

**FACULTAD DE ODONTOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ESTOMATOLOGIA**

**UNIVERSIDAD DE GRANADA**



**ESTUDIO DE LA DEGRADACION *IN VITRO* DE LA  
INTERFASE ADHESIVA EN DENTINA HUMANA**

**TESIS DOCTORAL**

**JOSÉ FRANCISCO FERNANDES DA CRUZ GRILLO  
EVANGELISTA**

**GRANADA 2007**



**UNIVERSIDAD DE GRANADA  
FACULTAD DE ODONTOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ESTOMATOLOGIA**

**ESTUDIO DE LA DEGRADACION *IN VITRO* DE LA  
INTERFASE ADHESIVA EN DENTINA HUMANA**

**TESIS DOCTORAL**

**Presentada por:**

**JOSÉ FRANCISCO FERNANDES DA CRUZ GRILLO  
EVANGELISTA**

**Julio, 2007**

**Directores:**

**Manuel Toledano Perez  
Raquel Osorio Ruiz  
José Martins dos Santos**

## Índice

	<b>Pagina</b>
<b>1 – INTRODUCCIÓN</b>	<b>4</b>
<b>1.1- Morfología de la dentina</b>	<b>7</b>
<b>1.2- Adhesión</b>	<b>10</b>
<b>1.2.1- Concepto de adhesión</b>	<b>10</b>
<b>1.2.2- Mecanismos de adhesión a la dentina</b>	<b>12</b>
<b>1.2.3- Acondicionamiento del tejido dentinario</b>	<b>17</b>
1.2.3.1- Eliminación del barrillo dentinario	17
1.2.3.2- Grabado ácido de la dentina	19
<b>1.2.4- Clasificación de los sistemas adhesivos</b>	<b>22</b>
1.2.4.1- Adhesivos que remueven el barrillo dentinario	23
1.2.4.2- Adhesivos que modifican el barrillo dentinario	26
1.2.4.3- Adhesivos que disuelven el barrillo dentinario	27
<b>2- OBJETIVOS</b>	<b>34</b>
<b>3- MATERIAL Y MÉTODOS</b>	<b>35</b>
<b>3.1- Sistemas adhesivos utilizados</b>	<b>35</b>
<b>3.2- Preparación de los especímenes</b>	<b>36</b>
<b>3.3- Análisis Fracyografico</b>	<b>37</b>
<b>3.4 Microscopia electrónica de barrido (MEB)</b>	<b>37</b>
<b>3.4- Análisis estadístico</b>	<b>38</b>
3.4.1- Estadística descriptiva	38
3.4.2- Estadística analítica	38
<b>3.6- Tablas</b>	<b>39</b>
<b>4- RESULTADOS</b>	<b>42</b>
<b>4.1- Microtensión</b>	<b>42</b>
<b>4.2- Microscopia electrónica de barrido (MEB)</b>	<b>50</b>
<b>5- DISCUSIÓN</b>	<b>54</b>
<b>6- CONCLUSIONES</b>	<b>67</b>
<b>7- BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>68</b>

# 1- INTRODUCCIÓN

La caries dental es una de las patologías más frecuentes del ser humano y tiene como consecuencia la destrucción del tejido dental. Su tratamiento consiste en la remoción del tejido afectado y en la recuperación anátomo-funcional del diente a través de técnicas y materiales dentales adecuados.

Por un lado, el envejecimiento de la población, y, por otro, el mantenimiento de los dientes en las arcadas dentales durante más tiempo han hecho que el estudio de la dentina, como sustrato para las restauraciones dentales, tenga un papel cada vez más importante.

Uno de los principales problemas que se plantea en la actual Operatoria Dental es que los materiales de restauración no presentan una adhesión eficaz a las estructuras dentales, especialmente a la dentina y al cemento. Como resultado puede darse una microfiltración marginal, permitiendo el paso de bacterias y de componentes salivares por la interfase material restaurador-diente, causando daños a la pulpa, degradación de los márgenes de la restauración y recidivas de caries (Marshall, 1993).

El desarrollo de los adhesivos dentales, con la técnica de grabado ácido (Buonocuore, 1955), hace que el esmalte sea una superficie ideal para la adhesión usando ácido ortofosfórico a una concentración del 30-40%.

La composición química del esmalte es casi exclusivamente mineral.

El grabado con ácido ortofosfórico produce la aparición de microporosidades en el esmalte debido al aumento de su energía superficial.

La mayoría de los adhesivos utilizados en la clínica son resinas de baja viscosidad. Estas resinas son atraídas hacia las microporosidades por un efecto físico de capilaridad formando prolongaciones que lleva a la retención mecánica de la resina. (Buonocuore, 1955; Perdigão *et al.*, 2000).

Los primeros intentos los realizó Buonocuore *et al.* en 1956 realizando la técnica de grabado ácido en dentina. Pretendía que el agente adhesivo penetrara dentro de los túbulos dentinarios abiertos, consiguiendo así adherir la resina restauradora micromecánicamente. Los resultados clínicos fueron muy pobres, pues su fuerza adhesiva era muy baja en comparación con lo que se obtenía con el grabado ácido del esmalte. Las causas de este fracaso eran la falta de conocimiento de las propiedades del sustrato dentinario (Marshall *et al.*, 1997a), así como la escasa capacidad de mojar la dentina que tenían los adhesivos entonces disponibles, compuestos fundamentalmente por moléculas hidrófobas (Nakabayashi y Pashley, 1998).

Aunque tradicionalmente se ha considerado cierta influencia de una unión química en la adhesión a la dentina, cada vez más, se destaca el protagonismo de la unión micromecánica con la formación de *tags* de resina en el interior de los túbulos y en la formación de una estructura híbrida entre la dentina y la resina, denominada capa híbrida o zona de interdifusión (Nakabayashi *et al.*, 1982; Nakabayashi, 1992a; Van Meerbeek *et al.*, 1992).

Tras la desmineralización de la dentina se forma la capa híbrida. Con esta formación, la matriz de colágeno queda expuesta y así queda permeable a la infiltración por la resina. Tras la polimerización de la resina se forma un conglomerado con una matriz de resina en el colágeno (Pashley y Carvalho, 1997). La formación de la capa híbrida es el fundamento de la adhesión en dentina.

Como sustrato fundamental en la Operatoria Dental, el conocimiento de las propiedades y características de la dentina y su interacción con los diferentes bio-materiales es esencial para el éxito de los tratamientos dentarios y para la implantación de nuevos métodos de preservación y protección de los dientes.

## 1.1 Morfología de la dentina

Morfológicamente, la dentina es un tejido muy heterogéneo compuesto por materia orgánica e inorgánica, presentando una estructura morfofuncional característica donde se encuentran los túbulos dentinarios ocupados por las prolongaciones de los odontoblastos y contenido acuoso.

La dentina está formada en un 35% por materia orgánica y agua, y en un 65% de material inorgánico. La sustancia orgánica está constituida por pequeñas fibras de colágeno y una sustancia fundamental de muco-polisacáridos (proteoglicanos y glucosaminoglicanos). El componente inorgánico está compuesto por cristales de hidroxiapatita y por pequeñas cantidades de fosfatos, carbonatos y sulfatos (Bhaskar, 1993).

Los cristales de hidroxiapatita tienen forma laminar, son mucho más pequeños que los cristales del esmalte y están compuestos por varios miles de unidades moleculares con la formulación química  $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2\text{Ca}(\text{OH})_2$ . La matriz dentinaria de fibras de colágeno está dispuesta en una red no organizada. A medida que ocurre la calcificación de la dentina, los cristales de hidroxiapatita encapsulan a las fibras de colágeno individuales (Bhaskar, 1993).

Los cuerpos de los odontoblastos están dispuestos en una capa, próximos a la superficie pulpar de la dentina, y únicamente sus prolongaciones citoplásmicas están incluidas en los túbulos, dentro de la matriz mineralizada.

Cada célula da origen a un proceso, que atraviesa la predentina y la dentina calcificada dentro de un túbulo y termina en una cadena ramificada en la unión con el esmalte o el cemento (Bhaskar, 1993).

Los túbulos se encuentran en toda la dentina normal y, por lo tanto, son característicos de la misma; comienzan en ángulo recto desde la superficie pulpar y terminan perpendiculares a las uniones amelodentinaria y cementodentinaria; cerca de la punta de la raíz y a lo largo de los bordes incisales y cúspideos son casi rectos (Bhaskar, 1993).

En la superficie pulpar de la dentina existen cerca de 65 000 túbulos/mm<sup>2</sup>. En la dentina más superficial, cerca del esmalte, tenemos aproximadamente 15.000 túbulos /mm<sup>2</sup> (Davis, 1988).

Según la estructura morfológica y composición de la dentina se pueden considerar diferentes tipos de la misma: dentina primaria, dentina secundaria, dentina terciaria, dentina peritubular, dentina intertubular, dentina globular, dentina interglobular, dentina coronal, dentina cervical, dentina radicular. La dentina coronal presenta diferencias estructurales y de composición respecto a la dentina radicular (Cate, 1988), diferencias que se discutirán al tratar de la dentina radicular. La dentina cervical es una zona de la dentina que está en la transición de la dentina coronal y de la dentina radicular. Este tipo de dentina es muy semejante en términos estructurales y de composición a la dentina radicular. Los odontoblastos que forman la dentina radicular se diferencian a partir de las células epiteliales de Hertwig. La dentina formada por estos odontoblastos de la raíz es diferente en términos estructurales y de composición a la dentina de la corona (Cate, 1988).

Las diferencias pueden resumirse en los siguientes puntos:

- a- La orientación de las fibras de colágeno de la dentina del manto es diferente. En la dentina del manto las fibras de colágeno son perpendiculares a la interfase dentina-esmalte, por contrario las fibras de la raíz son paralelas a la interfase dentina-cemento.
  
- b- Los odontoblastos radiculares difieren poco de los de la corona dando lugar a ramos en forma de paraguas.
  
- c- La tasa de deposición de la dentina es más lenta en la dentina de la raíz.
  
- d- El patrón de mineralización es similar, pero las calcosferitas iniciales son más pequeñas y sus áreas interglobulares son más numerosas.
  
- e- El contenido en fósforo de la dentina radicular es menor que en la dentina de la corona.
  
- f- El grado de mineralización de la dentina radicular es ligeramente menor que en la dentina de la corona.

## **1.2. Adhesión**

### **1.2.1. Concepto de adhesión**

La norma ISO/TR 11405: 1994(E) define la adhesión como: "el estado en que dos superficies se mantienen unidas mediante fuerzas o energías faciales basadas en mecanismos químicos, mecánicos o ambos, con la mediación de un adhesivo".

Los sustratos de la adhesión son el diente, el material de restauración y el adhesivo, además hay un espacio virtual (la interfase), entre las superficies. Siempre que hacen restauraciones dentales se forma dos interfases, entre el adhesivo y el diente y entre el material de restauración y el adhesivo (McCabe, 1958).

Se consideran dos mecanismos básicos en la adhesión, el mecánico y el químico. En el caso de la adhesión mecánica hay una imbricación del adhesivo en el adherente. Podemos también considerar dos tipos de adhesión mecánica, la micromecánica en que las irregularidades del adherente son microscópicas o la macromecánica, en que las irregularidades son bien visibles.

La adhesión química, se consigue cuando hay una afinidad química por la superficie del adherente. Cuando hay fuerzas de Van der Waals, el enlace entre las superficies es débil, cuando hay enlaces iónicos la adhesión resultante es más resistente.

Los adhesivos, cualquiera que sea su mecanismo de adhesión (mecánico o químico), tienen que ser capaces de humedecer la superficie. Esta humectación es fundamental para que exista un contacto estrecho adhesivo-adherente (Nakabayashi y Pashley, 1998).

La medición de los ángulos de contacto es la técnica utilizada para medir la humectabilidad de los adhesivos: cuanto más bajo sea este ángulo mejor será la humectabilidad del adhesivo (McCabe, 1958).

El proceso de adhesión en Odontología se fundamenta en los tres pasos siguientes, que no tienen por qué darse siempre ni de forma claramente diferenciada, más puede darse de forma simultánea o faltar alguno de ellos:

1. Acondicionamiento del adherente con el fin de alterar su morfología y/o su estructura química.
2. Imprimación del adherente con la aplicación de una sustancia química, para hacer el sustrato o adherente más receptivo al adhesivo.
3. Aplicación del adhesivo.

### 1.2.2 Mecanismos de adhesión a la dentina

Desde el desarrollo de la técnica de adhesión al esmalte se intentó aplicar estos conocimientos a la superficie dentinaria; sin embargo, no fue hasta los años ochenta cuando se consiguió un sistema adhesivo que ofreciera propiedades relevantes para su aplicación clínica (Bowen *et al.*, 1982).

La primera generación de adhesivos dentinarios se basaba en un concepto de adhesión química a la porción inorgánica, a la orgánica o a ambas de la dentina. En el caso de la inorgánica la unión se establecía con la hidroxiapatita por quelación y en el de la porción orgánica la adhesión se desarrollaba con el colágeno por la presencia de hidroxietilmetacrilato (HEMA) o de glutaraldehído.

En la mayoría de los casos los resultados de fuerza de adhesión no permitían su aplicación clínica por su bajo valor (Asmussen y Hensen, 1993; Marshall *et al.*, 1997a).

Una vez demostrado que no se podía hablar de adhesión química entre la resina y la dentina (Eliades *et al.*, 1990), se estableció que el mecanismo por el que se conseguía la unión se debía a una retención micromecánica.

Este modelo de adhesión micromecánica se basa en la formación de *tags* de resina en el interior de los túbulos y en la formación de una estructura híbrida entre la dentina y la resina, denominada capa híbrida o zona de interdifusión (Nakabayashi *et al.*, 1982; Nakabayashi, 1992a; Van Meerbeek *et al.*, 1992).

Según Pashley y Carvalho (1997) el resto de la adhesión se debe a un fenómeno superficial, dado que la adhesión química, en caso de existir, parece contribuir muy poco y puede estar enmascarada por la adhesión mecánica.

Recientemente Yoshida *et al.* (2000) han demostrado que hay una verdadera unión química, por la formación de bandas iónicas, entre los grupos carboxilo del ácido polialquenoico y el calcio de la hidroxiapatita que queda alrededor de la superficie expuesta del colágeno. Este hecho se demostró cuando se aplicó ácido polialquenoico a la hidroxiapatita de la dentina y también del esmalte.

En recientes estudios con técnicas de resonancia magnética nuclear se han encontrado evidencias de unión química entre los grupos de las moléculas de MDP de un adhesivo y la hidroxiapatita de la dentina (Nunes *et al.*, 2005; Polido *et al.*, 2004).

El establecimiento de este conglomerado de resina adhesiva polimerizada y colágeno con cristales de hidroxiapatita encapsulados por la resina, ofrece una unión duradera y resistente al ataque ácido (Nakabayashi *et al.*, 1982).

La presencia *in vivo* de la capa híbrida también ha sido demostrada por otros autores (Nakabayashi *et al.*, 1992c; Tay *et al.*, 1994).

Para conseguir una buena adhesión micromecánica y el sellado de la interfase, la resina tiene que infiltrar no sólo el colágeno expuesto de la dentina intertubular sino también la dentina intratubular para formar *tags* de resina junto con la capa híbrida continua (Nakabayashi *et al.*, 1982; Pashley y Carvalho, 1997).

La formación de los *tags* de resina se ve dificultada por la presencia del fluido dentinario (Tay *et al.*, 1996b), por la presión intrapulpal y por la presencia de núcleos minerales en el caso de la dentina esclerótica (Pashley y Carvalho, 1997). Esto permite la formación de *tags* de resina laterales (Perdigão 1995a) que han sido propuestos como un factor potencialmente contribuyente a la adhesión micromecánica a la dentina (Tay *et al.*, 1996a). Nakabayashi y Pashley (1998) opinan, sin embargo, que aunque no puedan contribuir mucho a la retención de la resina por su pequeño tamaño, pueden ser decisivas a la hora de facilitar la infiltración de los monómeros dentro de la mitad más profunda de la zona de dentina desmineralizada.

Tras la desmineralización, las fibras del colágeno de la dentina peritubular adquieren un patrón predominantemente circular, permitiendo la difusión lateral de la resina en los espacios interfibrilares (Perdigão *et al.*, 1995b), lo que posibilita la hibridación de la dentina peritubular, que será máxima en las 2-3 micrómetros más superficiales de los *tags* de resina (Pashley y Carvalho, 1997).

Esta infiltración intratubular de la resina formará *tags* de resina que, asumiendo que se unen firmemente a las paredes de los túbulos (Pashley y Carvalho, 1997), los sellarán (Tay *et al.*, 1994; Nakabayashi *et al.*, 1995), previniendo la microfiltración (Tay *et al.*, 1995; Nakabayashi *et al.*, 1995) y evitando la sensibilidad postoperatoria, además de contribuir a la retención de la restauración.

Se han propuesto diferentes modelos teóricos sobre la adhesión a la dentina. Fundamentalmente se pueden destacar dos: uno propuesto por Gwinnett en 1993 y otro por Pashley *et al.* (1995).

La adhesión total de los adhesivos a la dentina se debe, según Gwinnett (1993), a la suma de los efectos individuales, no sólo de la formación de los *tags* de resina y de la capa híbrida, sino también de un tercer mecanismo que sería la adhesión superficial. Esta adhesión superficial no consistirá más que en el contacto establecido entre la resina y la capa de dentina parcialmente desmineralizada (Gwinnett, 1993). La retención la proporcionarían las irregularidades de la superficie y sería una unión mecánica al tejido mineral.

El modelo propuesto por Pashley *et al.* (1995) es lineal y simple, calcula la resistencia adhesiva en función de la profundidad dentinaria y de la resistencia del adhesivo. Asumen que las diferencias que existen entre la densidad tubular y el área de dentina sólida entre la dentina profunda y la superficial, condicionan la resistencia adhesiva. De tal forma que, en una situación ideal, al haber menos túbulos en la dentina superficial que en la profunda, la mayor parte de la fuerza de adhesión se debería a la infiltración de la resina dentro de la dentina intertubular.

En la dentina profunda los túbulos dentinarios son mucho más abundantes, por ello, la infiltración intratubular de la resina sería la responsable de la mayor parte de la retención total y del sellado (Pashley y Carvalho, 1997).

Los *tags* de resina generarían retención mecánica, simplemente porque infiltran la dentina desde diferentes direcciones aportando una retención que no es paralela.

De tal modo que no hay un patrón posible de infiltración a no ser que algunos *tags* se fracturen (Pashley y Carvalho, 1997).

Idealmente, los *tags* de resina se adherirían a las paredes del túbulo lo suficientemente fuerte como para exceder la resistencia cohesiva de la resina adhesiva, de este modo, la dentina siempre quedaría sellada.

La interacción originada entre el adhesivo y la superficie dentinaria puede conocerse de una forma más directa gracias a los estudios de humectabilidad. Hay que destacar que el mojado de la superficie de la dentina por los monómeros es un paso inicial necesario en la adhesión, pero por sí solo no es suficiente para garantizar una adhesión exitosa, porque no asegura la penetración de los monómeros dentro de la superficie del diente.

La permeabilidad de la red de colágeno intertubular desmineralizada a los monómeros es también una variable crítica en la adhesión dentinaria (Nakabayashi *et al.*, 1992a & b).

Clásicamente se describen dos requisitos fundamentales para que la adhesión micromecánica de la resina a la dentina se produzca (Nakabayashi *et al.*, 1992a & b):

1. El sustrato debe ser preparado adecuadamente, eliminándose el barrillo dentinario con el grabado ácido de la dentina.
2. Una mezcla adecuada de monómeros que difunda e impregne la matriz dentinaria desmineralizada y estabilizada.

### 1.2.3 Acondicionamiento del tejido dentinario

#### 1.2.3.1 Eliminación del barrillo dentinario

Como anteriormente se ha expuesto, una de las claves para conseguir una buena adhesión es establecer una íntima relación entre el adhesivo y el sustrato (Marshall *et al.*, 1997a); por ello, uno de los fallos en los primeros adhesivos fue no tener en cuenta que la dentina, después de ser preparada, siempre está cubierta por una capa de barrillo dentinario o *smear layer* (Eliades *et al.*, 1997).

El barrillo dentinario es una capa que se forma en la superficie de la dentina como consecuencia de su preparación por medios mecánicos (Eick *et al.*, 1970). Este barrillo está formado por restos granulares que cubren tanto la dentina intertubular como los orificios de los túbulos. Estos glomérulos de barrillo de aproximadamente 0,05-0,1  $\mu\text{m}$  de diámetro cierran los túbulos originando *tags* de barrillo dentinario cuya profundidad oscila entre 1 y 10  $\mu\text{m}$  (Pashley *et al.*, 1988). Su composición química es la misma que la de la dentina de la que se originan (Pashley *et al.*, 1988).

En otras palabras, no es más que dentina pulverizada compuesta principalmente por fibras de colágeno mineralizadas y cortadas (Nakabayashi y Pashley, 1998).

Los sistemas adhesivos que se usaron en principio se unían directamente al barrillo dentinario, pero no conseguían penetrar a través de él. La máxima resistencia al cizallamiento que se obtenía con estos agentes era de 5 MPa, más débil que la fuerza cohesiva del barrillo dentinario (Davidson *et al.*, 1984b; Lopes *et al.*, 2002).

El análisis posterior de las superficies adhesivas mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) mostró que estaban cubiertas de partículas de barrillo dentinario, esto significaba que los 5 MPa se correspondían con los valores de la fuerza cohesiva de las propias partículas de barrillo.

La verdadera fuerza de adhesión interfacial entre la resina y la parte más superficial del barrillo era superior a 5 MPa, pero desconocida. Dada la limitada resistencia del barrillo, las dos opciones que quedaban eran, eliminarlo o desarrollar agentes que penetraran a través del mismo y en la matriz dentinaria subyacente.

Ambos procedimientos se han aplicado posteriormente con éxito (Eick *et al.*, 1970; Eick *et al.*, 1992; Watanabe *et al.*, 1994; Tay *et al.*, 2000).

El barrillo dentinario se puede eliminar fácilmente con ácidos como el ortofosfórico, con soluciones quelantes, por técnicas de ultrasonidos o modificarlo con peróxido de hidrógeno o hipoclorito sódico.

El hecho es que las diferentes sustancias que se han aplicado para remover el barrillo dentinario y para conseguir una adhesión óptima a la dentina, también disuelven parte de la superficie dentinaria, exponiendo muchas fibrillas de colágeno; esto significa que el sustrato real para adherir, y que tiene que ser infiltrado por las resinas, es la matriz de colágeno, no la matriz dentinaria mineralizada.

### 1.2.3.2 Grabado ácido de la dentina

Para conseguir una adecuada adhesión entre el tejido dentinario y la resina es necesario, por tanto, el tratamiento ácido del mismo, que permita el acceso a sus componentes (Marshall *et al.*, 1997a). Este grabado de la dentina, como parte del acondicionamiento dentinario, ha permitido el tratamiento simultáneo de este tejido y del esmalte, originando la técnica de grabado ácido total, con las ventajas terapéuticas que conlleva (Fusayama *et al.*, 1979).

La aplicación de un ácido sobre la dentina produce una serie de alteraciones morfológicas tales como la disolución del barrillo dentinario y la descalcificación de la dentina peritubular e intertubular, que se traducen en un ensanchamiento de los orificios de los túbulos y en un aumento de la rugosidad de la dentina intertubular (Eliades *et al.*, 1997; Toledano *et al.*, 1999).

La desmineralización producida por el ácido ha de ser suficiente para permitir la penetración de la resina, pero no tanto como para dejar una zona débil con colágeno colapsado (Marshall *et al.*, 1997a).

Debido a las diferentes características histológicas de los componentes dentinarios, los procesos de desmineralización que sufren la dentina peritubular y la intertubular son, hasta cierto punto, independientes (Kinney *et al.*, 1995).

La dentina peritubular se disuelve al penetrar el ácido en los túbulos dentinarios, produciendo un ensanchamiento de los mismos que adoptan una forma de embudo, quedando en su interior el colágeno expuesto (Van Meerbeek *et al.*, 1992; Marshall *et al.*, 1993; Eliades *et al.*, 1997). En el caso de la dentina intertubular,

La pérdida del contenido mineral hace que se exponga la matriz de colágeno que tiende a colapsarse por la pérdida del soporte inorgánico (Van Meerbeek *et al.*, 1992; Marshall *et al.*, 1993).

A pesar de este comportamiento diferente, se ha demostrado que no había diferencias en el grado de desmineralización entre ambas dentinas (Marshall *et al.*, 1995). A pesar de lo que se pensaba que los túbulos dentinarios favorecían la penetración y efecto del ácido, y que el mayor grado de mineralización de la dentina peritubular podría contrarrestar la actividad del mismo.

De acuerdo con Perdigão (1995a) hay tres capas sucesivas en la dentina desmineralizada: a) una capa superficial de colágeno desnaturalizado sin la estructura en banda, debido al desaparecimiento de los puentes de hidrógeno helicoidales (Eliades *et al.*, 1997), en particular de barrillo dentinario y escasos orificios abiertos; b) una capa más profunda sin contenido cálcico pero donde se observa cristales de hidroxiapatita sueltos, dispersos entre las fibras de colágeno, con su estructura intacta formando haces; c) una tercera capa más profunda que se queda en contacto con la dentina parcialmente descalcificada y con un contenido mineral uniforme, en esta capa hay pocas fibras de colágeno, que están desorganizados o embebidos en mineral.

Esta última capa corresponde al final de la desmineralización, y está separada de la dentina íntegra por un espacio vacío. En este espacio se encuentran algunos cristales de hidroxiapatita y pocas fibras de colágeno (Perdigão *et al.*, 1995b).

Con la desmineralización parcial de la dentina, hay un hundimiento de su superficie que es dependiente del contenido mineral.

El hundimiento observado se debe a los cambios dimensionales de la dentina (Kinney *et al.*, 1995; Marshall *et al.*, 1997b; Ten Cate *et al.*, 1991).

El grabado ácido se estabiliza en la dentina intertubular (Kinney *et al.*, 1995), pero en la dentina peritubular, dado que existe un menor porcentaje de fibras de colágeno, el grabado no se estabiliza (Kinney *et al.*, 1995; Marshall *et al.*, 1997b). La desmineralización de la dentina intertubular ocurre entre 2 y 7  $\mu\text{m}$  de profundidad (Nakabayashi *et al.*, 1982; Van Meerbeek *et al.*, 1992 y 1993; Pashley y Carvalho, 1997).

La adhesión queda comprometida si la profundidad de la desmineralización excede la profundidad de la penetración de la resina (Perdigão *et al.*, 1995a; Nakabayashi, 1992a).

Las interacciones entre la dentina y el acondicionador dependen del agente que se aplique (Van Meerbeek *et al.*, 1992), de su concentración (Kato y Nakabayashi, 1996), del pH, de la osmolaridad, del tiempo de aplicación (Kinney *et al.*, 1995) y del tipo de agente de relleno; por ejemplo, el sílice coloidal disminuye la extensión de la disolución de dentina peritubular e intertubular si se compara con polímeros hidrófilos como el alcohol polivinilo (Perdigão *et al.*, 1996).

Con el grabado ácido se va a transformar, una superficie no porosa en una superficie porosa. Este efecto disminuye con la profundidad (Nakabayashi y Pashley, 1998; Kinney *et al.*, 1995). Según Pashley y Carvalho (1997) hay un incremento de la permeabilidad transdental tras el grabado ácido. Esto hecho ocurre por la eliminación del barrillo dentinario y de los *plugs* que tapan los túbulos.

#### **1.2.4- Clasificación de los sistemas adhesivos**

En 1998 Van Meerbeek *et al.* han propuesto una clasificación de los sistemas adhesivos. Esta clasificación se basa en el mecanismo de adhesión, y en el número de pasos clínicos para su aplicación. De este modo, se cuenta con adhesivos que:

1. Remueven completamente el barrillo dentinario y lo incorporándolo en el proceso de adhesión (adhesivos en dos o tres pasos).
2. Modifican el barrillo dentinario (adhesivos en uno o en dos pasos).
3. Disuelven el barrillo dentinario (adhesivos en uno en o dos pasos).

#### 1.2.4.1. Adhesivos que remueven el barrillo dentinario

Los sistemas de grabado total son los adhesivos que remueven el barrillo dentinario y actualmente son los más utilizados.

El grabado ácido remueve el barrillo dentinario y desmineraliza la capa superficial de la dentina, abriendo los túbulos dentinarios y aumentando las microporosidades de la dentina intertubular. A continuación los imprimadores hidrofílicos preparan la dentina (Nakabayashi *et al.* 1982; Toledano *et al.*, 1999).

Después de la desmineralización, los *primes* tornan la superficie dental hidrofóbica para permitir la adhesión de la resina. El HEMA, disuelto en acetona, agua o etanol, tiene propiedades hidrofílicas que facilitan dicha transformación (Inoue *et al.*, 2000).

Los solventes orgánicos en estos sistemas adhesivos (etanol o acetona) tienen la capacidad de desplazar el agua permitiendo la penetración de los monómeros en las microporosidades dentro de los túbulos dentinarios y a través de la red de colágeno dentinario (Tay *et al.*, 1996a).

Con este mecanismo hay una infiltración de los tejidos, creándose una relación física entre la microestructura tisular y el adhesivo (Tay *et al.*, 1996b).

La diferencia de volatilidad entre el agua y el HEMA es muy importante. El agua tiene una presión de vapor más alta que el HEMA, lo que permite su retención tras la evaporación del agua durante el secado (Nakabayashi y Pashley, 1998).

La imprimación concluye dejando una película homogénea de resina en la superficie del diente.

En el tercer paso se hace la aplicación de un agente hidrofóbico, que se va unir químicamente a la resina.

En conclusión, los tres pasos, la hibridación o formación de la capa híbrida (Nakabayashi *et al.*, 1982) o zona de interdifusión (Van Meerbeek *et al.*, 1993), crean *tags* de resina que actúan como factores de adhesión micromecánica de las resinas.

Actualmente se tiene en el mercado adhesivos **en** que se combinan los agentes imprimadores y de unión en una sola solución, transformando los tres pasos en dos. El mecanismo de adhesión en estos sistemas es el mismo de los tres pasos.

Aunque solo con dos pasos estos adhesivos tienen un tiempo de aplicación semejante. Estos materiales son aplicados en varias capas para garantizar un espesor suficiente del adhesivo que amortiguará las tensiones.

La técnica de aplicación en estos adhesivos de dos pasos requiere que los tejidos se mantengan húmedos, evitando el colapso del colágeno y la subsecuente dificultad de infiltración del adhesivo.

El control del grado de humedad óptimo es muy difícil y por eso estos adhesivos son muy sensibles a la técnica utilizada (Frankenberger *et al.*, 2000).

Si no se utiliza la técnica correcta existe el riesgo de que el imprimador no desplaza toda la humedad de la dentina, y ocurra un fenómeno de *overwetting*, (Tay *et al.*, 1996a & c)

Este exceso de agua afecta a la polimerización de la resina dentro de la capa híbrida, originando una fase de separación de los componentes monoméricos hidrófilos e hidrófobos que da lugar a la aparición de formaciones globulares en la interfase dentina-resina. Estas deficiencias en la interfase indudablemente debilitan la unión y dan lugar a un sellado incompleto de los túbulos (Tay *et al.*, 1996a & b).

Además, se utilizan adhesivos con solventes orgánicos en condiciones secas, hay la formación de una capa “hibridoide” (Tay *et al.*, 1996b) resultante de la infiltración incompleta de la dentina.

Es recomendable la utilización de una técnica de secado por absorción después del acondicionado (Kanca, 1992; Tay *et al.*, 1996a).

#### 1.2.4.2. Adhesivos que modifican el barrillo dentinario

Los sistemas adhesivos modificadores del barrillo dentinario evolucionaron a partir del concepto de que el barrillo funciona como una barrera natural para la pulpa, protegiéndola de la invasión bacteriana e impidiendo que el fluido dentinario pueda afectar la eficacia de la adhesión. Clínicamente este grupo de materiales incluye básicamente a los antiguos sistemas adhesivos que requerían un grabado ácido selectivo del esmalte como un paso separado. Muchos de estos materiales ya no se utilizan debido a su deficiente efectividad clínica.

Sin embargo, algunos materiales utilizados actualmente, como es el caso de los agentes imprimadores utilizados previamente a la aplicación de resinas modificadas por poliácidos o compómeros, también están incluidos en este grupo (Inoue *et al.*, 2000). La ineficacia de estos primeros sistemas adhesivos que se unían directamente al barrillo dentinario se explica por el hecho de que no conseguían penetrar a través del él.

Dada la limitada resistencia del barrillo, las dos opciones que quedaban eran eliminarlo o desarrollar agentes que penetraran a través del mismo en el sustrato dentario subyacente. Ambos procedimientos se han aplicado posteriormente con éxito (Eick *et al.*, 1970, 1992 y 1993; Watanabe *et al.*, 1994; Tay *et al.*, 2000).

#### 1.2.4.3 Adhesivos que disuelven el barrillo dentinario

Los adhesivos autograbadores, que son los que disuelven el barrillo dentinario, son los más sencillos desde el punto de vista clínico.

Estos adhesivos disuelven el barrillo y desmineralizan el sustrato. Como no son lavados, ocurre la incorporación del barrillo dentinario en la adhesión, haciendo que la técnica sea poco sensible (Yoshiyama *et al.*, 1998; Fritz y Finger, 1999).

Tradicionalmente, los sistemas adhesivos diseñados para ser aplicados sobre el barrillo dentinario pueden hacerse acídicos de tres formas genéricas.

La primera de ellas utiliza monómeros resinosos, metacrilatos polimerizables que contienen moléculas de ácidos sulfónico, carboxílico, fosfórico o sus ésteres (Hasegawa *et al.*, 1989).

La segunda, incorpora minerales o ácidos orgánicos como aditivos a monómeros resinosos no acídicos hidrofílicos.

La tercera, mezcla minerales o ácidos orgánicos con monómeros acídicos hidrofílicos. En esta tercera estrategia, ácidos inorgánicos fuertes (ácido fosfórico), ácidos anhídridos o ácidos orgánicos no polimerizables (ácido cítrico) pueden ser añadidos a monómeros resinosos acídicos para aumentar la acidez de la mezcla y mejorar el grabado del esmalte (Tay y Pashley, 2001).

Los sistemas autograbadores actuales fueron desarrollados basándose en modificaciones de la primera y segunda estrategias.

El resurgir del uso de los sistemas adhesivos autograbadores está basado en las experiencias adquiridas debido a las deficiencias de las primeras generaciones de los adhesivos que se adherían al barrillo dentinario (Tay y Pashley, 2001).

La primera estrategia, que utiliza monómeros resinosos acídicos basados en metacrilatos, es atractiva puesto que el ácido y los grupos funcionales polimerizables están dentro de la misma molécula. Estos monómeros invariablemente penetran en toda la zona desmineralizada del sustrato cubierto por barrillo.

Fosfonatos, como el ácido vinilfosfónico y el ácido vinilbencilfosfónico, se usaron durante más de veinticinco años como adhesivos en el esmalte y en la dentina (Anbar *et al.*, 1974).

Sin embargo, estos adhesivos fueron desarrollados cuando el concepto adhesivo vigente en esa época era que las resinas quelaban el calcio del sustrato. Por tanto, estos ácidos eran neutralizados para maximizar su potencial quelante lo que anulaba su efecto potencial de acondicionador de los tejidos duros dentales. Los esteres del ácido fosfórico, como el fenil-P también fueron investigados como componentes potenciales de los adhesivos dentinarios (Yamauchi *et al.*, 1981).

La concentración inicial de estos monómeros era del 5% en peso y la resistencia adhesiva era baja. Una serie comercial de imprimadores basados en esteres fosfatos del dipentaericitol-pentacrilato (PENTA) también se desarrolló para la adhesión a la dentina cubierta por barrillo (Billington *et al.*, 1985).

Puesto que estos imprimadores son ligeramente acídicos, no podían atravesar el barrillo y desmineralizar la dentina subyacente (Yu *et al.*, 1991).

Este fracaso en la desmineralización dio lugar a uniones débiles, debido a la ausencia total de una auténtica capa híbrida en la dentina intertubular subyacente (Eick *et al.*, 1992). La resistencia adhesiva de estas primeras generaciones de sistemas adhesivos era baja, puesto que la unión establecida no excedía la adhesión del barrillo a la dentina.

El uso reciente de monómeros acídicos polimerizables con grupos funcionales del ácido fosfórico, como el fenil-P y el MDP, aumentado su concentración desde un 5% original hasta un 20-30% (Tani *et al.*, 1993; Hayakawa *et al.*, 1998), mejora el potencial grabador de los imprimadores autograbadores dando lugar a la formación de un complejo hibridizado de un espesor muy reducido que consiste en el barrillo dentinario hibridizado y una capa híbrida subsuperficial auténtica (Watanabe *et al.*, 1994).

A pesar de la presencia de un complejo hibridizado delgado que generalmente es inferior a 2  $\mu\text{m}$ , se han descrito valores iniciales altos de resistencia adhesiva a la dentina sana (Pereira *et al.*, 1999).

Los adhesivos autograbadores eliminan problemas clínicos observados por ejemplo con la técnica de adhesión húmeda evitando el colapso de las fibras de colágeno (Tay *et al.*, 1994 y 1997).

Hay varios factores que condicionan la profundidad de la desmineralización obtenida por estos sistemas adhesivos, tales como la composición del sustrato, el tipo de monómero y la duración de la aplicación (Miyazaki *et al.*, 2002).

Un aspecto importante en la adhesión es la calidad de la capa híbrida. Cuando hay una mala infiltración de la resina en el sustrato que ha sido desmineralizado, quedan nanoespacios en la capa híbrida que pueden sufrir la degradación por los fluidos orales (Sano *et al.*, 1995; Spencer, 1999; Sano *et al.*, 1999)

Es fundamental para el éxito de la adhesión una buena relación entre la profundidad de desmineralización y la penetración de la resina.

Teóricamente los autograbadores, penetran en toda la dentina que ha sido desmineralizada y se polimeriza *in situ* (Watanabe *et al.*, 1994; Nishida *et al.*, 1993; Nakabayashi y Saimi, 1996).

Existen disponibles dos tipos de sistemas autograbadores- de dos pasos y “*all in one*” o de un paso. Los de dos pasos son presentados en dos frascos con el agente autograbador y el agente de unión. Los “*all in one*” tienen solamente un frasco con una solución única combinando el grabado, imprimación y la adhesión.

El HEMA y el agua son los componentes usuales en esta clase de adhesivos. El agua tiene un papel fundamental al permitir la ionización de los monómeros acidicos (MDP, PENTA, di-HEMA fosfato y ésteres) para que se produzca la desmineralización.

Una de las propiedades atribuidas a la capa híbrida es la absorción del estrés generado durante la contracción de polimerización de las resinas restauradoras. Este estrés generalmente se concentra en la interfase y en caso de ser superior a la resistencia adhesiva fracasaría la unión. En una situación clínica, esto puede causar problemas postoperatorios como hipersensibilidad, irritación pulpar y caries secundaria (Unterbrick y Liebenberg, 1999; Zheng *et al.*, 2001).

De este modo, la efectividad inicial y la longevidad de la interfase, entre la resina compuesta y los tejidos dentarios, puede describirse como una relación entre la resistencia adhesiva y el estrés generado por la contracción de polimerización (Montes *et al.*, 2001).

La capa híbrida tiene un módulo de elasticidad relativamente bajo, en comparación con la resina restauradora y el tejido dentario, capaz de liberar el estrés de la contracción de polimerización permitiendo al material absorber y resistir la deformación y disminuir el efecto de una contracción rígida en la interfase (Labella *et al.*, 1999; Davidson *et al.*, 1984a).

Por tanto, una forma práctica de resolver los efectos de la contracción de polimerización del composite sería colocar una capa relativamente gruesa de resina adhesiva entre el composite y el diente, cuyo módulo de elasticidad relativamente bajo podría actuar absorbiendo el estrés generado por el composite durante la contracción de polimerización (Van Meerbeek *et al.*, 1993).

El uso de adhesivos con relleno sigue el mismo principio, puesto que facilitaría que se crearan capas híbridas y de resina adhesiva más gruesas, capaces de absorber un estrés mayor (Unterbrick y Liebenberg, 1999; Labella *et al.*, 1999).

Clínicamente, el deterioro de los márgenes de las restauraciones de composite sigue siendo el factor responsable de la disminución de la vida útil de las restauraciones adhesivas (Van Meerbeek *et al.*, 2001).

Por lo tanto, la evaluación de las propiedades de la interfase adhesiva a largo plazo es esencial, teniendo en cuenta que la adhesión entre la restauración y la estructura dental sólo es significativa si es duradera (Gwinnett y Yu, 1995; Burrow *et al.*, 1996). Los avances en esta área no han sido pocos. Una mejor adhesión a las estructuras dentales implica restauraciones mejores y más duraderas, con la consiguiente reducción de la microfiltración marginal (Marshall, 1993).

El grabado ácido previo a la aplicación de los imprimadores, con la consecuente remoción del barrillo dentinario, parece ser un paso muy importante en el tratamiento de la dentina, una vez que parece que las fuerzas de microtensión aumentan cuando tal hecho ocurre. Tay *et al.* (2000) sugieren que la adhesión a la dentina, con barrillo dentinario más espeso, será mejorada de modo más previsible con la remoción del barrillo dentinario antes de aplicar los imprimadores.

Por otro lado el grabado ácido previo hace aumentar el área de contacto entre la superficie de la dentina y el adhesivo, así como promueve un aumento del mojado de la superficie dentinaria, debido a un aumento de la rugosidad y a la apertura de los túbulos dentinarios (Coli *et al.*, 1999; Toledano *et al.*, 1999; Rosales *et al.*, 1999).

Una vez que los componentes minerales del barrillo dentinario pueden neutralizar la acidez de los imprimadores, su remoción después del grabado ácido puede aumentar la infiltración de los mismos (Tay y Pashley, 2001). Por otro lado Frankenberger *et al.* (2000) sustentan que el grabado con ácido ortofosfórico previo de la aplicación del Prompt L-Pop, adhesivo autograbador, aumenta las fuerzas de adhesión a la dentina.

Recientemente se ha introducido otra forma de agrupar los adhesivos dentinarios mediante la fuerza de adhesión que pueden conseguir (Toledano *et al.*, 2003b); se distinguen así tres categorías:

### **Categoría I**

Tienen una resistencia al cizallamiento entre 5 y 7 MPa.

Los adhesivos en esta categoría se caracterizan por no mojar adecuadamente la superficie dentinaria y promover fallos en la interfase o cohesivos del adhesivo en las pruebas de resistencia al cizallamiento.

### **Categoría II**

Obtienen una resistencia al cizallamiento entre 8 y 14 MPa.

Se caracterizan por incrementar la humectabilidad de la superficie debido a que incorporan componentes hidrofílicos. Este hecho aumenta la resistencia al cizallamiento, aunque sólo se detecten fallos en la interfase o cohesivos en el adhesivo.

### **Categoría III**

Alcanzan una resistencia al cizallamiento por encima de 17 MPa.

Se caracterizan por mojar y penetrar en la dentina. Se detectan fallos cohesivos en la dentina, en el composite y fallos adhesivos en la interfase adhesivo-dentina.

## **2- OBJETIVOS**

Para estudiar la eficacia adhesiva a la dentina coronal de cinco sistemas adhesivos, nos proponemos los siguientes objetivos:

- 1- Evaluar su eficacia adhesiva tras el almacenamiento de los especímenes en agua destilada a 37°C a las 24h, 6 meses y 12 meses mediante pruebas de microtensión.
- 2- Comparar la eficacia adhesiva de los sistemas adhesivos tras los distintos tiempos, del almacenamiento en agua.
- 3- Realizar el análisis fractográfico de los fallos producidos de cada grupo de los distintos sistemas adhesivos.

### **3- MATERIAL Y MÉTODOS**

En este estudio se ha realizado un estudio de microtensión y análisis fractográfico con la intención de obtener los objetivos propuestos.

En este estudio se utilizaron 60 terceros molares humanos libres de caries, y fueron lavados con abundante agua destilada. Se conservaron previamente a su utilización en agua destilada a 4°C. El período de conservación no superó los seis meses (Rueggeberg, 1991).

#### **3.1 Sistemas adhesivos utilizados**

En este estudio se utilizaron cinco sistemas adhesivos. Cuatro sistemas adhesivos autograbadores, siendo estos divididos en adhesivos de dos pasos:

Clearfil SE Bond (CSEB) (Kuraray Co. Ltd., Osaka, Japan);  
Resulcin (Merz Dental GmbH, Lütjenburg, Germany).

Y de un paso

One-UP Bond (OUB) (Tokuyama Comp., Tokyo, Japan).  
Etch & Prime 3.0 (EP) (Degussa Hüls, Germany).

Y un sistema adhesivo de grabado total para control:

Single BOND (SB) (3M Dental-Espe, USA).

Su composición y química consta en las tablas, 3.6 1, 3.6.2.

En la tabla 3.6.3 se indica el pH de los sistemas adhesivos utilizados en este estudio.

### **3.2 Preparación de los especímenes:**

Se utilizaron 60 molares humanos sanos extraídos se dividieron en 3 grupos asignándose aleatoriamente un adhesivo a cada uno.

Para la preparación de los especímenes se pulió la corona de cada diente, eliminando el esmalte oclusal en una pulidora (Exakt – Apparatebau, Otto Herman, Norderstedt, Germany) con disco de SiC de 220 grit, bajo irrigación continua hasta llegar a la dentina media. Posteriormente se reprodujo el barrillo dentinario con un disco de pulido de 500 grit de SiC, bajo irrigación continua. Se lavaron con agua y se realizó la aplicación del sistema adhesivo según las instrucciones del fabricante (Tabla 3.6.2). Se construyó una corona de 7-8 mm de altura con composite Tetric Ceram (Vivadent, Schaan, Liechtenstein) siguiendo las instrucciones del fabricante con la técnica incremental, siendo los incrementos inferiores a 2 mm. Cada grupo de estudio se dividió a su vez en tres subgrupos que constaban de 4 molares para obtener al menos en cada uno 20 especímenes. Los dientes fueron almacenados en agua destilada a 37° durante 24 horas el 1° grupo, 6 meses el 2° grupo y 12 meses el 3° grupo de cada adhesivo. Transcurrido el tiempo de almacenaje, se seccionaron las raíces de cada diente a nivel del fulcro y se limpio la cámara pulpar obturándose con composite Tetric Ceram (Vivadent, Schaan, Liechtenstein) y el sistema adhesivo Single Bond (control). Posteriormente se seccionó cada espécimen en barritas de 1 mm<sup>2</sup> de sección para proceder a la evaluación de la microtensión en una máquina de propiedades mecánicas INSTRON 4411 (Instron Inc., Canton, MA, USA).

### **3.3 Análisis fractográfico**

Se observó el tipo de fallo en todas las barras de cada uno de los grupos para cada adhesivo en un estereomicroscopio (Olympus SZ-CTV, Olympus, Tokio, Japan) a 40x magnificación.

Los tipos de fallo fueron clasificados como: adhesivo o mixto. Se seleccionaron dos secciones representativas de cada grupo experimental pertenecientes a la prueba de microtensión para la observación de la superficie de fractura con MEB (Tabla 4.2).

### **3.4 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)**

Las secciones seleccionadas fueron incluidas en una solución fijadora de glutaraldehído al 2% en agua durante 24 horas, tras las cuales se desecaron durante 48 horas (Simple Dry Beeper Samplatec Corp., Japón) y se cementaron en uno porta-muestras de aluminio para la microscopía electrónica de barrido.

Tras ser metalizadas con oro con una unidad de cobertura Polaron E500 (Polaron Equipment Ltd., Watford, Inglaterra) se observaron en un microscopio electrónico de barrido (ZEISS DMS-950, Kart-Zeiss, Germany) con un voltaje de aceleración de 20 kV para examinar la morfología de las interfases despegadas

Se han escogido las imágenes más representativas para ilustrar la exposición de los resultados del trabajo.

## **3.5 Análisis estadístico**

### **3.5.1 Estadística descriptiva**

Se ha realizado un análisis estadístico de todas las variables estudiadas. Como medida de tendencia central se utilizó la media aritmética y como medida de dispersión la desviación estándar.

### **3.5.2 Estadística analítica**

Los resultados se analizaron estadísticamente a través del test ANOVA ONEWAY. El análisis estadístico de los datos se realizó con el programa de estadística SPSS/PC+V-4.0 (SPSS Inc. Chicago, IL, USA).

### 3.6 Tablas

Tabla 3.6.1- Composición química de los sistemas adhesivos.

Adhesivos	Composición
<b>Adhesivos Autograbadores de Dos Pasos</b>	
Clearfil SE Bond	<i>Primer:</i> MDP, HEMA, di-metacrilato hidrofílico, CQ, DEPT, agua. <i>Adhesivo:</i> MDP, HEMA, Bis-GMA, CQ, di-metacrilato hidrofóbico, DEPT, sílice coloidal silanizado.
Resulcin	<i>primer:</i> Phosphoric-HEMA-ester <i>adhesivo:</i> Bisphenol- $\alpha$ -glycidylmethacrilato, Triethylenglycoldimethacrilato, polymethacrylologomaleico
<b>Adhesivos autograbadores de Un Paso</b>	
One-UP-Bond	Agente adhesivo A: Mac-10, Monómeros de fosfato, Bis-GMA, TEGDM, fotoactivador, Agente adhesivo B: HEMA, flúor-aluminosilicato, Micro Filler, Photosensitizer, agua.
Etch & Prime	<i>Catalizador:</i> Piro-fosfato, 2-hidroxietilmetacrilato, iniciadores y estabilizadores, <i>Adhesivo:</i> 2-hidroxietilmetacrilato, etanol, agua destilada y estabilizador
<b>Adhesivo de Grabado Total</b>	
Single Bond	Etanol, Bisfenol A diglicidil dimetacrilato, 2-hidroxietil metacrilato, Glicerol 1,3 dimetacrilato, Copolimero de ácidos acrílico e itacónico, Agua, Diuretano dimetacrilato.

Abreviaturas: DEPT: N, N-dietanol p-toluidina; BIS-GMA: bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato, HEMA: 2-Hidroxietil metacrilato, TEGDMA: Trietilenglicoldimetacrilato, CQ: d, l camforoquinona; MDP: 10 metacriloxi metacrilato; BAPO: oxido de bis-acil fosfine.

Tabla 3.6.2- Técnicas de aplicación de los adhesivos:

Adhesivos	Procedimientos
<b>Adhesivos autograbadores de Un Paso</b>	
ONE- UP- Bond F	Mezclar una gota de <i>primer A</i> y <i>primer B</i> . Aplicar durante 20s. Fotopolimerizar durante 10s.
Etch & Prime	Mezclar una gota de adhesivo con una gota de catalizador. Aplicar mezclando durante 30s. Secar por 15s. Fotopolimerizar durante 10s.
<b>Adhesivos autograbadores de Dos Pasos</b>	
Clearfil SE Bond	Aplicar el <i>primer</i> durante 20s; Secar. Aplicar el adhesivo. Secar con aire suave. Fotopolimerizar durante 10s.
Resulcin	Mezclar 1 gota de aqua conservans con 1 gota de <i>primer</i> . Aplicar durante 20s mezclando; secar vigorosamente. Aplicar monobond 30s; fotopolimerizar durante 10s.
<b>Adhesivo de grabado total</b>	
Single Bond	Aplicar acido durante 20s; lavar y secar Dejar la dentina húmeda. Aplicar adhesivo en 2 capas consecutivas durante 10s. Secar levemente. Fotopolimerizar durante 10s.

Tabla 3.6.3- pH de los *primers* empleados en el estudio.

<b>Adhesivo</b>	<b>pH</b>
CLEARFIL SE Bond	1,9
RESULCIN	1
ONE UP BOND F	1,3
ETCH & PRIME	1,4
SINGLE BOND	4,3

## 4- RESULTADOS

### 4.1- Microtensión

El test ANOVA oneway con las variables tensión y tiempo a las 24h ( $F=15.7886$ ;  $p=0.000$ ), a los 6 meses ( $F=18,1305$ ;  $p=0,000$ ) y a los 12 meses ( $F=16,2569$ ;  $p=0,000$ ), son estadísticamente diferentes.

Los resultados de este trabajo muestran que a las 24 horas los sistemas adhesivos CSEB y SB muestran los mayores valores de fuerzas de microtensión, siendo estadísticamente diferentes al resto de los sistemas adhesivos, con una  $p<0,005$  ( $F= 15,788$ ). EL sistema adhesivo OUB muestra mayores valores de fuerza de microtensión que Resulcin, siendo EP estadísticamente igual que ambos. (Grafico 4.1)

A los 6 meses de almacenamiento el análisis estadístico muestra que SB y CSEB tienen los mayores valores de fuerzas de microtensión, estadísticamente distintos al resto de los sistemas adhesivos. (Grafico 4.2). ( $p<0,005$  y  $F= 18,130$ )

Después de 12 meses de almacenamiento los sistemas adhesivos SB, CSEB siguen teniendo valores estadísticamente mayores que el resto de los sistemas adhesivos. En el sistema adhesivo Resulcin, tras dicho tiempo de almacenamiento, se produjo el fallo prematuro de todas las barritas. (Grafico 4.3) ( $p<0,005$  y  $F= 16,256$ )

El sistema adhesivo SB y CSEB presentaron valores de fuerzas de microtensión sin diferencias significativas entre los distintos periodos de almacenamiento para cada adhesivo. (Grafico 4.4) ( $p=0,613$  y  $F= 0,497$ ) (Grafico 4.5) y ( $p=0,150$  y  $F= 1,987$ ).

A lo largo del tiempo el sistema adhesivo OUB presentó valores estadísticamente mayores a las 24h, no existiendo diferencias significativas entre los 6 meses y los 12 meses de almacenamiento (grafico 4.6) ( $p=0,4213$  y  $F= 0,33$ )

En el sistema adhesivo EP no existen diferencias entre los valores obtenidos a las 24h y los 6 meses de almacenamiento. A los 12 meses los valores fueron estadísticamente menores. (Grafico 4.7) ( $p=0,019$  y  $F= 4, 508$ )

A lo largo del tiempo el sistema adhesivo Resulcin presenta fallos prematuros a los 12 meses, y valores estadísticamente semejantes a las 24h y 6 meses de almacenamiento. (Grafico 4.8) y ( $p=0,717$  y  $F= 0,133$ )

Los porcentajes de los distintos tipos de fallos que aparecieron en cada grupo se muestran en la tabla 4.2.

## Tablas y Gráficos

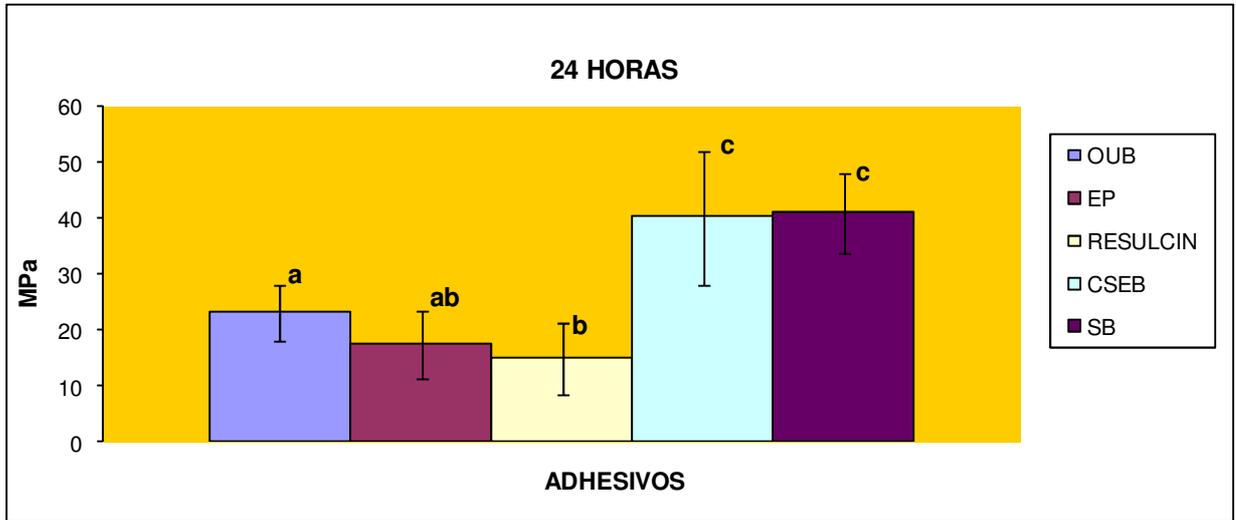
Tabla 4.1- Media y Desviación Estándar de los cinco sistemas adhesivos utilizados en este estudio tras los tres periodos de almacenamiento.

<b>ADHESIVO</b>	<b>24 H</b> <b>Media (DE).</b>	<b>n</b>	<b>6 MESES</b> <b>Media (DE).</b>	<b>n</b>	<b>12 MESES</b> <b>Media (DE).</b>	<b>n</b>
<b>OUB</b> F=0,33; p=0,4213	23,17 (6,2) a A	10	13,27 (6,3) a B	12	10,29 (3,6) a B	6
<b>EP</b> F= 4,5088; p=0,0197	17,47(6,5) ab A	11	13,99 (4.8) a A	10	9,86 (6,3) a B	11
<b>RESULCIN</b> F= 0,1339; p=0,7178	14,97 (6,2) b A	15	14,05 (6,1) a A	10	n.a.	0
<b>CSEB</b> F=1,9877; p=0,1500	40,24 (12,0) cA	21	33,20 (10,7) b A	13	32,05 (15,8) b A	10
<b>SB</b> F=0,4975; p=0,6131	41,01 (7,0) c A	11	42,78 (9,2) b A	10	39,05 (9,4) b A	11

En cada columna las medias con diferentes letras son significativamente diferentes. En cada línea la media con diferentes letras mayúsculas es significativamente diferente.

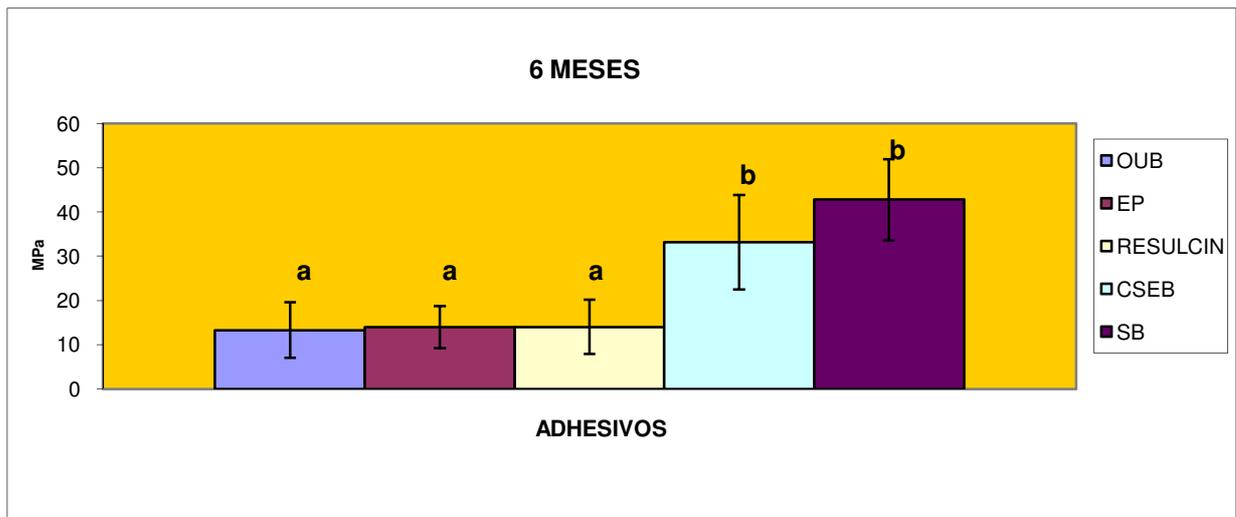
n.a. – no disponible.

Gráfico 4.1 - Media y desviación estándar de microtensión de los cinco sistemas adhesivos tras 24 horas de almacenamiento.



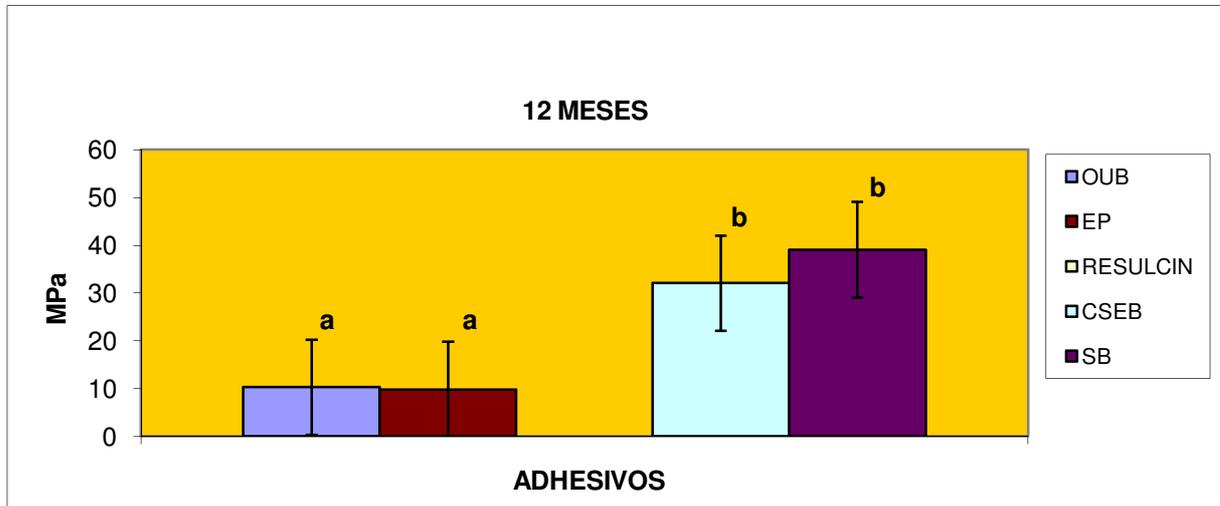
Adhesivos con la misma letra son estadísticamente iguales.

Gráfico 4.2 - Media y desviación estándar de microtensión de los cinco sistemas adhesivos tras 6 meses de almacenamiento.



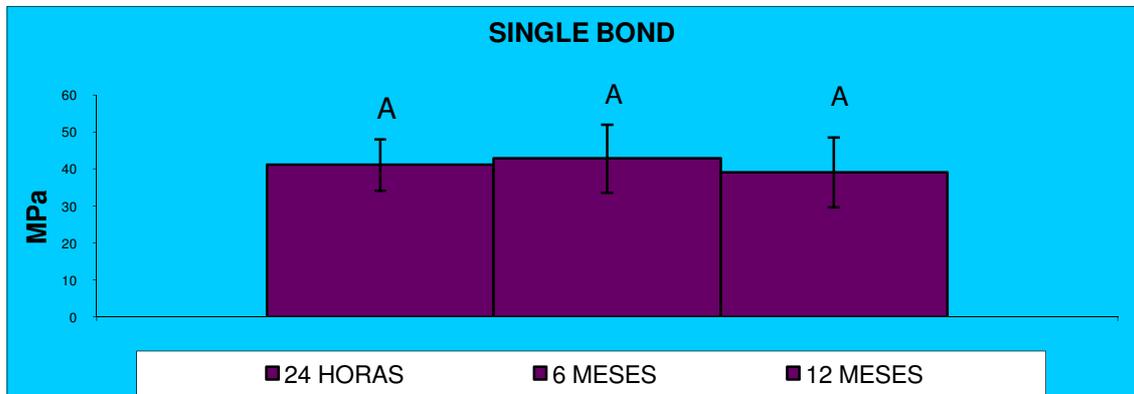
Adhesivos con la misma letra son estadísticamente iguales.

Gráfico 4.3- Media y desviación estándar de microtensión de los cinco sistemas adhesivos tras 12 meses de almacenamiento.



Adhesivos con la misma letra son estadísticamente iguales.

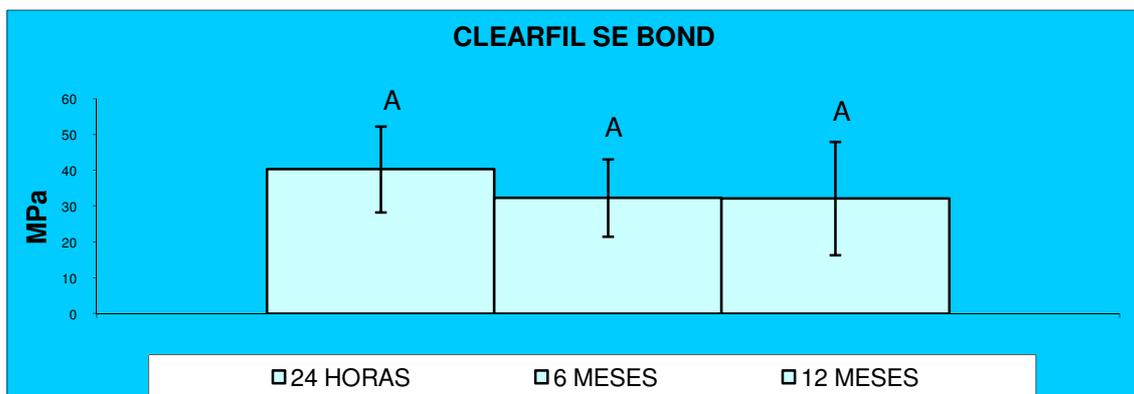
Gráfico 4.4- Media de microtensión y desviación estándar del adhesivo SB tras 24h, 6 meses y 12 meses



F=0,4975; p=0,6131

Adhesivos con la misma letra son estadísticamente iguales

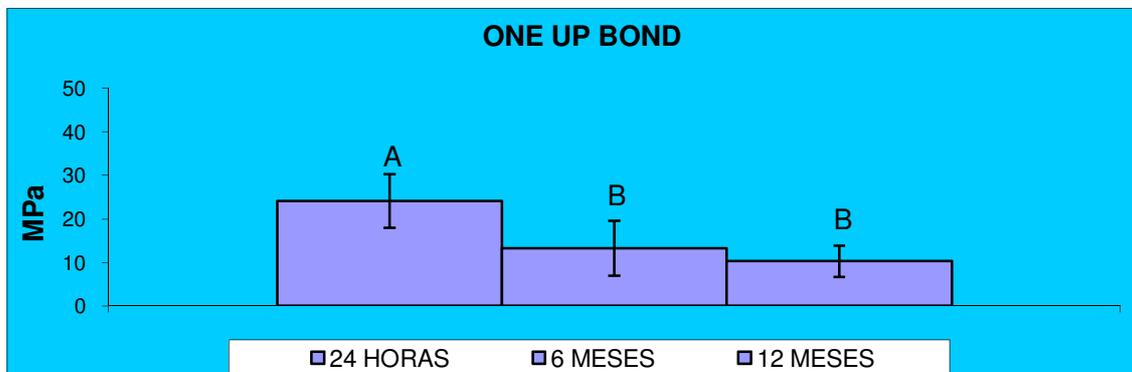
Gráfico 4.5- Media de microtensión y desviación estándar del adhesivo CSEB tras 24h, 6 meses y 12 meses de almacenamiento,



F=1,9877; p=0,1500

Adhesivos con la misma letra son estadísticamente iguales.

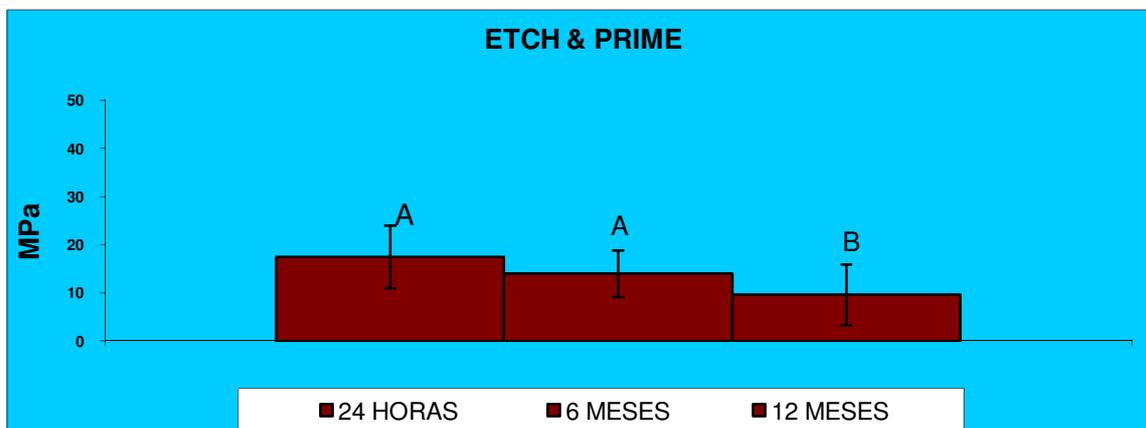
Gráfico 4.6 - Media de microtensión y desviación estándar del adhesivo OUB tras 24h, 6 meses y 12 meses de almacenamiento.



F=0,33; p=0,4213

Adhesivos con la misma letra son estadísticamente iguales.

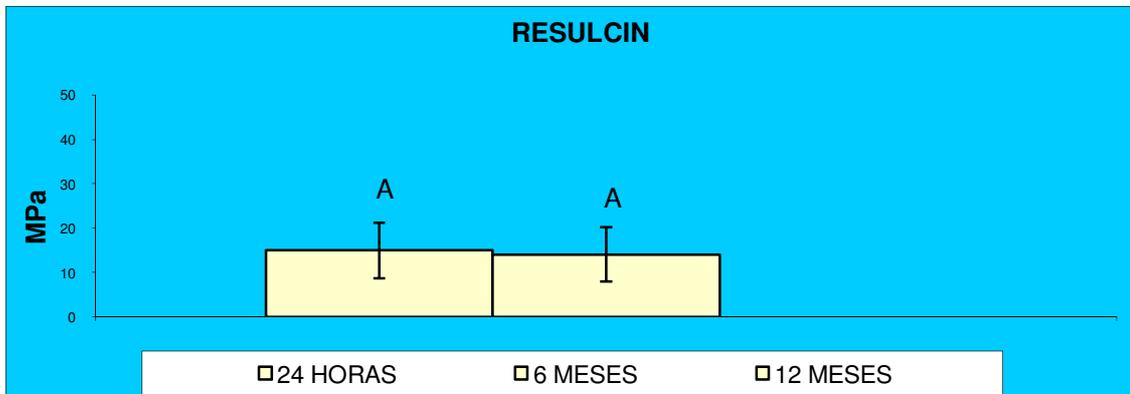
Gráfico 4.7- Media de microtensión y desviación estándar del adhesivo EP tras 24h, 6 meses y 12 meses de almacenamiento.



F=4,5088; p=0,0197

Adhesivos con la misma letra son estadísticamente iguales.

Gráfico 4.8- Media de microtensión y desviación estándar del adhesivo RESULCIN tras 24h, 6 meses y 12 meses de almacenamiento.



F=0,1339; p=0,7178

Adhesivos con la misma letra son estadísticamente iguales.

Tabla 4.2: Porcentaje de los distintos tipos fallos (A: adhesivos, M: mixto) en cada sistema adhesivo en los tres periodos de almacenamiento.

ADHESIVOS	24 H		6 MESES		12 MESES	
	A	M	A	M	A	M
<b>OUB</b>	48	52	76	24	85	15
<b>EP</b>	65	35	76	24	80	20
<b>RESULCIN</b>	89	11	84	16	0	0
<b>CSEB</b>	24	76	26	74	45	55
<b>SB</b>	23	77	44	56	75	25

## 4.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)

Hemos realizado fotos de MEB de los especímenes que creemos más significativos.

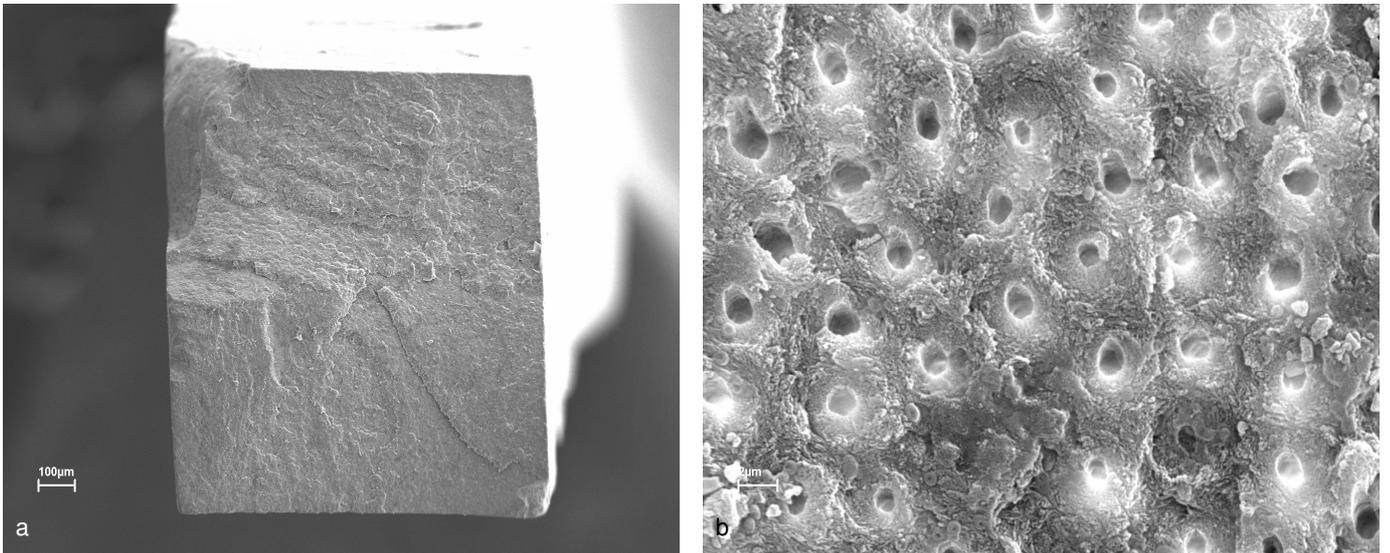


Fig. 1 : imagen de MEB de la superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con Single Bond. (a): Se observa un fallo cohesivo de dentina intacta, después de 24 horas de inmersión en agua. (b): a mayor aumento, Se observan la dentina peritubular y la dentina intertubular.

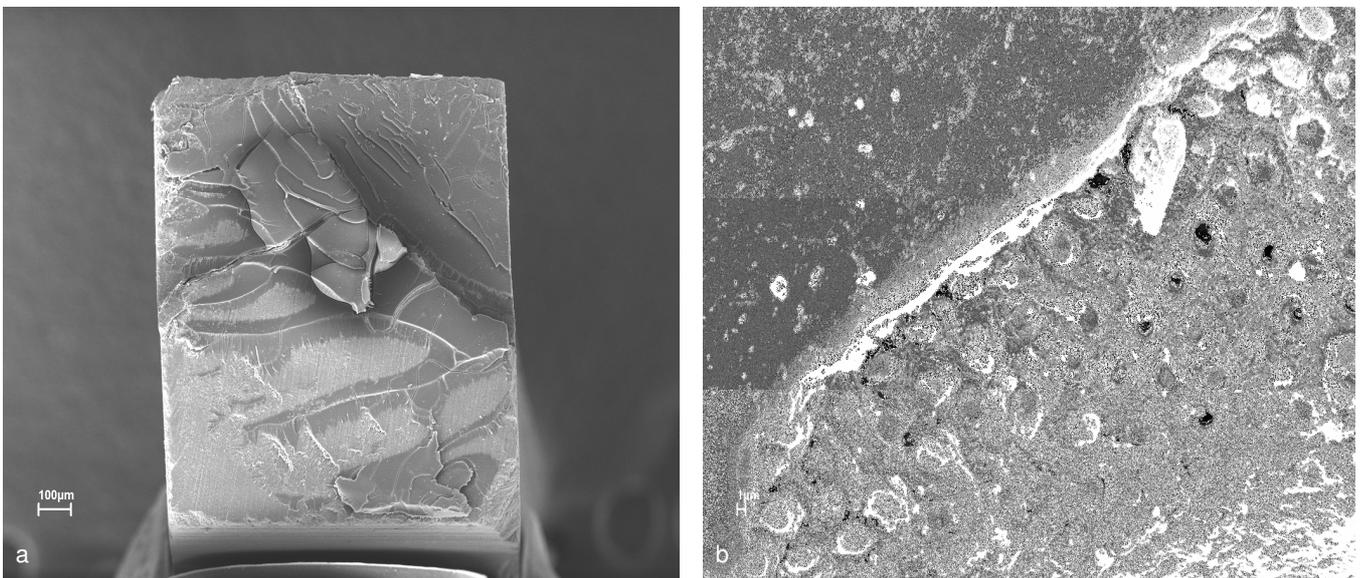


Fig. 2: imagen de MEB de la superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con Single Bond. (a): Se observa un fallo mixto, después de 12 meses de inmersión en agua. (b): a mayor aumento se ve resina residual en gran parte de la superficie. La fractura se encuentra en dentina grabada e infiltrada y la existencia de algunos tags de resina dentro de los túbulos dentinarios, signos de la disolución parcial efecto de la inmersión en agua.

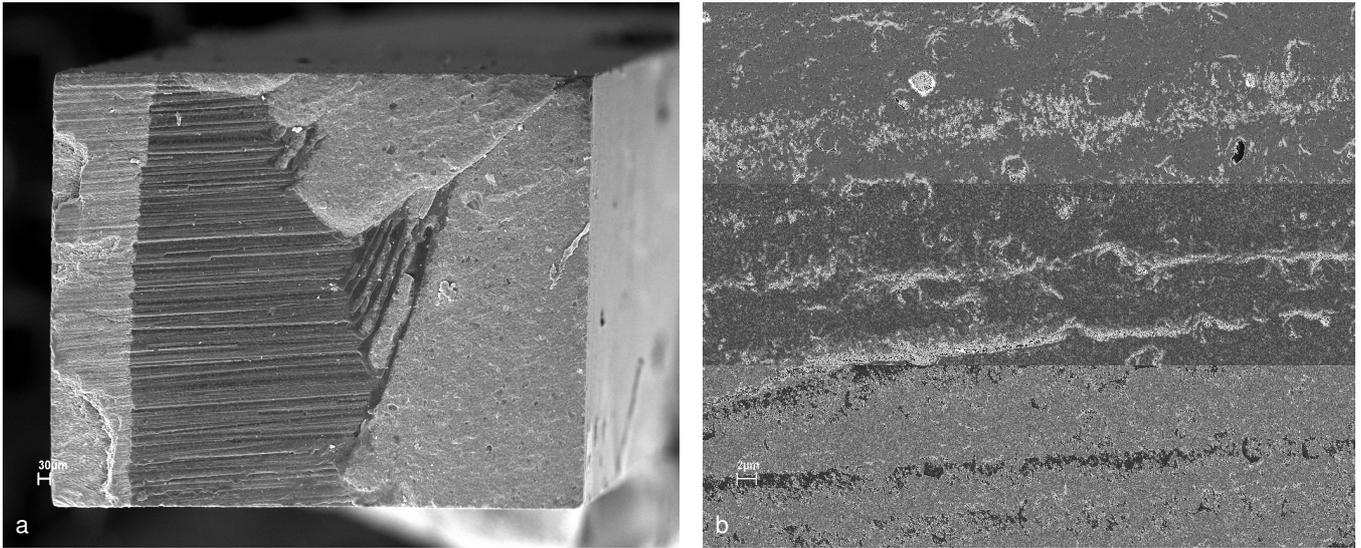


Fig. 3: Imagen de MEB de una superficie de dentina fracturada. (a) imagen de MEB de la superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con Clearfil SE Bond. Se observa un fallo mixto, después de 24 horas de inmersión en agua. (b) a mayor aumento, se observan la dentina peritubular con una buena infiltración, al igual que la dentina intertubular.

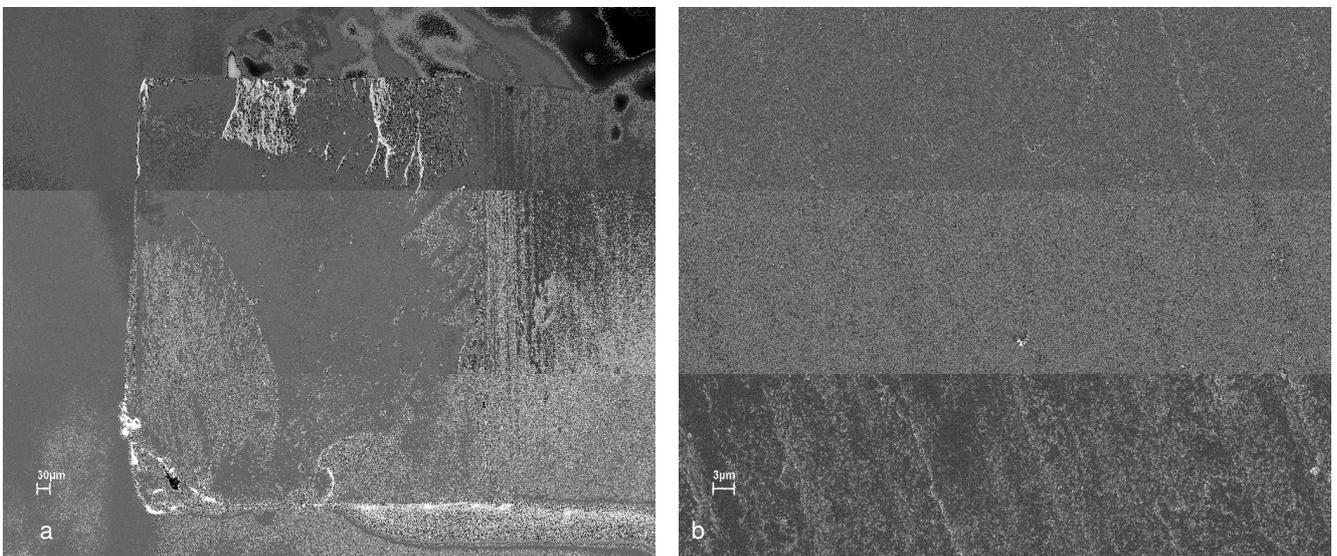


Fig. 4 : imagen de MEB de la superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con Clearfil SE Bond. (a): Se observa un fallo mixto, después de 12 meses de inmersión en agua. (b): a mayor aumento, el fallo ocurre en el barrillo hibridizado, mostrando los orificios de algunos túbulos dentinarios, se observan algunas estrías de pulido de la dentina.

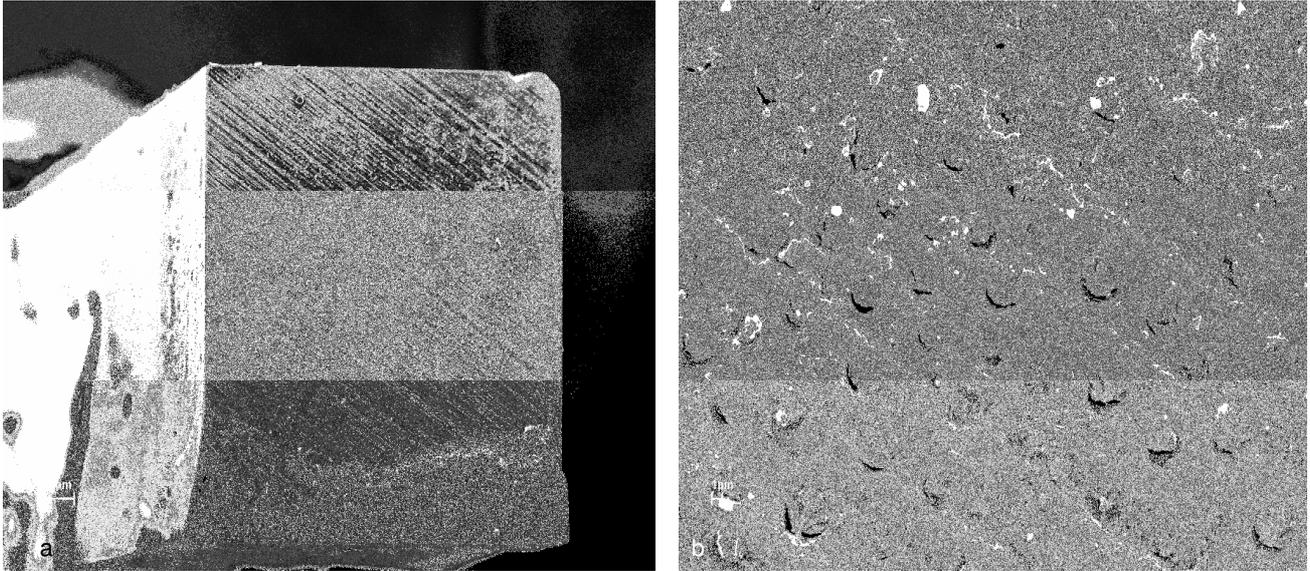


Fig.5: Imagen de MEB de la superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con One Up Bond. (a): Se observa fallo mixto después de 24 horas de inmersión en agua. (b): a mayor aumento se observa fallo adhesivo en la capa superior de la capa híbrida encima del barrillo hybridizado, observándose los túbulos dentinario parcialmente cubiertos por barrillo hybridizado.

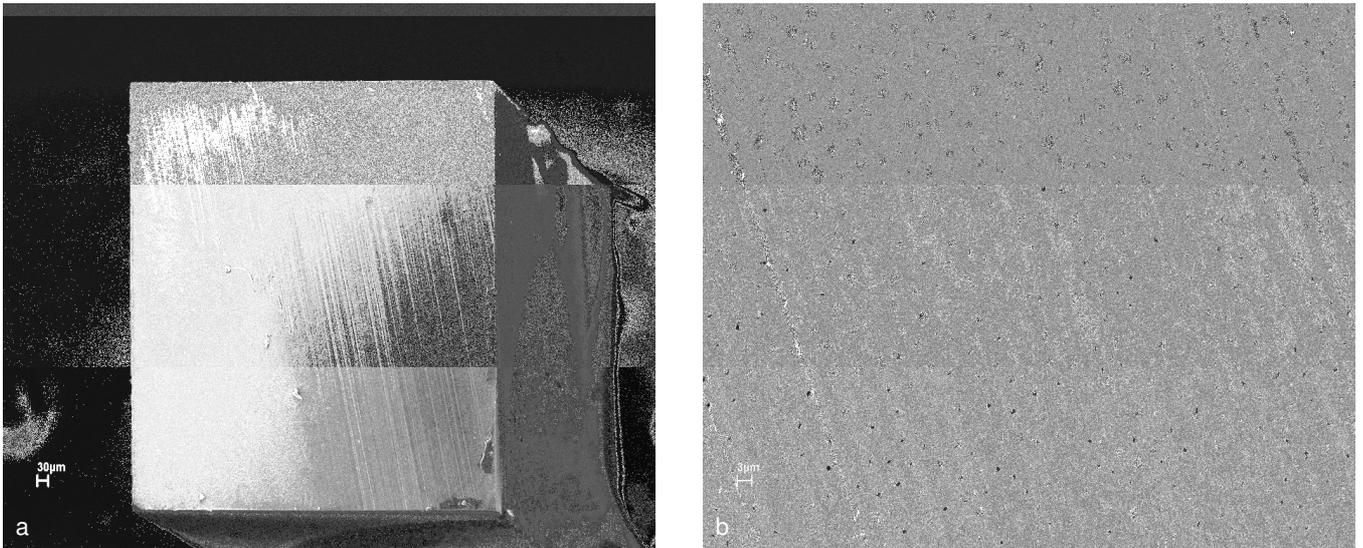


Fig.6: imagen de MEB de la superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con One Up Bond. (a): Se observa fallo mixto, después de 12 meses de inmersión en agua. (b): a mayor aumento, el fallo ocurre en la capa inferior de la capa híbrida por la disolución parcial de la misma, exponiéndose los lúmenes de los túbulos parcialmente cubiertos por el barrillo hybridizado, se observan algunas estrías de pulido.

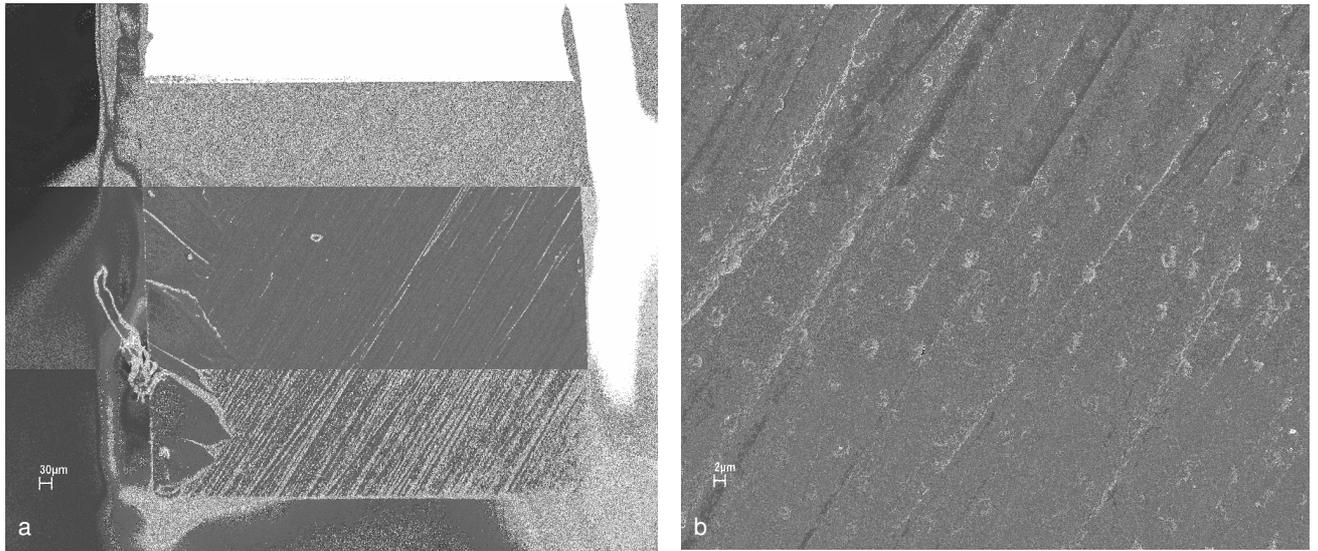


Fig.7: la imagen de MEB de la superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con Resulcin. (a): Se observa fallo mixto, después de 24 horas de inmersión en agua. (b): a mayor aumento, en la mayor parte de la superficie el fallo ocurre en la zona superior de la capa híbrida, mostrando los orificios de los túbulos cubiertos con barrillo hybridizado. Se pueden observar algunas estrías de pulido.

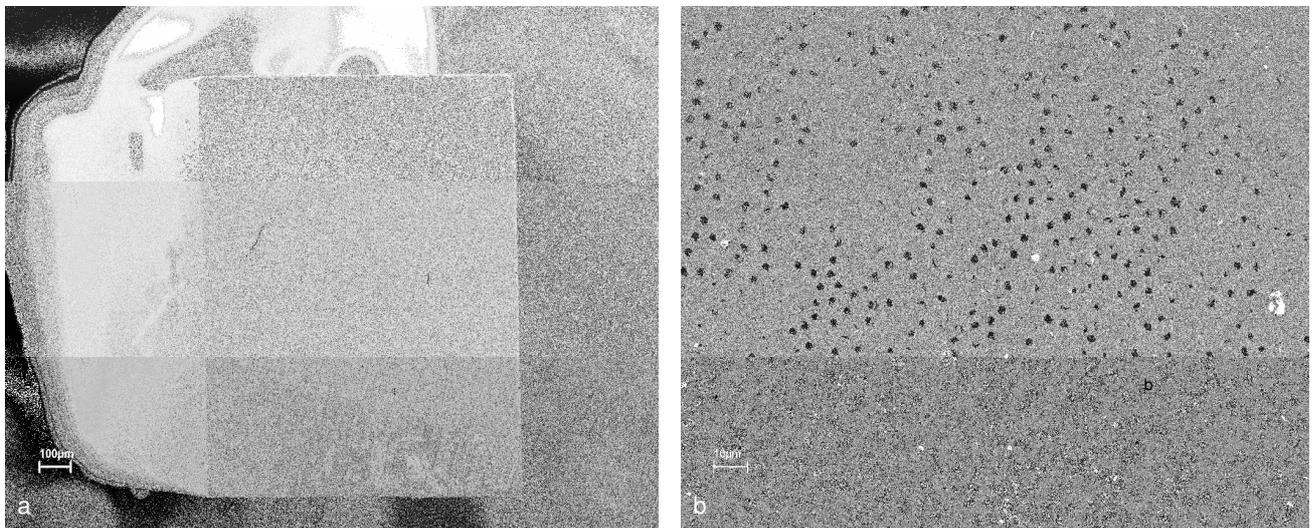


Fig. 8: imagen de MEB de la superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con Resulcin. (a): Se observa un fallo mixto, después de 12 meses de inmersión en agua. Hay zonas parcialmente cubiertas por adhesivo. (b): a mayor aumento, el fallo ocurre en la capa de barrillo hybridizado, se muestran los lúmenes de algunos túbulos y se expone la dentina intertubular cubierta de barrillo hybridizado, algunos tags de resina ocluyen los túbulos, todo signo de la disolución parcial por la inmersión en agua a lo largo de dicho periodo.

## 5- DISCUSIÓN

La formación de la capa híbrida, descrita por Nakabayashi *et al.* (1982) requiere la desmineralización de la dentina, quedando la matriz de colágeno expuesta y permeable para ser infiltrada por la resina que, al polimerizar, da lugar a la formación de un conglomerado terapéutico integrado por una matriz fibrosa, que es el colágeno, y un polímero (Pashley y Carvalho, 1997; Nakabayashi *et al.*, 1992b; Nakabayashi *et al.*, 1995).

La interacción originada entre los monómeros y la superficie dentinaria puede conocerse de una forma más directa gracias a los estudios de humectabilidad. Hay que destacar que el mojado de la superficie de la dentina por los monómeros es un paso inicial necesario en la adhesión, pero por sí solo no es suficiente para garantizar una adhesión exitosa, porque no asegura la penetración de los monómeros dentro de la superficie.

Para facilitar el mojado de la superficie de acondicionamiento los adhesivos convencionales llevan a cabo la remoción del barrillo dentinario, que lleva a un drástico aumento de la humedad en la dentina debido al flujo del agua a través de los túbulos dentinarios, lo que influye en las fuerzas de adhesión (Pashley, 1984; Pashley *et al.*, 1997). Esta humedad entorpece el mojado y posterior infiltración de los monómeros en la dentina desmineralizada. La permeabilidad de la dentina intertubular desmineralizada es una variable crítica en la adhesión dentinaria (Nakabayashi *et al.*, 1992a, b).

Los sistemas adhesivos cuyos imprimadores contienen agua basan su mecanismo de acción en que, tras secar la superficie de dentina desmineralizada con aire, el agua del *primer* reexpande la red de colágeno colapsada por el secado vehiculizando la infiltración de los monómeros HEMA a través dicha red.

Una buena adhesión se consigue cuando se da una buena infiltración dentinaria intratubular en el proceso de formación de la capa híbrida y de los *tags* de resina. (Nakabayashi y Pashley, 1998).

Cualquier colapso, incluso parcial, de la red de colágeno puede impedir un eficiente infiltrado de la resina, produciendo a zonas porosas, en particular en el base de la capa hibrida (Sano *et al.*, 1994; Maciel *et al.*, 1996).

Una infiltración pobre de la resina adhesiva dentro del sustrato desmineralizado deja nano-espacios dentro de la capa híbrida sin infiltrar (Sano *et al.*, 1995; Spencer, 1999) y esta región puede ser susceptible a la degradación hidrolítica por los fluidos orales (Sano *et al.*, 1999).

Gwinnett (1993) considera que la fuerza de unión de la resina a la dentina depende de la superficie dentinaria de adhesión, de la capa hibrida y de los *tags* de resina. Pashley y Carvalho (1997) asumen que la fuerza de unión de la resina a la dentina va a depender de la profundidad de la dentina infiltrada y de la resistencia de la resina. Esto se ha intentado resolver con la introducción en el mercado de los adhesivos autograbadores que contienen *primers* ácidos capaces de desmineralizar y imprimir la dentina a la vez.

Cualquier *primer* ácido favorece la desmineralización e impregnación simultánea de la dentina. El grabado ácido producido por estos *primers* debe ser suficiente para atravesar e incorporar toda la capa de barrillo dentinario y llegar a la capa de dentina subyacente, grabarla y formar una capa hibrida verdadera (Perdigão *et al.*, 2000).

Innumerables factores pueden influir en la fuerza de adhesión de los sistemas adhesivos a la dentina, a parte de los ya descritos entre ellos se puede considerar el sustrato dentinario, los procedimientos

efectuados en las pruebas, el medio y el periodo de conservación y la manipulación de los materiales.

La técnica de microtensión (*microtensil shear bond strength*-MTBS) se ha introducido hace pocos años y permite la evaluación de pequeñas áreas de unión dentina-resina produciendo una distribución uniforme del estrés durante la aplicación de la fuerza de tensión. Esta técnica permite el uso de especímenes pequeños y más uniformes (Shono *et al.*, 1999). Entre las ventajas de la técnica destaca que el mismo diente produce múltiples especímenes (Pashley *et al.*, 2001). Otras ventajas que presenta respecto a los test convencionales incluyen la utilización de solo un diente para efectuar algunas interfases adhesivas, evaluar substratos diferentes, como la dentina terciaria, la dentina con caries y evaluar las diferencias regionales de la fuerza de adhesión en el mismo diente (Pashley *et al.*, 1995).

Los métodos que usan el test de microtensión ofrecen una versatilidad que no puede ser alcanzada por los otros métodos convencionales (Pashley *et al.*, 1999).

La prueba de microtensión evalúa la eficacia adhesiva usando barritas cortadas de 1 mm de espesor, de tal forma que la concentración de las fuerzas de tensión se producen en la unión diente/resina.

El método de microtensión con pequeños especímenes (Shono *et al.*, 1999) es mejor que el método convencional de medida de fuerza de adhesión y muestra más fracturas adhesivas que otros métodos que, sin embargo, presentan un elevado número de fracturas cohesivas en dentina (Chen *et al.*, 2001). Cardoso *et al.* (1998), en un estudio comparativo relativo a tres diferentes métodos de ensayo de fuerzas de fractura, microtensión, tensión y cizallamiento, concluyeron que, para los mismos sistemas adhesivos, el test de microtensión muestra los más bajos coeficientes de variación.

Este test de microtensión exige una preparación más laboriosa que los test convencionales, pero tiene el gran potencial de permitir un estudio más profundo de la fuerza de adhesión de los materiales de restauración.

Los principales factores que pueden contribuir en la degradación de la adhesión resina-dentina son: la exposición al agua (Armstrong *et al.*, 2001), una incompleta hibridización (Hashimoto *et al.*, 2000) y la presencia residual de solventes o agua en la capa híbrida (Nunes *et al.*, 2005).

Algunas investigaciones han demostrado que, en algunos adhesivos de grabado total, se produce una reducción de la fuerza de adhesión después de su inmersión en agua durante largo tiempo, como por ejemplo Hashimoto *et al.*, (2000) que realizó los test a lo largo de uno, dos y tres años.

Carrillo *et al.*(2005) realizaron un estudio de fuerzas de adhesión a lo largo del tiempo con especímenes conservados en agua y aceite durante 6 y 12 meses, y concluyeron que la fuerza de adhesión es más baja en especímenes conservados en agua, y se mantiene o es mayor cuando son conservados en aceite. Este último medio se usa con frecuencia como control ya que se trata de un almacenamiento en un medio hidrofóbico que presentaría menos posibilidades de hidrólisis.

Yiu *et al.* (2004), evaluaron la fuerza de tensión de cinco adhesivos hidrofílicos, almacenados en agua o en aceite por 12 meses, y concluyeron que la fuerza de tensión se reduce cuando son almacenados en agua por largo tiempo. Observaron que esta reducción es mayor en el primer mes, el porcentaje de reducción de la fuerza de tensión aumenta cuanto más hidrofílicos sean los adhesivos y la fuerza de tensión se mantiene o aumenta cuando se almacenan en aceite. Este tipo de estudio sería extrapolable a la clínica ya que Hashimoto *et*

*al.*, 2000, comprobaron la fuerza de tensión *in vivo* dentina/adhesivo disminuye lentamente a lo largo del tiempo.

Esto no es siempre uniforme para los diferentes sistemas adhesivos (Burrow *et al.*, 1996) y coincide con lo que muestran los resultados de nuestro estudio, en que el adhesivo de grabado total evaluado mantiene las fuerzas de adhesión a lo largo del tiempo y los sistemas autograbadores no.

De Munck *et al.* (2003a) han estudiado cuatro adhesivos de grabado total de dos y tres pasos durante 4 años, y han concluido que una exposición indirecta de la interfase adhesivo-dentina a agua no disminuye la fuerza de adhesión de los adhesivos. Esto se debe a que la unión resina-esmalte protege la interfase entre la resina-dentina de la degradación por agua. Por otro lado, la exposición directa de la interfase adhesivo-dentina al agua durante cuatro años produjo una disminución significativa de la fuerza de adhesión de los adhesivos de dos pasos, pero no así en los adhesivos de tres pasos; esto también aparece en nuestros resultados.

En este trabajo se ha evaluado la eficacia adhesiva de tres tipos de sistemas adhesivos: grabado total, autograbadores de un paso, y de dos pasos, en los que se ha valorado la influencia del paso del tiempo, en medio acuoso, en sus valores de microtensión.

Los resultados de este estudio muestran que las fuerzas de adhesión del SB son significativamente más altas que la mayoría de los restantes sistemas adhesivos.

El Single Bond es un sistema adhesivo de grabado total, basado en una mezcla de HEMA y alcohol. Es muy sensible a la técnica, pero es capaz de obtener valores altos de MTBS a la dentina cuando es comparado con otros adhesivos de grabado total (De Munck *et al.*, 2003b).

Esta mezcla de HEMA y alcohol es capaz de humedecer la superficie de la dentina acondicionada por ácido y mantener las fibras del colágeno expandidas después de la evaporación de los solventes, mejorando la infiltración de los monómeros (Toledano *et al.*, 2006c).

El sistema adhesivo SB presenta los mejores valores de las fuerzas de MTBS a lo largo del tiempo. Su mejor valor ha sido obtenido a los 6 meses, pero sin diferencias significativas respecto a las 24 horas y los 12 meses.

Meiers *et al.* (2001) concluyeron que la estabilización a lo largo del tiempo del adhesivo SB es cuestionable porque después de 2 años, las fuerzas de tensión son mucho más bajas que en el inicio.

Toledano *et al.* (2006a) evaluaron la fuerza de tensión y de carga cíclica de cinco sistemas adhesivos, después de 24 horas. Los sistemas adhesivos CSEB y SB han tenido los mejores resultados de MTBS después de ser sometidos a carga cíclica, lo que está de acuerdo con nuestros resultados donde CSEB obtiene los mismos valores que SB tras su inmersión en agua, con el consiguiente envejecimiento hidrolítico.

Después del almacenamiento en agua durante 24 horas el adhesivo SB y CSEB, mostraron mejores valores de MTBS que el OUB (Toledano *et al.* 2006c).

El análisis fractográfico realizado en nuestro estudio después de inmersión en agua del SB, ha mostrado como Toledano *et al.*, (2006c) que la mayoría de los fallos han sido mixtos lo que revela una mejor eficacia adhesiva.

Es posible que en el sistema adhesivo SB al tener altos valores de fuerza de microtensión (MTBS) se produzcan fallos mixtos de dentina

intacta a las 24h y fallos mixtos a los 12 meses, ya que como se muestra en la imagen nº1 y 2 de MEB en la superficie fracturada se encuentra dentina grabada e infiltrada y se observa resina residual remanente del proceso hidrolítico en gran parte de la superficie de la dentina.

En un estudio realizado por Van Landuyt *et al.* (2005) se ha observado que los adhesivos autograbadores de un paso están asociados con el bajo valor de las fuerzas de adhesión, lo que está de acuerdo con nuestro estudio. Los adhesivos autograbadores de un paso basados en agua y altamente acídicos, tienen inestabilidad hidrolítica debido a su concentración de monómeros de HEMA (Mozner *et al.*, 2005; Salz *et al.*, 2005).

Para intentar solucionar esta limitación se han propuesto nuevos adhesivos de un solo paso sin HEMA (Spreafico *et al.*, 2006; Monticelli *et al.*, 2007). En el estudio realizado por Monticelli *et al.* (2007) con este tipo de sistemas adhesivos, observaron a través de microscopia electrónica de barrido (MEB) que hay un espesor no uniforme de la capa adhesiva a lo largo de la interfase. Los *tags* de resina aparecen pequeños, finos, y escasos con presencia constante de burbujas de aire atrapadas principalmente en la base y en el espesor de la capa de resina, estos hallazgos que podrían explicar nuestros resultados.

Los adhesivos autograbadores de un paso tienen una eficacia pobre a lo largo del tiempo. Especialmente la presencia de HEMA y solventes comprometen su estabilidad hidrolítica así como la durabilidad del adhesivo, (Tay *et al.*, 2002; De Munck *et al.*, 2007).

El contenido de agua es esencial como medio para la ionización de los adhesivos autograbadores de un paso (Tay *et al.*, 2001; Schultze *et al.*, 2005; Monticelli *et al.*, 2007). Los sistemas adhesivos autograbadores de un paso contienen monómeros altamente hidrofílicos y una carencia de resina hidrofóbica sin solvente adicional

para unirse a la dentina, pudiendo ser ésta una explicación para los resultados obtenidos en nuestro estudio. Aunque un sistema adhesivo de un paso es deseable clínicamente, la combinación de los monómeros hidrofílicos, hidrofóbicos y de ácido en una única solución puede comprometer la función de cada uno de estos componentes (Toledano *et al.*, 2006a).

En nuestro estudio hemos utilizado el sistema adhesivo CSEB, este es un sistema autograbadador de dos pasos, que contiene HEMA y un monómero altamente hidrofílico (10 MDP), que parece mejorar la humectabilidad de la superficie dentinaria (Kubo *et al.*, 2001; Yoshida *et al.*, 2004).

El CSEB causa una disolución mínima de los *smear plugs* facilitando la penetración, impregnación y polimerización de los monómeros con la dentina, para formar una capa híbrida muy fina (Inoue *et al.*, 2000; Osorio *et al.*, 2003; Toledano *et al.*, 2003a; Toledano *et al.*, 2006b).

Muchos autores han encontrado valores elevados de MTBS para el Clearfil SE Bond, lo que está de acuerdo con los resultados obtenidos en nuestro estudio (Finger *et al.*, 1996; Toledano *et al.*, 2001; De Munck *et al.*, 2002; Cardoso *et al.*, 2002; Abdalla, 2004; Yoshida *et al.*, 2004; Van Landuyt *et al.*, 2006a; Nunes *et al.*, 2006).

El Clearfil SE Bond presenta una unión mecánica y una unión química entre el adhesivo y el sustrato dentinario (Toledano *et al.*, 2001; Yoshida *et al.*, 2004; Nunes *et al.*, 2006), debido a que, cuando se aplica el adhesivo según las instrucciones del fabricante, hay una desmineralización incompleta de la dentina quedando mucha hidroxiapatita remanente que estaría disponible para unirse químicamente con las moléculas de 10 MDP del adhesivo contribuyendo en la eficacia adhesiva y explicar así los valores encontrados en microtensión (Nunes *et al.*, 2006).

Los monómeros funcionales específicos de los adhesivos autograbadores de dos pasos interaccionan químicamente con la hidroxiapatita que se mantiene disponible en la capa híbrida (Inoue *et al.*, 2005).

Aparentemente, el 10 MDP no solo interacciona más intensamente con la hidroxiapatita, sino que también produce mayor estabilidad hidrolítica que otros monómeros ácidos como el 4-metacriloxietil trimetil (4 MET) y el 2-metacriloxil fenil hidrógeno fosfato (Phenil-P) (Inoue *et al.*, 2005).

En un estudio realizado por Inoue *et al.* (2005), la observación a través de microscopia electrónica de transmisión (MET) y estudios de MTBS después de termociclado sugieren que la adhesión química en la interfase resina-dentina puede contribuir en la estabilidad de la interfase a lo largo del tiempo (Yoshida *et al.*, 2004).

De los sistemas adhesivos estudiados, el CSEB es el que presenta mejores valores de MTBS a las 24 horas, 6 meses y 12 meses, con diferencias significativas respecto al resto de los autograbadores evaluados a semejanza del SB, con el cual no muestra diferencias significativas igual que en otros estudios, en los que el adhesivo CSEB muestra fuerzas de adhesión que se aproximan a las de los adhesivos de grabado total (Toledano *et al.*, 2001; Toledano *et al.*, 2006a, b; Van Landuyt *et al.*, 2006b; Lopes *et al.*, 2004).

Con los adhesivos autograbadores de dos pasos el riesgo de quedar dentina desmineralizada que ha sido insuficientemente infiltrada por la resina es bastante más pequeño; los adhesivos autograbadores con monómeros ácidos desmineralizan e infiltran la dentina simultáneamente. Esto prolonga el tiempo medio de adhesión a la dentina, previene el colapso de la dentina desmineralizada y se reduce el número de pasos de los sistemas adhesivos tradicionales (Van Landuyt *et al.*, 2006b).

En nuestro estudio el valor del pH de los adhesivos no parece ser un factor de gran importancia, pero hay estudios que demuestran que el pH puede influir en la polimerización y en la fuerza adhesiva (Franco *et al.*, 2005), aunque existen otros estudios, como el de Grégoire y Millas (2005), que concluyen que el pH no es un factor determinante en la acción adhesiva de los autograbadores.

El CSEB y el OUB son adhesivos con un pH más alto ( $> 1,5$ ) (tabla 3.6.3) que los otros adhesivos estudiados y muestran resultados diferentes.

El CSEB tiene mejores resultados de MTBS con diferencias estadísticamente significativas que el OUB en los tres periodos de tiempo de almacenamiento estudiados.

El análisis fractográfico muestra que los sistemas adhesivos autograbadores de dos pasos como el CSEB, presentan más fallos mixtos que adhesivos al igual que los hallazgos publicados por Toledano *et al.*, (2006b). Se puede pensar que los sistemas adhesivos que tienen una baja fuerza de tensión presentan más fallos adhesivos y que dichos fallos aumentan con el almacenamiento en agua tras 12 meses. Los sistemas adhesivos que tienen valores más altos de fuerza de tensión, como el CSEB, tienen un mayor porcentaje de fallos mixtos.

De acuerdo con los resultados del presente estudio los adhesivos muestran una buena estabilidad a lo largo del tiempo, con excepción del EP y del OUB, que presentan una disminución significativa de las fuerzas de MTBS cuando son almacenados en agua.

El adhesivo OUB, empieza a disminuir desde las 24 h y el EP desde los 6 meses. En nuestro estudio el EP, va disminuyendo sus fuerzas de adhesión a lo largo del tiempo, presentando el menor valor a los 12

meses, resultados que son semejantes a los encontrados en estudios realizados por otros autores (Osorio *et al.*, 2003; Toledano *et al.*, 2001; Carvalho *et al.*, 2005). Esto puede ser debido a que el EP contiene una solución ácida que consiste en mono y di ester metacrilato fosfórico, que es capaz de inducir, sin embargo, una desmineralización continua de las estructuras adyacentes del esmalte dental y de los túbulos, desestabilizando el colágeno (Osorio *et al.*, 2003; Wang y Spencer, 2005).

En nuestro estudio, de los adhesivos autograbadores de un paso, OUB y EP, el que presenta los mayores valores de fuerzas de microtensión a los doce meses es el OUB. Sin embargo, a los 6 meses y 24 horas no existen diferencias significativas entre el OUB y el EP.

Estos adhesivos de un paso disuelven completamente el barrillo dentinario y forman una capa híbrida espesa (Haller, 2000; Cardoso *et al.*, 2002; Toledano *et al.*, 2003a; Toledano *et al.*, 2006b; Osorio *et al.*, 2003; Fritz y Finger, 1999). Por eso la baja eficacia de estos sistemas de un paso pueda ser resultado de la baja fuerza cohesiva del polímero (Inoue *et al.* 2000; Haller, 2000; Fritz y Finger, 1999).

Otro factor es el aumento de la permeabilidad de la interfase resina-dentina creado por los adhesivos autograbadores de un paso, que puede estar provocada por su inestabilidad hidrolítica después del envejecimiento en agua (Toledano *et al.*, 2006a; Tay *et al.*, 2001; Chersoni *et al.*, 2004).

Algunas razones que también justifican los bajos valores conseguidos por estos adhesivos de un paso son: la combinación de monómeros ácidos hidrofílicos y hidrofóbicos que pueden comprometer la polimerización del adhesivo (De Munck *et al.*, 2003a); el ataque ácido más fuerte, que puede destabilizar el colágeno, conduciendo a una disminución de las fuerzas de adhesión (Yoshiyama *et al.*, 1995); y una

fuerza cohesiva más débil del adhesivo (Santini *et al.*, 2001; Inoue *et al.*, 2001).

La combinación de algunos de estos factores puede llevar a una disminución en las fuerzas de unión resina-dentina, durante el almacenamiento en agua, por tanto, las fibras de colágeno pueden ser más susceptibles a la degradación hidrolítica después de ser tratadas con soluciones con valores de pH bajos (Armstrong *et al.*, 2001; Yoshiyama *et al.*, 1995). Además, la menor difusión de los monómeros puede impedir la incorporación óptima de la resina en la matriz del colágeno desmineralizado (Toledano *et al.*, 2003a; Wang *et al.*, 2005). El colágeno expuesto puede degradarse si los componentes de la matriz quedaran al descubierto después del infiltrado de la resina (Hashimoto *et al.*, 2000; Yamauti *et al.*, 2003), y el grabado ácido continuo puede también exponer el colágeno desprotegido, como en el caso del sistema adhesivo autograbador de un paso OUB (Pashley *et al.*, 2003).

El análisis del tipo de fallo reveló, para los sistemas adhesivos autograbadores de un paso, que los fallos adhesivos eran más frecuentes que los mixtos; en todos los periodos de almacenamiento, especialmente a partir de los 6 meses, lo que es reflejo de su menor eficacia adhesiva. Los sistemas adhesivos autograbadores de dos pasos presentan resultados dispares en el análisis fractográfico, aunque siempre en relación con las respectivas fuerzas de adhesión de cada sistema: si bien el CSEB muestra mayor porcentaje de fallos mixtos en cada periodo estudiado, el Resulcin, tal como ocurre con los valores de MTBS obtiene una mayor proporción de fallos adhesivos en todos los tiempos evaluados, similares a los de los adhesivos autograbadores de un solo paso. El sistema adhesivo de grabado total SB tras los tres periodos de almacenamiento ha obtenido más fallos mixtos que fallos adhesivos, en correspondencia con los altos valores de fuerza de microtensión obtenidos en todos los periodos estudiados y con otros autores de la literatura (Toledano *et al.*, 2006b).

Cuando se trata de aplicar un sistema de adhesión a la dentina, es evidente que el sistema adhesivo autograbador de dos pasos, el CSEB, es apto para competir con los sistemas adhesivos de grabado total, no solo en términos de eficacia adhesiva (Inoue *et al.*, 2000, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003), sino también en términos de durabilidad (Miyazaki *et al.*, 2002; Sano *et al.*, 1999; Nikaido *et al.*, 2002).

A pesar de los estudios realizados y de las evidentes mejoras en la sensibilidad de la técnica y en su tiempo de aplicación, los sistemas adhesivos simplificados no han proporcionado aun las mejoras esperadas en la eficacia adhesiva. .Estos parámetros han sido documentados por otros autores, (Inoue *et al.*, 2001, Van Meerbeek *et al.*, 2003), donde se ha comprobado la baja eficacia adhesiva de dichos sistemas adhesión

Son necesarios, por tanto, más estudios sobre el lugar concreto y el mecanismo de degradación de la interfase resina-dentina, que deben ser realizados con el fin de mejorar los sistemas adhesivos con una buena adhesión a lo largo del tiempo y clínicamente previsible.

## 6- CONCLUSIONES

- 1- La eficacia adhesiva de los sistemas adhesivos de grabado total y autograbadores de 1 y de 2 pasos no tienen el mismo comportamiento tras su almacenamiento en agua a lo largo del tiempo.
- 2- El sistema adhesivo de grabado total (SB) tiene mayores fuerzas de microtensión y no disminuye sus valores de fuerzas de microtensión tras los diferentes periodos de almacenamiento.
- 3- El sistema adhesivo CSEB tiene valores de fuerzas de microtensión similares al sistema adhesivo SB tanto a las 24 horas como tras 6 y 12 meses de almacenamiento en agua.
- 4- El sistema adhesivo Resulcin tiene valores de fuerzas de microtensión similares a los sistemas adhesivos autograbadores de 1 paso, disminuyendo su eficacia adhesiva a los 2 meses.
- 5- Los sistemas adhesivos autograbadores de 1 paso tienen los menores valores de fuerzas de microtensión y su eficacia adhesiva disminuye a lo largo del tiempo.
- 6- El porcentaje de fallos mixtos después de la fractura es proporcional a los valores de MTBS en los sistemas adhesivos estudiados, indicando una mejor eficacia adhesiva en los sistemas adhesivos CSEB y SB.

## 7- Bibliografía

Abdalla AI. Microtensile and tensile bond strength of single-bottle adhesives: a new test method. *J Oral Rehabil* 2004; 31: 379-384.

Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. Mode of failure in the dentin-adhesive resin-resin composite bonded joint as determined by strength-based ( $\mu$ TBS) and fracture-based (CSNB) mechanical testin. *Dent Mater* 2001; 17:201-2110.

Anbar M, Farley EP. Potencial use of organic polyphosphonates as adhesives in restoration of teeth. *J Dent Res* 1974; 53:879-888.

Asmussen E, Hansen EK. Dentine bonding systems In: State of the art in direct posterior filling materials and dentin bonding. Eds. Vanherie G y Degrange M. Van der Porten Publishers, 1993. Leuven.

Bashkar SN. Histología y Embriología Bucal de Orban. 11<sup>a</sup> Ed. Editorial Prado, 1993. México D F.

Billington RW, Blackwell GB, Prodger TE. Polyethilenically unsaturated monophosphates. United States patent number 4, 514, 342; April 30, 1985.

Bowen RL, Cobb EN, Rapson JE. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues: improvement in bond strength to dentin. *J Dent Res* 1982; 61:1070-1076.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955; 34:849-853.

Buonocore MG, Wileman W, Brudevold F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res* 1956; 35:846-851.

Burrow MF, Satoh M, Tagami J. Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. *Dent Mater* 1996;12: 302-307.

Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater* 1998; 14:394-398.

Cardoso PE, Placido E & Moura SK. Microleakage of four simplified adhesive systems under thermal and mechanical stresses. *Am J Dent* 2002;15:164-168.

Carrillo MR, Carvalho RM, Tay FR, Yiu C, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent* 2005 Dec; 18(6): 315-9.

Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etching adhesives. *Biomater* 2005; 26:1035-1042.

Cate AR. Oral Histology- Development, Structure and Function. 5<sup>th</sup> edition. Mosby, 1988. St. Louis.

Chen KK, Ogawa T, Kozono Y, Terashita M. Fracture aspects of resin-dentin bonding in non-trimming microtensile test. *Dent Mater* 2001; 20(4): 315-324.

Chersoni S, Suppa P, Breschi L, Ferrari M, Tay FR, Pashley DH, Prati C. Water movement in the hybrid layer after different dentin treatments. *Dent Mater* 2004;20:796-803.

Coli P, Alaeddin S, Wennerberg A, Karlsson S. In vitro dentin pre-treatment: surfaces roughness and adhesive shear bond strength. *Eur J Oral Sci* 1999; 107:400-41.

Davison CL, DeGee AJ. Relaxation of polymerization contraction stress. *J Dent Res* 1984a; 63:146-148.

Davison CL, DeGee AJ, Feilze A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res* 1984b; 63:1396-1399.

Davis W. Histología y Embriología Bucal. *Interamericana- McGraw-Hill*, 1988. México.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2002; 82:136-140.

De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, Lambrechts P & Vanherle G. Microtensile bond strength of one and two-step self-etch adhesives to burcut enamel and dentin. *Am J Dent* 2003a;16:414-420.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G. Four year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J. Dent Res* 2003b; 82: 136-140.

De Munck J, Ermis RB, Koshiro K, Inoue S, Ikeda T, Sano H, Landuyt K, Van Meerbeek B. NaOCl degradation of a HEMA-free all-in-one adhesive bonded to enamel and dentin following two air-blowing techniques. 2007; 35:74-83.

Eick JD, Wilko RA, Anderson CH, Sorenson SE. Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of electron microscope. *J Dent Res* 1970; 49:1359-1368.

Eick JD, Coob CM, Chappell RP, Spencer P. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part II. *Quintessence Int* 1992;23:43-51.

Eick JD, Robison SJ, Byerley TJ, et al.. Adhesives nonshrinking dental resins of the future. *Quintessence Int* 1993;24: 632-640.

Eliades G, Palaghias G, Vougiouklakis G. Surfaces reactions of adhesives on dentin. *Dent Mater* 1990; 6:208-216.

Eliades G, Palaghias G, Vougiouklakis G. Effect of acidic conditioners on dentin morphology, molecular composition and collagen conformation in situ. *Dent Mater* 1997, 13: 24-33.

Finger WJ, Fritz U. Laboratory evaluation of one-component enamel/dentin bonding agents. *Am J Dent* 1996; 9: 206-210.

Franco EB, Lopes LG, D'Alpino PH, Pereira JC. Influence of pH of different adhesive systems on the polymerization of a chemically cured composite resin. *Braz Dent J* 2005; 16(2): 107-11.

Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Technique sensitivity of dentin bonding: effects of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 2000; 25:324-330.

Fritz UB, Finger WJ. Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. *Am J Dent* 1999; 12:277-282.

Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new restorative resin. *J Dent Res* 1979; 58:1364-1370.

Gregóire G and Millas A. Microscopic evaluation of dentin interface obtained with 10 contemporary self-etching systems: correlation with their pH. *Oper Dent* 2005; 30: 481-491.

Gwinnett AJ. Quantitative contribution of resin infiltration/ hybridisation to dentin bonding. *Am J Dent* 1993; 6:7-9.

Gwinnett AJ, Yu S. Effect on long-term water storage on dentin bonding. *Am J Dent* 1995; 8:109-111.

Haller B. Recent developments in dentin bonding. *Am J Dent* 2000;13:44-50.

Hasegawa T, Manabe A, Itoh K, Wakumoto S. Investigation of self-etching dentin primes. *Dent Mater* 1989; 5:408-410.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. in vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 2000; 79:1385-1391.

Hayakawa T, Kikutake K, Nmoto K. Influence of self-etching prime treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel. *Dent Mater* 1998; 14:99-105.

Inoue S, Van Meerbeek B, Vargas M, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Advanced adhesive dentistry. Tagami J, Toledano M, Prati C (Ed.). *Cirimido*, 2000. Italy.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2001; 3:237-45.

Inoue S, Kashiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, Sano H, Van Meerbeek B. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2005; 84(12):1160-1164.

International Organization for Standardization. ISO/TR 11405: 1994(E) Dental materials-guidance on testing of adhesion to tooth structure. Geneva, Switzerland: ISO, 1994.

Kanca J. Resin bonding to wet substrate. I . Bonding to dentin. *Quintessence Int* 1992;5:127-129.

Kato G, Nakabayashi N. Effect of phosphoric acid concentration on wet-bonding to etched dentin. *Dent Mater* 1996; 12:250-255.

Kinney JH, Balooch M, Haupt Jr DL, Marshall Jr GW. Mineral distribution and dimensional changes in human dentin during demineralization. *J Dent Res* 1995; 74:1179-1184.

Kubo S, Yokota H, Sata Y, Hayashi H. The effects of flexural load cycling on the microleakage of cervical resin composites. *Oper Dent* 2001;26:451-459.

Labela R, Lambrechts P, Van Meerbeek, Vanherle G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater* 1999; 15:128-137.

Lopes GW, Baratieri LN, Andrada MAC, Vieira LCC. Dental adhesion: Present state of the art and future perspectives. *Quint Int* 2002; 33(3):231-224.

Lopes GC, Marson FC, Vieira LC, Caldeira AM, Baratieri LN. Composite bond strength to enamel with self-etching primes. *Oper Dent* 2004; 29:424-429.

Maciel KT, Carvalho RM, Ringle RD, Preston CD, Russel CM, Pashley DH. The effects of acetone, ethanol, HEMA, and air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. *J Dent Res* 1996; 75:1851-1858.

Marshall Jr GW. Dentin: Microstructure and characterization. *Quintessence Int* 1993; 24: 606-617.

Marshall GW, Balooch M, Kinney JH, Marshall SJ. Atomic force microscopy of conditioning agents on dentin. *J Biomed Mater Res* 1995; 29:1381-1387.

Marshall Jr GW, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent* 1997a; 25:441-458.

Marshall Jr GW, Inai N, Magidi ICW, Balooch M, Kinney JH, Tagami J, Marshall SJ. Dentin demineralisation: effects of dentin depth, pH and different acids. *Dent Mater* 1997b; 13:338-343.

McCabe JF. Aderson: Materiales de aplicación dental. *Ed. Salvat*, 1958. Barcelona.

Meiers JC, Young D. Two-year composite/dentin bond stability. *Am J Dent* 2001 Jun; 14(3): 141-144.

Miyazaki M, Tsubota K, Onose H, Hinoura K. Influence of adhesive application duration on dentin bond strength of single application bonding systems. *Oper Dent* 2002; 27:278-283.

Montes MAJR, Goes MF, Cunha MRB, Soares AB. A morphological and tensile bond strength evaluation of an unfilled adhesive with low-viscosity composites and filled adhesive in one and two coats. *J Dent* 2001; 29:435-441.

Monticelli F, Osorio R, Proença JP, Toledano M. Resistance to degradation of resin-dentin bonds using a one-step HEMA-free adhesive. *J Dent* 2007 35:181-186.

Mozner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater* 2005; 21:895-910.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E (1982). The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J. Biomed Mater Res* 1982 16: 265-273.

Nakabayashi N. Adhesive bonding with 4-Meta. *Oper Dent* 1992a; 5:125-130.

Nakabayashi N, Watanabe A, Gendusa NJ. Dentin adhesion of "modified" 4-META/MMA-TBB resin: function of HEMA. *Dent Mater* 1992b; 8:259-264.

Nakabayashi N, Ashiawa A, Nakamura M. Identification of a resin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quint Int* 1992c; 23:135-141.

Nakabayashi N, Watanabe A, Ikeda W. Intra-oral bonding of 4 META/MMA-TBB resin to vital human dentin. *Am J Dent* 1995; 8:37-42.

Nakabayashi N, Saimi, Y. Bonding to intact dentin. *J Dent Res* 1996; 75:1706-1715.

Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of dental hard tissues. *Ed. Quintessence*, Tokyo, 1998.

Nikaido T, Kunzelmann KH, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Cox CF, Hickel R, Tagami J. The in vitro dentin bond strengths of two adhesive systems in class I cavities of human molars. *J. Adhes Dent* 2002; 4: 31-39.

Nishida K, Yamaushi J, Wada T, Hosoda H. Development of a new bonding system (abstract 267). *J Dent Res* 1993; 72:137.

Nunes T G, Ceballos L, Osorio R, Toledano M. Spatially-resolved photopolymerization kinetics and oxygen inhibition in dental adhesives. *Biomater* 2005; 26:1809-1817.

Nunes T G, Polido M, Amorim A, Nunes S, Toledano M. Multinuclear magnetic resonance studies on the interaction of self-etching adhesive with radicular and coronal human dentin. *J. Mat. Science: Mat. In Medicine* 2006; in press.

Osorio R, Toledano M, de Leonardi G, Tay F. Microleakage and interfacial morphology of self-etching adhesives in class V resin composite restorations. *J Biomed Mater Res B* 2003; *Appl Biomater* 66: 399-409.

Pashley DH. Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent Supplement* 1984; 3:13-29.

Pashley DH, Tao L, King GE, Horner JA. Scanning electron microscopy of the subsurface of smear layers in human dentin. *Arch Oral Biol* 1988; 33:265-270.

Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Carvalho RM, Russel CM,. Bond strength versus dentine structure: a modelling approach. *Arch Oral Biol* 1995; 40:1109-1118.

Pashley DH, Carvalho RM. Dentin permeability and adhesion. *J Dent* 1997; 25:355-372.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Shono Y, Fernandes CA, Tay FR. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1999; 1:299-309.

Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. II. Etching effects on unground enamel. *Dent Mater* 2001; 17:430-444.

Pashley DH, Agee KA, Carvalho RM, Lee KW, Tay FR, Callison TE. Effects of water and water-free polar solvents on the tensile properties of demineralized dentin. *Dent Mater* 2003; 19:347-352.

Perdigão J. An ultra-morphological study of human dentin exposed to adhesive systems. Van Der Poorten, 1995a. Belgium

Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanhert G, Lopes ALB. Field emission SEM comparison of four postfixation drying techniques for human dentin. *J Biomed Mater Res* 1995b; 29:1111-1120.

Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Tome AR, Vanhert G, Lopes AB. Morphological field emission-SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dent Mater* 1996; 12:262-271.

Perdigão J, Frankenberger R, Rosa BT & Breschi L.. New trends in dentin-enamel adhesion. *Am J Dent* 2000; 13: 25D-30D.

Pereira PNR, Okuda M, Sano H, Yoshikawa T, Burrow MF, Tagami J. Effect of intrinsic wetness and regional differences on dentin bond strength. *Dent Mater* 1999; 15:46- 53.

Polido M. Estudio de la Capacidad Adhesiva en Diversas Localizaciones de Dentina Humana. Tesis Doctoral, Granada, 2004.

Rosales JL, Marshall GW, Marshall SJ, Watanabe LG, Toledano M, Cabrerizo MA, Osorio R. Acid-etching and hydration influence on dentin roughness and wettability. *J Dent Res* 1999; 78(9):1554-1559.

Rueggeberg FA. Substrate for adhesion testing to tooth structure – Review of the literature. Report of ASC MD156 Task Group. *Dent Mater* 1991;7:2-10.

Salz U, Zimmermann J, Zeunner F, Mozner N. Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. *J Adhes Dent* 2005; 7:107-116.

Sano H, Shono T, Takatsu T, Hosoda H. Microporus dentin zone beneath resin-impregnated layer. *Oper Dent* 1994; 19:59-64.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Mathews WG, Pashley DH. Nanoleakage: Leakage within the hybrid layer. *Oper Dent*. 1995; 20:18-25.

Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, Pashley DH. Long term durability of dentin bonds made with a self etching prime, in vivo. *J Dent Res* 1999; 78:906-911.

Santini A, Plasschaert AJ, Mitchell S. Effect of composite resin placement techniques on the microleakage of two self-etching dentin-bonding agents. *Am J Dent* 2001;14:132-136.

Schulze KA, Oliveira SA, Wilson RS, Gansky SA, Marshall GW, Marshall SJ. Effect of hydration variability on hybrid layer properties of self-etching versus an acid-etching system. *Biomater* 2005; 26:1011-1018.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 1999; 78: 699-705.

Spencer P, Swafford JR. Unprotected protein at the dentin-adhesive interface. *Quint Int* 1999; 30:501-507.

Spreafico D, Semeraro S, Mezzanzanica D, Re D, Gagliani M, Tanka T, et al.. The effect of air-blowing step on the technique sensitivity of four different adhesive systems. *J Dent* 2006; 34(3):237-244.

Tani C, Itoh K, Hisamitsu H, Wakumoto S. Efficacy of dentin bonding agents combined with self-etching primes containing phenyl-P. *Dent Mater* 1993; 12:219-224.

Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SHY. Structural evidence of a sealed tissue interface with a total-etch wet-bonding technique in vivo. *J Dent Res* 1994; 73:629-636.

Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SHY. Variability in microleakage observed in a total-etch wet-bonding technique under different handling conditions. *J Dent Res* 1995; 74:1168- 1178.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned moist, and dry dentin: A paradigm using water-free adhesive primes. *J Dent Res* 1996a; 75: 1034-1044.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free, acetone-based, single-bottle prime/adhesives. *Dent Mater* 1996b; 12:236-244.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. The overwet phenomenon: A transmission electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. *Am J Dent* 1996c; 9:161-166.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. The overwet phenomenon in two-component acetone-based primes containing aryl amine and carboxyl acid monomers. *Dent Mater* 1997; 13:118-127.

Tay FR, Carvalho R, Sano H, Pashley DH. Effect of smear layer on the bonding of a self-etching, prime to dentin. *J Dent Mater* 2000; 2:99-116.

Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 2001; 17:296-308.

Tay FR, King NM, Chan KM, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralise and infiltrate simultaneously? *J Adhes Dent* 2002; 4:255-269.

Ten Cate JV, Nyvad B, Van de Blassche-Simons YM, Fejerskov O. A quantitative analysis of mineral loss and shrinkage on in vitro demineralised human root surface. *J Dent Res* 1991; 70:1371-1374.

Toledano M, Osorio R, Perdigão J, Rosales JI, Thompson JY, Cabrerizo-Vilchez MA. Effect of acid etching and collagen removal on dentin wettability and roughness. *J Biomed Mater Res* 1999; 47:198-203.

Toledano M, Osorio R, de Leonardi G, Rosales-Leal JI, Ceballos L, Cabrerizo-Vilchez MA. Influence of self-etching prime on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent* 2001;14:205-210.

Toledano M, Osorio R, Ceballos L, Fuentes V, Fernández CA, Tay FR. Microtensile bond strength of several adhesive systems to different dentin depths. *Am J Dent* 2003a; 16:292-298.

Toledano M, Osorio R, Sánchez F, Osorio E. Arte y ciencia de los Materiales Odontológicos. *Ediciones Avances*, 2003b. Madrid.

Toledano M, Osorio R, Albaladejo A, Aguilera FS, Tay FR, Ferrari M. Effect of cyclic loading on the microtensile bond strengths of total-etch and self-etch adhesives. *Oper Dent* 2006a; 31(1): 25-32.

Toledano M, Osorio R, Albaladejo A, Aguilera FS, Osorio E. Differential effect of in vitro degradation of resin-dentin bonds produced by self-etch versus total-etch adhesives. Wiley InterScience. *J Biomed Mater Res* 2006b; 77A: 128-135.

Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Monica Y, Pashley DH, Tay FR. Durability of resin-dentin bonds: effects of direct/indirect exposure and storage media. *Dent Mater* 2006c; Article in Press.

Unterbrink GL, Liebenberg WH. Flowable resin composites as "filled adhesives": literature review and clinical recommendations. *Quint Int* 1999; 30:249-257.

Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid etching. *J Dent* 2005 (In press).

Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater* 2006a; 22:533-544.

Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. *J Dent* 2006b; 34:77-85.

Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different adhesive systems. *J Dent Res* 1992; 71:1530-1540.

Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicase M, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *J Dent Res* 1993; 72:495-501.

Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *J Dent* 1998; 26:1-20.

Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesives and cements to promote prevention dentistry. *Oper Dent* 2001; 6:s119-s144.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al.. Buonocore memorial lectura. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003; 28:215-35.

Wang Y, Spencer P. Continuing etching of an all-in-one adhesive in wet dentin tubules. *J Dent Res* 2005; 84: 350-354.

Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a Phenyl-P self-etching prime. *J Dent Res* 1994; 73:1212-1220.

Yamauchi J, Masuhara E, Nakabayashi N, Shibatani K, Wada T. Method of filling a tooth cavity. United States patent number 4, 259, 075; March 31, 1981.

Yamauti M, Hashimoto M, Sano H, Ohno H, Carvalho RM, Kaga M. Degradation of resin-dentin bonds using NaOCl storage. *Dent Mater* 2003; 19:399-405.

Yiu CK, Tay FR, King NM, Pashley DH, Sidhu SK, Neo JC, Toledano M, Wong SL. Interaction of glass-ionomer cements with moist dentin. *J Dent Res* 2004; 83:283-289.

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G, Wakasa K. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res* 200079: 709-714.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Chintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004; 83: 454-458.

Yoshiyama M, Carvalho R, Sano H, Horner J, Brewer PD, Pashley DH. Interfacial morphology and strength bonds made to superficial versus deep dentin. *Am J Dent* 1995; 8:297-302.

Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley DH. Regional bond strength of self-etching/self-priming adhesive systems. *J Dent* 1998; 26:609-616.

Yu XY, Joynt RB, Wieczkowski G, Davis EL. Scanning electron microscopic and energy dispersive X-ray evaluation of two smear layer mediated dentinal bonding agents. *Quint Int* 1991; 22:305-310.

Zheng L, Pereira PNR, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent* 2001;26:97-104.