes à base de CHX em concentrações superiores a 0,12% devem ser evitados antes dos sistemas adesivos CSEB e CTSB, pois podem reduzir a força de ligação do adesivo e resina composta (CAMPOS et al., 2009).

Sobre o Digluconato de Clorexidina (SILVA et al.,1997; LOGUERCIO et al., 2009) concluíram que a utilização de CHX, mesmo sendo em baixa concentração é suficiente para preservar as interfaces da resina/dentina. Stanislawczuk, Reis e Loguercio (2009) e Lafuente (2012) ainda ratificaram que na concentração de 2% há uma diminuição da perda de adesão nos adesivos AdperTM Single Bond e Prime & BondTM testados sob tensão e analisados em MEV com consequentemente melhor efetividade de ação na camada híbrida.

Suspeita-se que a ativação das MMP, presentes na dentina ou na saliva, esteja envolvida na degradação das fibrilas de colágeno expostas devido à incompleta infiltração da resina adesiva previamente condicionada com ácido, o que explica a progressiva diminuição da camada híbrida observada tanto *in vitro* como *in*

vivo ao longo do tempo (KOMORI et al., 2009; HASHIMOTO et al., 2002). Entretanto com a aplicação da CHX a 2%, pelo seu potencial de inibição das MMPs (KOMORI et al, 2009) por conseguinte, favorece a integridade da camada híbrida e a não degradação das fibrilas de colágeno expostas (AMARAL et al, 2013; CARRILHO et al., 2007).

Nas restaurações de resina composta, condicionada com ácido fosfórico a 35%, enxaguadas durante 30 segundos em água corrente, secadas, reidratadas com Digluconato de Clorexidina a 2%, ao analisarem a resistência adesiva, imediatamente após ter sido aplicado esse antimicrobiano, notou-se a redução da microbiota cultivada em dentina contaminada e na reexpansão das fibrilas colágenas, favorecendo a adesão, (FRANCO et al., 2007; SILVA et al.,1997; MENDES, ZENÓBIO e PEREIRA,1995; Hebling et al., 2005; MOHAMMADI e ABBOT, 2009; CAVALCANTE et al., 2012) e um melhor entrelaçamento micromecânico, que forma uma estrutura mista de matriz colágena envolvida pela resina, aumentando a longevidade da camada híbrida (PERDIGÃO e RITTER, 2003), sendo assim, a CHX a 2 % torna-se adequada para limpeza dos preparos dentários.

Mediante aos estudos de Silva et al.(1997); Hebling et al.(2005); Franco et al. (2007); Mohammadi e Abbot (2009); Cavalcante et al.(2012) que corroboram com resultado dessa pesquisa onde o grupo tratado com Digluconato de Clorexidina a 2% e analisado por Espectroscopia Raman apresentou uma maior interdigitação de fibras colágenas e material resinoso, pode-se assim afirmar que o Digluconato de Clorexidina é preconizado como agente de limpeza cavitária, sendo efetivo em penetrar no interior dos túbulos dentinários para remover os resíduos existentes e reidratar a trama colágena.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

- Pode-se afirmar que a utilização de Digluconato de Clorexidina a 2% como agente de limpeza cavitária é um procedimento seguro e eficiente aos Cirurgiões-dentistas para melhor qualidade das restaurações estéticas diretas, e em longo prazo, os mesmos corpos de prova serão analisadas em estudos futuros para se observar a longevidade da efetividade do material.
- E a análise por Espectroscopia Raman permite aumentar as perspectivas de serem desenvolvidos vários estudos em diversas áreas tais como: a odontologia, alimentos, artes, microorganismos entre outros.

CONCLUSÃO

Após análise em Espectroscopia Raman e nos resultados encontrados, que corroboram com a metodologia estudada, concluiu-se que:

- O grupo tratado com Digluconato de Clorexidina a 2% apresentou uma diminuição significativa da intensidade das bandas da porção mineral, claramente envolvida com aumento do caráter amorfo da região que está obtendo o sinal, sugerindo maior entrelaçamento de fibras colágenas e material resinoso comparadas ao grupo sem Digluconato de Clorexidina a 2%.

REFERÊNCIAS

AMARAL, M.; BELLI, R.; PETCHELD, A.; LOHBAUER, U. Adhesive Performance of New Coupling Agents to Sandblasted Zirconia. **IADR**, Seattle, 2013.

ALMEIDA M. R. et al. Application of ft-raman spectroscopy and chemometric analysis for determination of adulteration in milk poder. **Analytical Letters**,v. 45,p. 1–14, 2012.

AMERICAN DENTAL ASSOCIATION- ADA. Council on dental materials, instruments and equipment Dentin bonding systems an update.. **Am. Dent Assoc.** v. 14, n. 1 , p.9 1 -4, 1987.

AZEVEDO, T. D. P. L. et al. Evaluation of chlorhexidine on the quality of the hybrid layaer in noncarious primary teeth : an in vitro study. **Journal of Dentistry for Chiildren**, v.77, n.1, p.25-31, 2010.

BARATIERI, L.N. et al. Odontologia Restauradora: Fundamentos e Possibilidades. **Liv. Santos Ed.** São Paulo, p. 361-71, 2001.

BRACKETT, W. W. et al. The effect of chlorhexidine on dentin hybrid layers *in vivo*. **Operative Dentistry**, v.32, n.2, p.107-111, 2007.

BUONOCORE, M.G; WILEMAN, W. ; BRUDEVOLD, F. A. Report on a resin composition capable of boding to human dentin surfaces. **J Dent Res.** v.35, n.6, p. 846-51, 1956.

CAMPOS, E. A. et al. Influence of chlorhexidine concentration on microtensile bond strengthof contemporary adhesive systems. **Braz Oral Res**,v.23, n.3, p.340-345, 2009.

CAMPOS N. S. Espectroscopia Raman e Quimiometria– Emergentes ferramentas analíticas para produtos cárneos. **Núcleo de Espectroscopia e Estrutura Molecular (NEEM)**, Departamento de Química, Universidade Federal de Juiz de Fora, 2014.

CARRILHO, M. R. O. et al. Chlorhexidine preserves dentin bond *in vitro*. **J Dent Res**, v.86, n.1, p.90-94, Jan. 2007.

CARVALHO, R.M. Adesivos dentinários: fundamentos para aplicação clínica. **Rev. Dent. Res.**, v.1, n.2, p. 62-96, 1998.

CAVALCANTE, F. M. et al. Antimicrobial effect of chlorhexidine digluconate in dentin: In vitro and in situ study. **J Dent Conserv**, v.15, n.1, p.22-26, Jan/Mar. 2012.

CUNHA, L. A. et al. Análise de fatores etiológicos relacionados à sensibilidade pós-operatória na odontologia estética adesiva. **Rev.Odonto. Univer.** São Paulo. v.19,n.1,p.68-76, jan./abr.2007.

FRANCESANTONIO, M.; AGUIAR, T. R.; AMBROSANO, G. M. B. Avaliação da resistência de união de novos sistemas adesivos ao esmalte e dentina. **Rev. Bras. Odontol.** v. 65, n. 2, p. 177- 180, 2008.

FRANCISCHONE, C. E.; CÂNDIDO, M. S. M.; BERBERT,A.; MONDELLI, J.; PEREIRA, JC. Efeito de alguns agentes de limpeza sobre a dentina, observado através de microscopia eletrônica de varredura. **Estomatologia e Cultura**, v. 14, n. ½,p. 49-56, 1984.

FRANCO, A.P.G.O.; SANTOS, F.A.; MARTINS, G.C.; PILATTI, G.; GOMES, O.M.M.; GOMES, J.C. Desinfecção de cavidades com clorexidina. **Ci. Biol. Saúde**, Ponta Grossa, v.13, n.1/2, p.53-58, mar./jun. 2007.

GARONE FILHO, W. Adesão em esmalte e dentina. **Artes Médicas**, São Paulo, p. 27-55, 2002.

GARONE NETTO, N. Introdução à Dentística Restauradora. **Editores Santos**, São Paulo, 2003.

GULABIVALA, K.; PATEL, B.; EVANS, G. Effects of mechanical and chemical procedures on root canal surfaces. **Endodontic Topics**. v.10, n.1, p.103- 122, 2005.

HAJ- ALI, R.; WALKER, M.; WILLIAMS, K.; WANG, Y.; SPENCER, P. Histomorphologic characterization of noncarious and caries-affected dentin/adhesive interfaces. **J. Prosthodont.** v.15,n. 2, p.82-8, 2006.

HANLONE.B., MANOHARAN R., KOO T.W., SHAFER K.E., MOTZ J.T., FITZMAURICE M., KRAMER J.R., ITZKAN I, DASARI RR, FELD M.S. Prospects for in vivo Raman spectroscopy. **Phys Med Biol.** v.45, n.2,p.59, 2000.

HEBLING, J.; PASHLEY, D.H.; TJÄDERHANE, L.; TAY, F.R; Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo. **J Dent Res.** v. 84, n.8,p.741-6, Aug. 2005.

JACOBSEN, T.; SÖDERHOLM, K.J.M. Some effects of water on dentin bonding. **Dent Mater.**v. 11, n.2,p.132-6, 1995.

KANKA,J. Resin bonding to wet substrate. I – Bonding to dentin. **Quintessence Int.** Berlin, v. 23, n. 1, p. 39-41, 1992.

KOMORI, P. C. P. et al. Effect of chlorhexidine digluconate on the bond strength to normal versus caries-affected dentin. **Operative Dentistry,** v.34, n.2, p.157-165. 2009.

LAFUENTE. D. SEM Analysis of hybrid Layer and bonding interface after chlorhexidine use. **Dent Oper,** v.37, n.2, p.172-180, Mar/Apr. 2012.

LEITUNE, V. C. B. et al. Influence of chlorhexidine application on longitudinal adhesive bond strength in deciduous teeth. **Braz Oral Revis,** v.25, n.5, p.388-392, Sep/Oct. 2011.

LEUNG, R. L. Effect of Dycal on bacteria deep carious lesions. **Journal of American Dental Association,** v. 100, n. 2,p.193-197, 1980.

LOGUERCIO, A. D.; REIS, A.; COSTA, C. A. S. Biocompatibilidade. Materiais dentários diretos: dos fundamentos à aplicação clínica. **Santos.** São Paulo, p. 33-54, 2007.

LOGUERCIO, A. D. et al. Influence of chlorhexidine digluconate concentration and application time on resin–dentin bond strength durability. **Eur J Oral Sci,** v.117, p.587-596, 2009.

MAIA L. F. et al. Raman Spectroscopic Study of Antioxidant Pigments from Cup Corals *Tubastraea* spp. **J. Phys. Chem. A,** v. 118,p. 3429–343, 2014.

MANFRO, A. R. G. et al. Effect of chlorhexidine concentration on the bond strength to dentin in primary teeth. **Rev Odonto Ciênc**, v.25, n.1, p.88-91, 2010.

MENDES, M.M.S.G.; ZENÓBIO, E.G.; PEREIRA, O. L. Agentes químicos para controle de placa bacteriana. **Revista Periodontia**, p.253-6, jul/dez, 1995.

MOHAMMADI, Z.; ABBOTT, P.V. The Properties and Applications of Chlorhexidine in Endodontics. **International Endodontic Journal**, v.42, p. 288-302, 2009.

MUNCK, J., et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. **J. Dent. Res.** v.84, n.2, p.118- 132, fev.2005.

NAGEM FILHO, H. Materiais para limpeza de cavidades. **Grupo Brasileiro de Materiais Dentários**, p.13, 1985.

NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mater Res.** v. 16, n.3, p. 265-73, May.1982.

NUNES, M. F.; SWIFT JR, E. J. ; PERDIGÃO, J. Effects of adhesive composition on microtensile bond strength to human dentin. **Am. J. Dent.** v. 14, n. 6, p. 340-343, 2001.

NUNES, E. et al. Requirements for a composite resin restoration: case report. **Braz. Dent. J.** v. 13, n. 2, p. 137- 141, 2002.

ODA, M.; ZÁRATE-PEREIRA, P.; MATSON E. Estudo in vitro da microinfiltração marginal em cavidades submetidas ao tratamento com laser de Er:YAG e restauradas com materiais estéticos. **Pesqui Odontol Bras.** v. 15, n.4, p. 290-5, Out/Dez. 2001.

OLIVEIRA, L. F.C. Espectroscopia molecular. **Cadernos Temáticos de Química Nova na Escola.** n. 4, Mai. 2001.

PAVANI, C.C.; OLIVEIRA, F.G.; MACHADO, L.S.; FRANCO, L.M.; SUNDFELD-NETO, D.; SALOMÃO, F.M.; SUNDFELD, R.H. Análises clínica de restaurações de lesões cervicais não cariosas. Efeitos dos sistemas adesivos. **Braz Oral Res** (Proceedings of the 31st SBPqO Annual Meeting).v.28, n. 22, 2014.

PERDIGÃO, J. ; RITTER, A.V. Adesão aos tecidos dentários. **Odontologia Restauradora Fundamentos e Possibilidades**. 3ed. São Paulo,Santos, p. 83-128, 2003.

PEUMANS, M.; KANUMILLI, P.; De MUNCK, J.; VAN LANDUYT, K. LAMBRECHTS, P.; VAN MEERBEEK, B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. **Dent Mater** . v.21, p.864-881, 2005.

PILO, R.; BEM-AMAR, A. Comparison of microleakage for three one-bottle and three multiple-step dentin bonding agents. **J Prosthet Dent**. v.82,n.2,p.209-13,1999.

REIS, B.C.; DUARTE, A.F.; LACERDA, A.J.F.; TORRES, C.R.G.; BORGES, A.B.; PUCCI, C.R. Influência dos processos de desmineralização, remineralização e infiltração de cárie na resistência de união ao esmalte. **Braz Oral Res** (Proceedings of the 31st SBPqO Annual Meeting).v.28, n. 22, p.476, 2014.

RETIEF, D.H. Standard laboratory adhesion tests. **Am J Dent**. v.4, p.231-6, 1991.

RODRIGUES A. D. Análise por Espectroscopia Raman Ressonante de Pontos Quânticos Auto-Organizados de Ge/Si, **Dissertação de Mestrado**, Departamento de Física, Universidade Federal de São Carlos, 2004.

SANTOS, R.A.; LIMA E.A.; MONTES, M.A.J.R.; DURÃO, M.A.; GUERRA, F.M.B.; SILVA, R.B.; SOUSA, Y.C.; DANTAS, D.C.R.E. Efeito do pré-tratamento da dentina com Clorexidina e CPP-ACP na resistência de união de sistemas adesivos Autocondicionante e Universal. **Braz Oral Res** (Proceedings of the 31st SBPqO Annual Meeting). v. 28, n. 22, 2014.

SALA O. Fundamentos da Espectroscopia Raman e no infravermelho. **Editora UNESP**,1995.

SILVA, C. H. F.; LIMA, K. C.; SIQUEIRA, J. F.; UZEDA, M. Dentinal Tubule Disinfection by Chlorhexidine Solutions: an in vitro study. **Brazilian Endodontic Journal**, v. 2, n. 1, 1997.

SINGLA, M.; AGGARWAL, V.; KUMAR, N. Effect of chlorhexidine cavity disinfection on microleakage in cavities restored with composite using a self- etching single bottle adhesive. **J Dent Conserv**, v.14, n.4, p.374-377, Out/Dez. 2011.

SPENCER, P.; WANG, Y. Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. **J Biomed Mater Res.** v. 62, n.3,p.447-56, Dec. 2001.

SPENCER, P.; WANG, Y.; WALKER, M.P.; SWAFFORD, J.R; Molecular structure of acid-etched dentin smear layers- *in situ* study. **J Biomed Dent Res.**v. 80,n.9,p.1802-7, Aug. 2001.

STANISLAWCZUK, R. et al. A 2-year in vitro evaluation of a chlorhexidine-containing acid on the durability of resin–dentin interfaces. **Journal of Dentistry**, v.39, n.1, p.40-47, Jan. 2011.

SUZUKI, M.; KATO, H.; WAKUMOTO, S. Vibrational analysis by Raman spectroscopy of the interface between dental adhesive resin and dentin. **J Dent Res.**v.70, n.7, p.1092-7, Jul. 1991.

SWIFT JR, E.J.; THOMPSON, J.Y.; BAYNE, S. C. Review of dental materials citations: Part B. **Dent Mater.** v.12, n.2, p.127-41, Mar. 1996.

TAKAHASHI, A.; SATO, Y. ;UNO S.; PEREIRA, P.N.; SANO, H. Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. **Dent Mater.**v.18, n.3, p.263-8, 2002.

TERUYA, J.I; CORRÊA, M.S.N.P. Adesão à estrutura dental. In: Corrêa MSNP. **Odontopediatria na primeira infância**, São Paulo, p. 413-29, 2001.

XU, J., STANGEL, I. ; BUTLER, I.S.; GILSON D.F.R. An FT-Raman spectroscopic investigation of dentin and collagen surfaces modified by 2 hydroxyethylmethacrylate. **J Dent Res.** v. 76, n.1, p. 596-601, Jan.1997.

WANG, Y. ; SPENCER, P. Quantifying adhesive penetration in adhesive/dentin interface using confocal Raman microspectroscopy. **J Biomed Mater Res.** v.59, n.1, p.46-55, 2012.

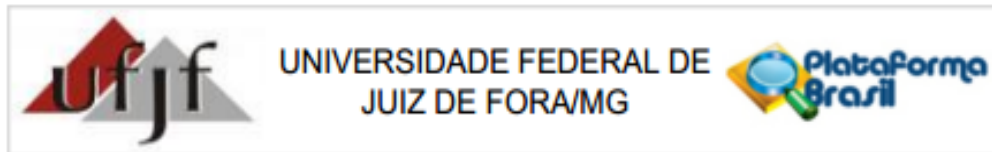
WANG, Y.; SPENCER, P.; WALKER, M.P. Chemical profile of adhesive/caries-affected dentin interfaces using Raman microspectroscopy. **J Biomed Mater Res.** v.81,p.279-86, 2007.

WIELICZKA, D.M.; SPENCER P.; KRUGER M.B. Raman Mapping of the dentin/adhesive interface. **Appl Spectrosc.** v. 50,p.1500-4, 1996.

YOUSSEF, J. A.; TURBINO, M. L.; YOUSSEF, M. N.; MATSON, E. Bond strength of resin composites to dentin associated to filled and unfilled adhesive systems. **Pesqui Odontol Bras**, v. 15, n. 2, p. 157-160, abr./jun. 2001.

ZHOU, J. et al. Effect of chlorhexidine application in self-etching adhesive on the immediate resin-dentin bond strength. **J Adhes Dent**, v.12, n.1, p.27-31, 2010.

ANEXO



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: *Avaliação pela técnica FT-Raman da união dos materiais adesivos à dentina utilizando clorexidina 2% para limpeza cavitária*

Pesquisador: Marília Nalon Pereira

Área Temática:

Versão: 2

CAAE: 36485514.2.0000.5147

Instituição Proponente: FACULDADE DE ODONTOLOGIA

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 875.792

Data da Relatoria: 12/11/2014

Apresentação do Projeto:

A apresentação do projeto está clara e detalhada de forma objetiva. Descreve as bases científicas que justificam o estudo.

Objetivo da Pesquisa:

Apresenta clareza e compatibilidade com a proposta de estudo.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

O risco que o projeto apresenta é caracterizado como risco mínimo, considerando que os indivíduos não sofrerão qualquer dano ou sofrerão prejuízo pela participação ou pela negação de participação na pesquisa e benefícios esperados, estão adequadamente descritos.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

O projeto está bem estruturado, delineado e fundamentado, sustenta os objetivos do estudo em sua metodologia de forma clara e objetiva, e se apresenta em consonância com os princípios éticos norteadores da ética na pesquisa científica envolvendo seres humanos elencados na resolução 466/12 do CNS e com a Norma Operacional Nº 001/2013 CNS.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Solicita dispensa de TCLE

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

Possíveis inadequações ou possibilidades de pendência deixam de existir. Diante do exposto, o projeto está aprovado, pois está de acordo com os princípios éticos norteadores da ética em pesquisa estabelecido na Res. 466/12 CNS e com a Norma Operacional CNS 001/2013. Data prevista para o término da pesquisa: Abril de 2015.

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

Considerações Finais a critério do CEP:

Diante do exposto, o Comitê de Ética em Pesquisa CEP/UFJF, de acordo com as atribuições definidas na Res. CNS 466/12 e na Norma Operacional Nº001/2013 CNS, manifesta-se pela APROVAÇÃO do protocolo de pesquisa proposto. Vale lembrar ao pesquisador responsável pelo projeto, o compromisso de envio ao CEP de relatórios parciais e/ou total de sua pesquisa informando o andamento da mesma, comunicando também eventos adversos e eventuais modificações no protocolo.

Endereço: JOSE LOURENCO KELMER S/N	
Bairro: SAO PEDRO	CEP: 36.036-900
UF: MG	Município: JUIZ DE FORA
Telefone: (32)2102-3788	Fax: (32)1102-3788
	E-mail: cep.propesq@ufjf.edu.br