

RUBENS NAZARENO GARCIA

***AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE  
SISTEMAS ADESIVOS E CIMENTOS RESINOSOS À  
DENTINA E AOS COMPÓSITOS RESTAURADORES***

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Doutor em Materiais Dentários.

PIRACICABA  
2006

RUBENS NAZARENO GARCIA

***AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE  
SISTEMAS ADESIVOS E CIMENTOS RESINOSOS À  
DENTINA E AOS COMPÓSITOS RESTAURADORES***

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Doutor em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Giannini  
Co-orientador: Prof. Dr. Mário F. de Góes

Banca Examinadora:  
Prof. Dr. Marcelo Carvalho Chain  
Prof. Dr. João Carlos Gomes  
Prof. Dr. José Roberto Lovadino  
Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

PIRACICABA  
2006

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

Bibliotecário: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

G165a	<p>Garcia, Rubens Nazareno. Avaliação da resistência de união de sistemas adesivos e cimentos resinosos à dentina e aos compósitos restauradores. / Rubens Nazareno Garcia. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2006.</p> <p>Orientadores: Marcelo Giannini, Mário Fernando de Góes Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p>1. Adesivos dentários. 2. Resinas compostas. 3. Resistência dos materiais. 4. Cimentos de resina. I. Giannini, Marcelo. II. Góes, Mário Fernando de. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. IV. Título.</p> <p style="text-align: right;">(mg/fop)</p>
-------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Título em Inglês: Evaluation of bond strength of adhesive systems and resin cements to dentin and restorative composites

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dental adhesives. 2. Composite resins. 3. Tensile strength. 4. Resin cements

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Doutor em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Marcelo Giannini, Marcelo Carvalho Chain, João Carlos Gomes, José Roberto Lovadino, Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Data da Defesa: 26-05-2006

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, em sessão pública realizada em 26 de Maio de 2006, considerou o candidato RUBENS NAZARENO GARCIA aprovado.

*Marcelo Gianni*

---

PROF. DR. MARCELO GIANNINI

*[Signature]*

---

PROF. DR. JOÃO CARLOS GOMES

*[Signature]*

---

PROF. DR. MARCELO CARVALHO CHAIN

*[Signature]*

---

PROF. DR. JOSE ROBERTO LOVADINO

*[Signature]*

---

PROF. DR. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

Dedico este trabalho à minha família, Ana Paola, João Augusto e Maria Eduarda, razão principal de minha incessante busca pelo aprimoramento pessoal e profissional. E também aos meus valorosos pais, Longino e Marieta, sempre exemplares no verdadeiro princípio que rege nossas vidas: o amor.

## AGRADECIMENTOS

Ao Grande Arquiteto do Universo, que, com sua infinita bondade, tem iluminado meus caminhos, de minha família e de meus amigos.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcelo Giannini, e meu co-orientador, Prof. Dr. Mário Fernando de Góes, pela prestimosidade e honrosa oportunidade de compartilhar seus conhecimentos. O exemplo desses professores, principalmente pelo compromisso com a excelência e a qualidade nas pesquisas, será seguido e norteará meus passos na carreira docente.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas, na pessoa de seu Diretor, Prof. Dr. Thales Rocha de Mattos Filho, pela oportunidade de cursar o doutoramento nessa importante Instituição.

Aos professores da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, coordenador do Curso de Pós-Graduação em Materiais Dentários, Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, Prof. Dr. Simonides Consani, e Profa. Dra. Regina Maria Puppim Rontani, pelo aprendizado e amizade dispensados durante estes anos; assim como aos professores do Programa de Materiais Dentários, a Profa. Dra. Marcela Rocha de Oliveira Carrilho (Pleno) e o Prof. Dr. Saulo Geraldelli (Participante), pelo apoio dispensado no decorrer do curso.

A todos os professores e membros do Departamento de Ciências Restauradoras, Área Cariologia e Odontologia Operatória, da Escola de Graduação em Odontologia da *Tokyo Medical and Dental University*, mas especialmente ao Prof. Dr. Junji Tagami e ao Prof. Dr. Toru Nikaido, pela supervisão, acolhimento e inesquecível oportunidade de realizar parte desta tese naquela Instituição.

À Universidade do Vale do Itajaí (UNIVALI) de Itajaí/SC, na pessoa de seu Magnífico Reitor, Prof. Dr. José Roberto Provesi, e à Universidade da Região de Joinville (UNIVILLE), na pessoa de seu Magnífico Reitor, Prof. MSc. Paulo Ivo Koehtopp, pelos apoios financeiros para realização deste curso.

Aos colegas de Pós-graduação dos cursos de Mestrado e Doutorado em Materiais Dentários, com quem tive a satisfação de conviver e compartilhar conhecimentos e experiências. Sem seus apoios e companheirismo certamente esta jornada seria mais difícil e menos proveitosa.

Aos funcionários da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Engenheiro Marcos Blanco Cangiani e Selma Barbosa Segalla, pela amizade, disposição e apoio em todos os momentos do curso. E aos funcionários Eliene Narvaes Romani, do Departamento de Morfologia e Adriano Luis Martins do Departamento de Diagnóstico Oral da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, pela ajuda para realização de etapas deste trabalho.

A todas as pessoas que participaram, direta ou indiretamente, contribuindo para a realização deste trabalho, meu sincero agradecimento.

*“Talvez a tarefa de quem ama os homens seja fazer rir da verdade, fazer rir a verdade, porque a única verdade é aprendermos a nos libertar da paixão insana pela verdade...”*

Monge William de Baskerville (1327)  
O Nome da Rosa  
Umberto Eco

## SUMÁRIO

RESUMO	1
ABSTRACT	3
1 INTRODUÇÃO	5
2 REVISÃO DA LITERATURA	9
2.1 Sistemas adesivos contemporâneos.....	9
2.2 Degradação da união.....	14
2.3 Cimentação adesiva e incompatibilidade química entre sistemas adesivos e compósitos restauradores/cimentos resinosos.....	19
2.4 Técnica de cobertura com resina de baixa viscosidade ( <i>Resin Coating Technique</i> ).....	23
2.5 Ensaio de resistência de união.....	25
3 PROPOSIÇÃO	29
4 MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1 Estudo 1 - Avaliação da resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes e um convencional de frasco único à dentina, após uma semana e um ano de armazenamento em água destilada.....	31
4.2 Estudo 2 - Avaliação da resistência de união de cimentos resinosos aplicados em compósitos restauradores com adesivo hidrófilo e hidrófobo.....	34
4.3 Estudo 3 - Avaliação da resistência de união em dentina de cimentos resinosos fotoativados ou não quando aplicados sobre resinas de baixa viscosidade ou sobre a camada de adesivo que hibridiza a dentina.....	37
4.4 Estudo 4 - Avaliação da resistência de união em dentina utilizando diferentes técnicas de cimentação adesiva que empregam cimentos resinosos e sistemas adesivos simplificados associados às resinas de baixa viscosidade.....	40
5 RESULTADOS	45
5.1 Estudo 1.....	45
5.2 Estudo 2.....	53
5.3 Estudo 3.....	57
5.4 Estudo 4.....	62
6 DISCUSSÃO	69
7 CONCLUSÕES	85
REFERÊNCIAS	87
ANEXOS	97
Anexo 1.....	98
Anexo 2.....	102
Anexo 3.....	103
Anexo 4.....	105
Anexo 5.....	106

## RESUMO

O atual conceito de união aos tecidos duros dentais é baseado na infiltração de sistemas adesivos em esmalte e dentina, no processo chamado de hibridização. Enquanto a união ao esmalte tem sido considerada um procedimento confiável devido a sua uniforme composição, a união à dentina continua sendo um desafio. O objetivo deste estudo foi avaliar e discutir os conceitos que envolvem os sistemas adesivos odontológicos e as técnicas de cimentação adesiva. O estudo compreendeu quatro avaliações que propuseram analisar: 1- a resistência de união (RU) de alguns sistemas autocondicionantes após uma semana e um ano de armazenamento em água; 2- a RU de cimentos resinosos aos compósitos utilizados na reconstrução dental; 3 e 4- a RU de técnicas de cimentação adesiva. Foram utilizados dentes bovinos nos experimentos 1, 2 e 3; e ensaios de microcisalhamento. Para o experimento 4 foram utilizados dentes humanos e o ensaio de microtração. Os resultados indicaram que: 1- entre todos adesivos testados, o adesivo autocondicionante One-Up Bond F não apresentou redução na RU após um ano; 2- a RU foi maior quando se aplicou adesivo hidrófobo entre o compósito restaurador e o cimento resinoso; 3 e 4- o uso de uma camada intermediária de resina de baixa viscosidade e fotoativação dos cimentos resinosos resultou em maiores valores de RU entre o cimento resinoso e a dentina. Os resultados sugerem que a união à dentina ainda é instável para a maioria dos sistemas adesivos; na união do cimento resinoso ao compósito restaurador, os adesivos hidrófobos são as melhores opções; e as técnicas de cimentação adesiva apresentam melhor desempenho com aplicação de uma camada intermediária de resina de baixa viscosidade e fotoativação do cimento resinoso.

## **ABSTRACT**

The current concept of bonding to hard dental tissues is based on the infiltration of adhesive systems in enamel and dentin, in the so-called hybridization process. While the enamel bond has been considered a reliable procedure due to its uniform composition, bonding to dentin continues to present challenges. The objective of this study was to assess and discuss the concepts involving dental adhesive systems and the techniques of adhesive cementation. The study included four evaluations to determine: 1- the bond strength (BS) of some self-etching adhesive systems after one week and one year of storage in water; 2- The BS of the resin cements to composites used in dental restoration; 3 and 4- The BS of adhesive cementation techniques. Bovine teeth and micro-shear bond strength tests were used for experiments 1, 2 and 3. For experiment 4, human teeth and micro-tensile tests were used. The results indicated that: 1- among the adhesives tested, the self-etching adhesive One-Up Bond F did not show reduction in BS after one year; 2- the BS was higher when the hydrophobic bond was applied between the filling composite and the resin cement; 3 and 4- the use of an intermediary layer of low viscosity resins, and photoactivation of the resin cements, resulted in higher BS values between the resin cement and the dentin. The results suggest that bonding to dentin is still unstable for the majority of adhesive systems; in the union of the resin cement to the filling composite, hydrophobic adhesives are the best options; and the techniques of adhesive cementation present better performance with the application of an intermediate layer of low viscosity resin and photoactivation of resin cement.

## 1 INTRODUÇÃO

A Odontologia Adesiva tem percorrido um longo caminho desde o desenvolvimento dos monômeros resinosos pelo Dr. Oskar Hagger (1948), os quais foram inicialmente utilizados por McLean e Kramer (McLean & Kramer, 1952). Além disso, a técnica do condicionamento ácido do esmalte proposta pelo Dr. Michael Buonocore (Buonocore, 1955) tem sido utilizada até os dias de hoje nos procedimentos restauradores adesivos.

Os sistemas adesivos têm melhorado substancialmente a qualidade dos procedimentos restauradores em diversas áreas, especialmente na Dentística, Endodontia, Odontopediatria e Prótese Dentária. Atualmente, estão disponíveis para comercialização diferentes tipos de adesivos, entre aqueles que usam a técnica de condicionar o esmalte e a dentina, com um passo separado de condicionamento com ácido fosfórico, e os autocondicionantes. Versões simplificadas desses produtos têm proporcionado procedimentos adesivos mais simples, mais rápidos e de menor complexidade para os profissionais. Eles representam conquistas notáveis de muitos pesquisadores, clínicos e fabricantes de materiais odontológicos. No entanto, um tema constantemente aparece nos diversos estudos sobre os sistemas adesivos: qual a durabilidade dessa união? Pode essa união dentina-resina permanecer intacta e estável no ambiente da cavidade bucal (Tay & Pashley, 2004)?

Recentes pesquisas têm mostrado que a união dentina-resina não é tão durável quanto parece ser, particularmente quando a união é estabelecida na ausência de esmalte circundante (De Munck *et al.*, 2003a). A camada híbrida, por exemplo, é suscetível à degradação hidrolítica (Reis *et al.*, 2004), com o comprometimento das fibras colágenas com o passar do tempo (Hashimoto *et al.*, 2003).

A tentativa de infiltrar monômeros resinosos na dentina desmineralizada pelo ácido fosfórico (30-40%) tem sido mostrada como parcialmente efetiva (Carvalho *et al.*, 2005). A completa substituição da água usada na remoção do

ácido fosfórico é inalcançável dentro do tempo clínico permitido para estes procedimentos de união, e sempre resulta em camadas híbridas com espaços não preenchidos pelos monômeros (Sano *et al.*, 1995).

Teoricamente, as discrepâncias entre a profundidade da desmineralização e a profundidade da infiltração dos monômeros resinosos poderiam ser evitadas com o uso dos sistemas adesivos autocondicionantes. Eles removem minerais da superfície da dentina enquanto simultaneamente os substituem com monômeros resinosos (Tay *et al.*, 2002a).

A questão mercadológica da simplificação dos passos clínicos, apoiada pela maior dificuldade técnica dos procedimentos que utilizam o condicionamento ácido prévio, induziu os fabricantes a produzirem os sistemas adesivos autocondicionantes, os quais têm uma complexa mistura de monômeros mais ácidos, solventes e água que resulta em uma solução altamente hidrófila (Tay & Pashley, 2003a). Dependendo das suas características, estes produtos podem ser classificados em suaves, moderados e fortes, sendo estes últimos capazes de desmineralizar os tecidos dentais e de produzir camadas híbridas tão espessas quanto aquelas produzidas pelos sistemas adesivos convencionais, ou seja, os que utilizam a técnica do condicionamento com ácido fosfórico em passo separado (Tay & Pashley, 2001).

Outros materiais que têm melhorado a qualidade dos procedimentos adesivos são as resinas de baixa viscosidade, introduzidas no mercado em 1996 (Bayne *et al.*, 1998). Apesar de esses materiais apresentarem propriedades mecânicas inferiores aos compósitos restauradores convencionais, tem sido observado aumento na resistência de união e redução na microinfiltração de peças protéticas cimentadas em dentina (Jayasooriya *et al.*, 2003a,b). Nesses procedimentos, quando uma resina de baixa viscosidade é aplicada na superfície da dentina tratada anteriormente com um sistema adesivo, ela acaba atuando como camada intermediária na cimentação de restauração indireta. Esta camada intermediária tem a função de proteger os tecidos dentais hibridizados, e minimizar a contração de polimerização do cimento resinoso. Essa técnica, denominada de

*resin coating*, tem sido sugerida para proteger a dentina sadia imediatamente após o preparo cavitário, reduzindo a sensibilidade pós-operatória e melhorando a adaptação marginal das peças protéticas (Kitasako *et al.*, 2002; Jayasooriya *et al.*, 2003a,b; Giannini *et al.*, 2004; Duarte *et al.*, 2006).

A busca por restaurações biocompatíveis e o aumento da demanda por tratamentos mais estéticos resultaram no desenvolvimento de numerosos sistemas cerâmicos e resinosos nos últimos anos. E os cimentos resinosos também são incluídos como materiais amplamente utilizados na fixação de *inlays*, *onlays*, coroas, pinos e laminados cerâmicos ou resinosos. Esses produtos são aplicados posteriormente ao uso de ambas as categorias de sistemas adesivos. Entretanto, problemas de incompatibilidade química entre os adesivos com baixo pH e cimentos resinosos ou compósitos restauradores têm sido relatados e comprometem a longevidade das restaurações (Sanares *et al.*, 2001; Tay *et al.*, 2001a; Giannini *et al.*, 2004).

Recentemente, no entanto, uma nova geração de cimentos resinosos (RelyX Unicem – 3M ESPE / Maxcem – Kerr) tem sido comercializada e combina o uso do adesivo e do cimento em somente uma aplicação, eliminando a necessidade do pré-tratamento do dente e da peça protética (De Munck *et al.*, 2004; Soares *et al.*, 2005).

O modelo atual de Odontologia Restauradora minimamente invasiva espera, da rápida evolução dos materiais e técnicas adesivas, um substancial incremento na longevidade dos procedimentos realizados, que se relacionam diretamente à saúde bucal, à melhor qualidade de vida das pessoas e à maior expectativa de vida da população.

Esta tese de Doutorado compreende quatro estudos que foram desenvolvidos dentro de uma Linha de Pesquisa que avalia Sistemas Adesivos Odontológicos, Resinas Compostas (compósitos restauradores e cimentos resinosos), Interação dos Materiais e os Substratos Dentais, e os Ensaio de Resistência de União.

Os títulos dos estudos são apresentados a seguir:

Estudo 1<sup>a</sup> – Avaliação da resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes e um convencional de frasco único à dentina, após uma semana e um ano de armazenamento em água destilada;

Estudo 2<sup>b</sup> – Avaliação da resistência de união de cimentos resinosos aplicados em compósitos restauradores com adesivo hidrófilo e hidrófobo;

Estudo 3<sup>c</sup> – Avaliação da resistência de união em dentina de cimentos resinosos fotoativados ou não quando aplicados sobre resinas de baixa viscosidade ou sobre a camada de adesivo que hibridiza a dentina;

Estudo 4<sup>d</sup> – Avaliação da resistência de união em dentina utilizando diferentes técnicas de cimentação adesiva que empregam cimentos resinosos e sistemas adesivos simplificados associados às resinas de baixa viscosidade.

---

<sup>a</sup> Painel apresentado no 2º. Congresso Internacional de Odontologia Adesiva (2nd IAD), de 22 a 24/04/2005, em Tóquio, Japão; e na 22ª. Reunião Anual da SBPqO, 2005. Enviado para publicação na Revista Quintessence International.

<sup>b</sup> Painel apresentado no 40º. Encontro do GBMD, 2004.

<sup>c</sup> Painel apresentado na 21ª. Reunião Anual da SBPqO, com Menção Honrosa (Pa 214/Grupo A5), 2004.

<sup>d</sup> Apoiado pelo *Center of Excellence Program, Frontier Research on Molecular Destruction and Reconstruction of Tooth and Bone*, da TOKYO MEDICAL AND DENTAL UNIVERSITY (Tóquio, Japão), e realizado no período de 18/04 a 21/05/2005, com a supervisão dos Profs. Drs. Toru Nikaido e Junji Tagami. Painel apresentado no 41º. Encontro do GBMD, 2005.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 Sistemas adesivos contemporâneos

A Odontologia Adesiva tem evoluído rapidamente, principalmente por dois fatores. O primeiro fator a ser considerado é que as técnicas combinadas com materiais restauradores com coloração dental são freqüentemente requeridas pelos pacientes. Em segundo lugar, porque a Odontologia praticada atualmente é minimamente invasiva, ou seja, o preparo cavitário compreende basicamente a remoção do tecido cariado ou restauração deficiente (Tyas *et al.*, 2000).

O mecanismo básico de união ao esmalte e dentina envolve essencialmente o processo de remoção e reposição de minerais dos tecidos dentais duros por monômeros resinosos, que, após a sua aplicação, promovem uma união micromecânica nas microporosidades criadas. Esse mecanismo de ação foi inicialmente preconizado por Nakabayashi *et al.* (1982) e é comumente descrito como hibridização, ou a formação da camada híbrida. Baseados na estratégia de união, dois mecanismos de ação para os sistemas adesivos estão atualmente em uso na Odontologia (Nakabayashi & Pashley, 1998; Van Meerbeek *et al.*, 2003): aqueles utilizados na técnica do condicionamento com ácido fosfórico em passo separado (convencionais) ou os autocondicionantes; e as técnicas de aplicação conduzidas em três passos, dois passos, ou somente um passo clínico.

Para os sistemas adesivos usados na técnica do condicionamento com ácido fosfórico em passo separado, a estratégia da união envolve a aplicação em três ou dois passos, sendo inicialmente aplicado um condicionador ácido, seguido de um *primer* ou agente hidrófilo promotor de união e de um agente de união hidrófobo (resina adesiva ou resina fluida). A versão de dois passos dos sistemas adesivos combina o segundo (*primer*) e terceiro (*bond*) passos, permanecendo, no entanto, a fase de condicionamento ácido e enxágüe com água do elemento dental (Vargas *et al.*, 1997). Uma dissolução dos cristais de hidroxiapatita promovida pelo condicionador (comumente um gel de ácido fosfórico entre 30-40%) é seguida da aplicação e polimerização do produto, que é absorvido por

atração capilar para dentro dos espaços criados pelo ácido; resultando em um entrelaçamento com os cristais de hidroxiapatita. Em dentina, o tratamento com ácido fosfórico expõe uma malha de colágeno desprovida de hidroxiapatita, desmineralizando numa profundidade de 5 a 10µm (Perdigão *et al.*, 1996). Como resultado, o mecanismo de união primário dos adesivos que utilizam a técnica do condicionamento com ácido fosfórico em passo separado é baseado na difusão do produto e dependente da infiltração da resina nas fibrilas colágenas expostas, que deveria ser o mais completa possível. Para essa estratégia de união, uma verdadeira adesão ou interação química é desconhecida, porque os grupos funcionais de monômeros podem ter somente afinidade com o colágeno sem a presença da hidroxiapatita (De Munck *et al.*, 2005a). Outros autores, no entanto, afirmam que a presença do co-polímero do ácido polialcenoico na composição de um sistema adesivo (como o Single Bond - 3M ESPE) promoveria uma interação química do cálcio-ácido polialcenoico, devido à ação química deste componente no topo da camada híbrida (Hashimoto *et al.*, 2002a).

A parte mais crítica da estratégia dessa técnica é o passo que está entre o condicionamento ácido e a aplicação do *primer* ou do sistema adesivo. Quando um adesivo à base de acetona é utilizado, uma correta conservação do substrato umedecido é fundamental (Tay *et al.*, 1996). Por outro lado, um suave jato de ar após o condicionamento da dentina (e esmalte) ainda garante uma efetiva união quando um sistema adesivo à base de água/etanol é utilizado (Van Meerbeek *et al.*, 1998).

Provavelmente, no que se refere à facilidade do uso e menor sensibilidade da técnica, os mais promissores produtos parecem ser os sistemas adesivos autocondicionantes. O mecanismo de ação desses produtos tem sido intensamente investigado e descrito por diversos autores (Tay *et al.*, 2000, 2002b; Swift Jr, 2002; Reis *et al.*, 2003a). Eles são utilizados no substrato seco e não requerem a fase do condicionamento com ácido fosfórico, o que diminui o tempo de aplicação, e também reduz significativamente o risco de incorporação de erros durante a aplicação e manipulação. Outra importante vantagem é que a infiltração

dos produtos ocorre simultaneamente com a fase do condicionamento (Tay *et al.*, 2002a; Van Meerbeek *et al.*, 2003). No entanto, pouco se sabe em longo prazo sobre os efeitos dos cristais de hidroxapatita dissolvidos e incorporados, assim como dos restos de *smear layer* que permanecem na camada híbrida. A água é necessária na composição dos adesivos autocondicionantes para prover um meio para ionização e ação dos monômeros ácidos resinosos. No entanto, essa mesma água incorporada no produto pode enfraquecer a união, provendo canais para a nanoinfiltração (Sano *et al.*, 1995), ou pode afetar a polimerização dos monômeros infiltrados (De Munck *et al.*, 2005b). A estrutura interfacial resultante pode também tornar-se mais hidrófila e mais suscetível à degradação hidrolítica (Tay *et al.*, 2002b).

Quando um *primer* autocondicionante é aplicado a uma superfície de dentina coberta com lama dentinária, ele condiciona através da lama para dentro da dentina mineralizada subjacente. Esse mecanismo de ação tem sido descrito desde 1994, quando da utilização do *phenyl-P*, o primeiro monômero ácido responsável em preparar esmalte e dentina para união dos materiais restauradores resinosos aos substratos dentais (Chigira *et al.*, 1994; Watanabe *et al.*, 1994). No entanto, a diferença na acidez dos *primers* pode refletir no efeito da desmineralização, e isso está relacionado com a habilidade de remover a lama e o tampão de lama que oblitera a entrada dos túbulos dentinários (Okuda *et al.*, 2002). Para os sistemas adesivos autocondicionantes, no entanto, que têm uma formulação complexa entre componentes hidrófilos, hidrófobos, água e solventes (Eick *et al.*, 2005), a ausência da remoção ou volatilização destes últimos pode resultar em uma menor efetividade da união (Van Landuyt *et al.*, 2005).

Os sistemas adesivos autocondicionantes envolvem dois passos clínicos ou somente um procedimento de aplicação. O mecanismo de ação dos monômeros ácidos é promovido pelos grupos ácidos carboxílico ou fosfato. Dependendo da agressividade do condicionamento (ou constante de dissociação ácida – valor de pKa), eles podem ser subdivididos em fortes, suaves e moderados (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Tay *et al.*, 2004; De Munck *et al.*, 2005a).

Os produtos considerados fortes usualmente têm pH 1 ou abaixo de 1, como por exemplo, o Adper Prompt L-Pop (3M ESPE), o Xeno III (DENTSPLY), e o Tyrian SPE (BISCO). Esta alta acidez resulta em uma desmineralização mais profunda, e conseqüentemente uma camada híbrida em torno de 2,5 a 5,0 $\mu$ m é criada (Tay & Pashley, 2001). Em esmalte, o padrão do condicionamento lembra o tratamento com ácido fosfórico seguido de enxágüe com água e secagem. Em dentina, o colágeno é exposto e a hidroxapatita é dissolvida. Conseqüentemente, o mecanismo de união dos sistemas adesivos fortes é baseado na difusão do produto, como nos produtos que usam a técnica do condicionamento prévio (De Munck *et al.*, 2003b).

Alguns autores especulam que os adesivos autocondicionantes com maior pH são menos efetivos na solubilização de uma *smear layer* mais espessa e na desmineralização da superfície dentinária, em comparação aos adesivos de menor pH (Reis *et al.*, 2005). Outros autores têm relatado reduzidos valores de resistência de união para alguns adesivos autocondicionantes quando aplicados em lamas dentinárias mais espessas (Koibuchi *et al.*, 2001). Por outro lado, Tay *et al.* (2000) afirmaram que a resistência de união de um adesivo suave não foi afetada por várias espessuras de lama dentinária, como aquelas criadas por lixas nº 60, nº 180, nº 600 ou até na ausência de lama dentinária.

Geralmente os sistemas adesivos autocondicionantes chamados de suaves têm pH em torno de 2. Exemplos desses produtos são o iBond (Heraeus Kulzer), o One-Up Bond F (TOKUYAMA), o Clearfil SE Bond (KURARAY), e o UniFil Bond (GC); e camadas híbridas em torno de 0,5 $\mu$ m são criadas (Tay & Pashley, 2001). Essa desmineralização superficial ocorre parcialmente, conservando hidroxapatita ainda fixada ao colágeno. De qualquer modo, suficiente porosidade na superfície é criada para obter uma união micromecânica para a hibridização. A espessura da camada híbrida é, todavia, muito menor que aquela produzida pelos sistemas adesivos convencionais que utilizam o condicionamento ácido; mas essa característica tem sido considerada também de menor importância no que se refere à efetividade da união (De Munck *et al.*, 2003b). A

preservação da hidroxiapatita na camada híbrida submicrométrica pode servir como receptor para interação química adicional, visto que monômeros à base de ácido carboxílico (4-META) e fosfato (Phenil-P/10-MDP) têm um potencial de adesão ao cálcio da hidroxiapatita residual (Eliades *et al.*, 1985; Burke & McCaughey, 1995; Eick *et al.*, 1997; Yoshida *et al.*, 2004). O efeito do autocondicionamento do produto é importante para interagir com a lama dentinária resultante do preparo cavitário e promover um entrelaçamento micromecânico nas microporosidades do esmalte, e também através da hibridização da dentina. Essas retenções micromecânicas são necessárias para resistir às forças que tentam romper a união, como aquelas nas quais a união do dente-compósito estão tipicamente sujeitas, como esforços mastigatórios e os ensaios de resistência de união. A hidroxiapatita exposta na superfície do esmalte e os cristais de hidroxiapatita que permanecem no colágeno são particularmente vantajosos. Eles permitem uma maior interação química com os monômeros funcionais em nível molecular e podem prevenir ou retardar a infiltração marginal. A conservação da hidroxiapatita no colágeno pode também proteger o colágeno contra a hidrólise e a degradação prematura da união (Hashimoto *et al.*, 2002b).

A mais frágil propriedade dos sistemas adesivos autocondicionantes suaves é a união ao esmalte dental. Por essa razão, monômeros com adesão química mais forte com a hidroxiapatita têm sido desenvolvidos. Alguns novos adesivos não são classificados como suaves ou fortes, pois o pH desses *primers* autocondicionantes é em torno de 1,5 e, baseados na interação com a dentina, estes produtos têm sido chamados de moderados, como o Optibond SOLO Plus SE (KERR) e o AdheSE (Ivoclar Vivadent). Uma característica desses produtos é que a camada híbrida em dentina apresenta-se completamente desmineralizada no topo e parcialmente desmineralizada na base, com espessura variando de 1,2 a 2,2µm (Tay & Pashley, 2001). A transição entre a malha de fibras colágenas expostas e não afetadas é quase abrupta, apesar de que a região mais profunda dessa camada híbrida (1µm) ainda contém hidroxiapatita, que permite uma transição gradual entre as duas camadas de dentina. Esses adesivos são mais

ácidos que aqueles suaves, e por essa razão, melhor união micromecânica é obtida tanto em esmalte como dentina. A hidroxiapatita residual da base da camada híbrida pode ainda permitir interação química intermolecular, como acontece também com os adesivos suaves (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Comumente, monômeros ácidos nos *primers* e adesivos autocondicionantes são ésteres originados da reação de um álcool bivalente com ácido metacrílico e derivados dos ácidos carboxílico e fosfórico. Cada adesivo contém seu específico monômero funcional que determina seu desempenho adesivo (Yoshida *et al.*, 2004). Esses autores compararam a eficácia da interação química de três monômeros funcionais e observaram que o potencial de união do 10-MDP à hidroxiapatita é significativamente maior do que o 4-META; e que o potencial de união do Phenyl-P é o menor de todos.

Com relação à união com a dentina, é aceito que os sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos clínicos estão aptos a competir com os adesivos convencionais que utilizam o condicionamento com o ácido fosfórico, não somente em relação à efetividade da união (Van Meerbeek *et al.*, 2003), mas também em termos de durabilidade (Sano *et al.*, 1999). Levando em consideração a menor sensibilidade da técnica, os mais rápidos procedimentos de aplicação e o menor risco de nanoinfiltração (Sano *et al.*, 1995), os adesivos autocondicionantes de dois passos clínicos podem tornar-se uma alternativa padrão para união às estruturas dentais no futuro (De Munck *et al.*, 2005b).

## **2.2 Degradação da união**

Os estudos em longo prazo são considerados o método ideal para validar o desempenho de materiais adesivos e restauradores. No entanto, eles são difíceis de serem realizados, demandam muito tempo e custo, sendo dependentes de aprovação de Comitês de Ética. Quando da publicação, muitas vezes os produtos avaliados não estão mais no mercado, assim como novas versões dos materiais já se encontram disponíveis (Loguercio *et al.*, 2005). Estudos com dentes decíduos ou dentes de macaco têm sido propostos como alternativa para

estudos em dentições permanentes, e tem sido relatado degradação da união resina-dentina em um período de 1 a 3 anos (Sano *et al.*, 1999; Hashimoto *et al.*, 2000).

A maioria dos sistemas adesivos contemporâneos tem um bom desempenho nos ensaios *in vitro* de resistência de união, ao menos quando testados logo após a sua aplicação e em condições controladas (De Munck *et al.*, 2003a). No entanto, a cavidade bucal com as trocas de temperatura, forças de mastigação e ataques químicos por ácidos e enzimas, é considerada um desafio para a união dente-compósito em longo prazo. Clinicamente, a deterioração marginal das restaurações em compósito é problemática e considerada a maior razão para a reduzida durabilidade das restaurações adesivas (Van Meerbeek *et al.*, 1998). Um fator conhecido da degradação da união dente-compósito é a exposição à água (Li *et al.*, 2001; Okuda *et al.*, 2002). A imersão em água de sistemas adesivos polimerizados e armazenados em longo prazo promoveu significativa redução em suas propriedades mecânicas, comprometendo a união resina-dentina (Carrilho *et al.*, 2004).

Diferentes formas de infiltração marginal, nanoinfiltração, ou o ingresso de fluídos bucais através de canais nanométricos ao longo das fibrilas colágenas da camada híbrida, são associadas à degradação da união (Hashimoto *et al.*, 2002b; Carvalho *et al.*, 2004b). O uso de monômeros hidrófilos tem melhorado a infiltração desses monômeros nas fibrilas colágenas, mas também aumentado a sorção de água e acelerado a degradação da interface resina-dentina com o passar do tempo (Pashley *et al.*, 1998; Tanaka *et al.*, 1999; Pashley *et al.*, 2002; Ferrari & Tay, 2003; Carrilho *et al.*, 2004; Mortier *et al.*, 2004; Loguercio *et al.*, 2005).

A permeabilidade das resinas polimerizadas pode estar relacionada com as suas polaridades, e a incorporação de grupos funcionais iônicos e mais hidrófilos na malha polimérica permitiria uma maior absorção de água por tais polímeros (Chersoni *et al.*, 2004; Yiu *et al.*, 2004). Esses autores também acharam uma relação positiva entre a absorção de água e a hidrofiliabilidade dos co-

polímeros, sugerindo que as moléculas de água difundiram-se através das matrizes poliméricas pela ligação sucessiva aos sítios polares através da união com o hidrogênio.

A eficácia dos sistemas adesivos está baseada na difusão através da rede de colágeno exposta pelo condicionamento, de maneira que seja envolvida e a dentina parcialmente desmineralizada subjacente seja alcançada. Se esse processo não ocorrer, haverá a formação de uma camada de colágeno exposto na base da camada híbrida, não protegido pela hidroxiapatita ou recoberto pelos monômeros. Essa camada de colágeno exposto pode levar à diminuição da resistência de união e ao aumento na microinfiltração em longo prazo (Sano *et al.*, 1994a). Este padrão de infiltração ocorreu em interfaces adesivo-camada híbrida sem formação de fendas, pela exposição das restaurações a uma solução de nitrato de prata, e foi chamado de nanoinfiltração para diferenciá-la da microinfiltração (Sano *et al.*, 1995). Nesse estudo, os autores confirmaram a presença de espaços submicrométricos (20-100nm) na base da camada híbrida que poderiam permitir a penetração de água. Uma vez que a difusão e polimerização dos adesivos através da dentina desmineralizada são de crucial importância para criar uma forte união, essa difusão seria dificultada pela presença de água em volta das fibrilas colágenas, pela profundidade da zona desmineralizada, e pela desuniforme distribuição dos monômeros.

O termo nanoinfiltração foi originalmente adotado para identificar áreas dentro da camada híbrida que não eram completamente infiltradas por monômeros resinosos. Este conceito foi mais recentemente estendido para incluir outros espaços preenchidos por água que ocorrem dentro das camadas adesivas (Tay *et al.*, 2002b, 2003a; Tay & Pashley, 2003b).

Outro termo que não pode ser confundido com nanoinfiltração é o hiato submicrométrico, um espaço entre a dentina mineralizada e a camada híbrida. Tem sido considerado como um espaço subsuperficial para facilitada passagem de corantes dentro de microporosidades regiões da camada híbrida, ou como uma

parte de nanoinfiltração; sendo criado pela dessecação durante o processamento das amostras (Agee *et al.*, 2003).

A forma mais comum de envelhecimento dos corpos-de-prova é o armazenamento em água 37°C por um período específico. Este período variou desde 3 meses (Shono *et al.*, 1999), 6 meses (Giannini *et al.*, 2003), 1 ano (Hashimoto *et al.*, 2002b), 4 anos (De Munck *et al.*, 2003a), até 7 anos (Burrow *et al.*, 2005). E significantes decréscimos na resistência de união ocorreram, mesmo após períodos relativamente curtos de armazenamento. Podem ser causados pela degradação dos componentes da interface por hidrólise, principalmente da resina e/ou do colágeno (Maciel *et al.*, 1996). A água pode também infiltrar e reduzir as propriedades mecânicas da matriz polimérica (Burrow *et al.*, 1999; Carrilho *et al.*, 2004), por expandir e reduzir as forças friccionais entre as correntes poliméricas (Santerre *et al.*, 2001). Além disso, alguns componentes da interface, como monômeros não polimerizados e outros componentes dos adesivos, podem enfraquecer a união (Rueggeberg & Margeson, 1990; Ferrari & Tay, 2003). A água intrínseca aos espaços interfibrilares promove a impregnação dos monômeros resinosos e o resultado é a obtenção de alta resistência de união. No entanto, a mistura de água residual e resina pode induzir ao decréscimo no grau de polimerização do sistema adesivo na camada híbrida (Tay *et al.*, 2002c). Esses monômeros não reagidos podem ser extraídos e se soltar da camada híbrida (Hashimoto *et al.*, 2002b; Carvalho *et al.*, 2005).

Para simular uma situação clínica, soluções de saliva artificial podem ser utilizadas, mas decréscimos na resistência de união obtidos foram similares àqueles que utilizaram água para o processo de envelhecimento dos corpos-de-prova e avaliação da degradação (Kitasako *et al.*, 2000).

A maioria dos processos de degradação são dependentes do grau de difusão. Conseqüentemente, o comprimento do caminho de difusão da água é tão importante quanto a difusão propriamente dita. Por exemplo, quando palitos para ensaio de microtração foram armazenados, um significativo decréscimo na resistência de união foi detectado em 30 e 150 dias (Armstrong *et al.*, 2001). Então,

o armazenamento de pequenos corpos-de-prova para ensaios de resistência de união pode ser considerado, por si só, como uma forma de aceleração do envelhecimento (De Munck *et al.*, 2005a).

A união esmalte-resina, quando produzida por sistemas adesivos convencionais (técnica do condicionamento ácido prévio), é mais estável em longo prazo. Pode selar os caminhos para difusão da água melhor do que a união entre dentina-resina, podendo assim retardar a degradação da união (Hashimoto *et al.*, 2002b; De Munck *et al.*, 2003a).

Outro fenômeno que tem sido relatado recentemente aborda o fato de a camada híbrida dentinária degradar sob restaurações com margens cavo-superficiais estabelecidas completamente em esmalte, na ausência de influência salivar e enzimas bacterianas. Refere-se às enzimas colagenolíticas endógenas chamadas de matrizes metaloproteinases (MMPs) da dentina mineralizada, que podem ser liberadas e ativadas durante os procedimentos de união. Elas residem nas fibrilas colágenas que são usadas na retenção adesivo-compósito e suas lentas atividades enzimáticas degradativas estão fora do controle dos profissionais (Pashley *et al.*, 2004).

As MMPs são uma família de enzimas capazes de degradar a matriz orgânica dentinária após desmineralização. São relacionadas estruturalmente mas geneticamente distintas e degradam a matriz extracelular e componentes da membrana basal. Este grupo de 23 enzimas é classificado em colagenases, gelatinases e estromelisinases, entre outras; sendo baseadas principalmente na especificidade do substrato e na estrutura molecular. As atividades gelatinolíticas (MMP-2 e MMP-9) e colagenolíticas (MMP-8 e MMP-20) estão presentes em formas latentes na matriz dentinária; e gelatinases também estão presentes na saliva. Aquelas que estão presentes na matriz dentinária podem ser liberadas durante a desmineralização sob condições ambientais ou patológicas, e ativadas pelo baixo pH para participar no processo de degradação seqüencial (Tjäderhane *et al.*, 1998).

Clinicamente seria vantajoso prevenir a degradação das fibrilas colágenas incompletamente infiltradas de adesivos pelas MMPs nas camadas híbridas. Para isso, a clorexidina possui propriedade inibitória das MMPs, mesmo em baixas concentrações. Completa inibição das atividades da gelatinase MMP-2 e MMP-9 ocorreram com concentrações a 0,03% de clorexidina, independentemente das propriedades antimicrobianas amplamente conhecidas desse produto (Pashley *et al.*, 2004).

Nakajima *et al.* (2003) citam que os fluoretos liberados por sistemas adesivos que contém esse mineral na camada híbrida poderiam inibir algumas enzimas (esterases) do ataque aos componentes da camada híbrida, ou os fluoretos poderiam prevenir as enzimas de serem liberadas da matriz mineralizada devido à sua ação de remineralização. Esses autores ainda concluíram que a durabilidade da união criada pelo adesivo experimental que promovia a liberação de fluoreto foi melhorada para um período de seis meses, comparado com o grupo controle que não continha fluoreto. Quando os grupos eram cobertos por verniz, a resistência de união de ambos os produtos mostrou pequena diferença nos seis meses de imersão em água, indicando que a penetração de água é efetivamente um componente crítico no processo de degradação de união dos sistemas adesivos.

### **2.3 Cimentação adesiva e incompatibilidade química entre sistemas adesivos e compósitos restauradores/cimentos resinosos**

Atualmente as restaurações diretas são preferidas ao invés das restaurações indiretas porque requerem uma mínima intervenção e um preparo cavitário conservador de estrutura dental. No entanto, as restaurações indiretas são usualmente recomendadas quando os dentes requerem restaurações extensas; e como essas restaurações necessitam de cimentos para fixação, o resultado final depende de uma correta seleção do cimento. E os cimentos resinosos são os preferidos por oferecerem muitas vantagens, como a capacidade de união micromecânica à estrutura dental, baixa solubilidade, e maior resistência

ao desgaste em relação aos cimentos convencionais (Diaz-Arnold *et al.*, 1999). Além disso, é clinicamente relevante a aplicação de técnicas e materiais corretos, no sentido de melhorar a união entre cimentos resinosos e substratos dentais, uma vez que essa união é parâmetro para o aumento da resistência à fratura de restaurações indiretas (Carvalho *et al.*, 2004a).

Os compósitos e cimentos fotoativados têm sido largamente utilizados em comparação àqueles quimicamente ativados. Eles oferecem várias vantagens, como estabilidade de armazenamento, tempo de trabalho estendido, maior grau de conversão, reduzidas porosidades que incorporam ar pela manipulação, e melhores propriedades físicas. No entanto, os compósitos e cimentos quimicamente ativados ainda têm algumas aplicações na Odontologia Restauradora contemporânea, especialmente para restaurações em dentes posteriores. Eles ainda podem ser utilizados, por exemplo, em áreas que não podem ser facilmente alcançadas pela luz (Van Dijken *et al.*, 1998).

A polimerização química de resinas com radical vinílico por mecanismo de liberação de radicais livres em temperatura ambiente é tradicionalmente realizada usando um sistema binário do tipo redox, que emprega um peróxido e uma amina terciária aromática (Asmussen, 1980). Por outro lado, a fotopolimerização ocorre pela geração de radicais livres da ativação de um fotoiniciador, geralmente uma diquetona, em seu estado *triplet* de excitação. Isto é seguido pela redução de um fotoiniciador ativado por uma amina aceleradora para formar um complexo de excitação intermediário (exciplex), que libera os radicais livres por dissociação (Ruyter, 1985; Teixeira *et al.*, 2005).

Técnicas restauradoras que envolvem o uso de ambos compósitos de presa química ou fotoativados não têm relatado nenhuma incompatibilidade entre estes dois modos de polimerização (Boyer *et al.*, 1984; Pounder *et al.*, 1987; Crumpler *et al.*, 1989). No entanto, existem evidências que sugerem que a resistência de união dos cimentos resinosos à dentina são influenciados pelos modos de polimerização e sistemas adesivos empregados (Swift *et al.*, 1998; Lucena-Martin *et al.*, 2001).

Exceto para os cimentos resinosos autocondicionantes RelyX Unicem (3M ESPE) e Maxcem (Kerr), que não requerem pré-tratamento das estruturas do dente, tradicionalmente todos os cimentos requerem o uso conjugado aos sistemas adesivos, que podem ser os convencionais ou autocondicionantes. A sensibilidade da técnica e a dificuldade da obtenção de um selamento hermético associado aos adesivos convencionais provavelmente levaram a uma maior incidência de sensibilidade pós-operatória relacionada à cimentação de restaurações indiretas (Christensen, 2000).

Atualmente é aceito que os cimentos resinosos ativados quimicamente ou de dupla ativação que empregam aminas básicas como parte de um sistema catalisador redox são incompatíveis com a aumentada concentração de monômeros resinosos mais ácidos utilizados nos adesivos de passos simplificados. A interação entre monômeros mais ácidos e as aminas terciárias básicas dos compósitos resulta no consumo das aminas nas reações ácido-base, privando-as de sua capacidade de gerar radicais livres nas subseqüentes reações redox (Tay *et al.*, 2003b). Para solucionar esse problema, os *primers* autocondicionantes que são recomendados para uso com os cimentos resinosos contêm sistemas iniciadores redox ternários como os sais de sulfinato, ácido ascórbico ou sais de ácido barbitúrico, sendo mais comumente utilizado o co-iniciador ácido aril sulfínico do sal de sódio. Este reage com os monômeros ácidos para produzir radicais livres fenil ou benzeno-sulfonil, que inicia a polimerização dos compósitos quimicamente polimerizados. Dessa forma, também uma ótima polimerização dos cimentos resinosos ocorre quando eles são usados nos modos quimicamente polimerizável ou de dupla ativação (Suh *et al.*, 2003).

Evidências obtidas por microscopia eletrônica de varredura de incompatibilidade podem ser observadas em análise fractográfica de corpos-de-prova que foram submetidos à fratura em ensaios de microtração. As falhas foram adesivas para as amostras que foram restauradas com os compósitos quimicamente ativados. Elas ocorreram predominantemente ao longo da interface adesivo-compósito, e parcialmente ao longo da interface adesivo-dentina. A

interface fraturada adesivo-compósito foi caracterizada por espaços vazios acima de 30µm, e estes se tornaram maiores ao longo da junção entre o adesivo e o compósito fraturado. Para as amostras que foram restauradas com compósitos fotoativados, não houve a evidência da presença de falhas ou microporos entre o compósito e a camada adesiva. Falhas coesivas foram observadas e parte da camada híbrida foi puxada e estava retida no adesivo, e extensões de resina polimerizada estavam aderidas à base da camada híbrida (Sanares *et al.*, 2001).

Similarmente aos adesivos autocondicionantes que são comercializados para procedimentos restauradores diretos, os *primers* autocondicionantes, que são fabricados exclusivamente para uso com os cimentos resinosos, podem ser classificados em sistemas de um ou dois passos. Panavia F (KURARAY) é um exemplo de um sistema de um passo no qual o cimento resinoso é aplicado ao esmalte e à dentina previamente preparados pelo *primer*, sem uma camada adicional de *resin coating* (El Zohairy *et al.*, 2005). O Bistite II DC (TOKUYAMA) é um exemplo de um sistema de dois passos, no qual uma camada adicional de resina é aplicada sobre os substratos dentais previamente preparados pelo *primer*, antes da aplicação do cimento de dupla ativação (Carvalho *et al.*, 2004a).

Os sistemas adesivos autocondicionantes de um passo, em função de suas maiores concentrações de monômeros resinosos iônicos e hidrófilos, e pela falta de uma subsequente aplicação de uma cobertura de resina hidrófoba, comportam-se como membranas permeáveis após a polimerização (Tay *et al.*, 2002c). Isso permite difusão de água da dentina através do adesivo polimerizado, permanecendo ao longo da interface adesivo-compósito. O aumento da permeabilidade adesiva então determina uma segunda causa para a incompatibilidade adesivo-compósito (Suh *et al.*, 2003). Essa situação é usualmente mascarada pelas interações adversas decorrentes da reação ácido-base. Somente quando essas interações são eliminadas pelo uso de co-iniciadores químicos é que os aspectos físicos do transporte osmótico de água são revelados (Tay *et al.*, 2003). Os dados mencionados podem ser a razão para a baixa resistência de união observada para o Panavia F quando utilizado em

dentina hidratada (Mak *et al.*, 2002). Para solucionar esse problema, a técnica do *resin coating* tem sido preconizada (Kitasako *et al.*, 2002; Jayasooriya *et al.*, 2003a,b; Giannini *et al.*, 2004; Duarte *et al.*, 2006).

#### **2.4 Técnica de cobertura com resina de baixa viscosidade (Resin Coating Technique)**

No início da década de 90, a técnica de cobertura com resina de baixa viscosidade foi desenvolvida e preconizou a formação da camada híbrida e da aplicação de uma fina camada de resina microparticulada de baixa viscosidade sobre a superfície da dentina hibridizada (Nikaido *et al.*, 1992; Otsuki *et al.*, 1993). Esta técnica, realizada em seguida ao preparo cavitário e antes da realização dos procedimentos de moldagem, selaria a superfície dentinária para proteger o complexo dentina-polpa de traumas mecânicos, estímulos térmicos e contaminação bacteriana durante a moldagem, restauração provisória e cimentação final. Além disso, a mesma técnica também passou a ser preconizada para melhorar a adaptação das restaurações indiretas (Jayasooriya *et al.*, 2003b); para aumentar a resistência de união de cimentos resinosos à dentina (Jayasooriya *et al.*, 2003a); e para proteger a dentina exposta e ajudar a prevenir sensibilidade pós-operatória (Christensen, 2000).

Segundo Burrow *et al.*, 1996, a capacidade de união dos cimentos resinosos nos procedimentos restauradores indiretos seria inferior quando comparada aos procedimentos diretos, assim como a contaminação das superfícies dentinárias preparadas com materiais restauradores provisórios, sangue e saliva poderia deteriorar a capacidade de união desses cimentos. Mais recentemente, Nikaido *et al.* (2003) afirmaram que a seleção e o uso de uma combinação correta de adesivos e resinas de baixa viscosidade para procedimentos relacionados a restaurações indiretas resulta em valores de resistência de união muito semelhantes aos valores encontrados para as restaurações diretas.

As técnicas restauradoras minimamente invasivas podem ser aplicadas nas restaurações com compósitos, inclusive para dentes posteriores, e isso se deve ao desenvolvimento dos sistemas adesivos (Tyas *et al.*, 2000). Todavia, o preparo cavitário para restaurações indiretas ainda segue os princípios propostos por G. V. Black, em função de os cimentos não adesivos como o fosfato de zinco e o cimento de policarboxilato de zinco terem sido largamente aceitos para uso com as restaurações indiretas metálicas. Se o desempenho da união com os cimentos resinosos pode ser melhorado, o ganho não será somente na qualidade da restauração, mas também em um preparo menos invasivo que pode ser realizado nas restaurações indiretas (Nikaido *et al.*, 2003).

A técnica do *resin coating* pode ser realizada com a aplicação de um sistema adesivo, mas também com a aplicação deste e adicional cobertura de uma resina de baixa viscosidade e alto escoamento na superfície da dentina, logo após o preparo cavitário (Reis *et al.*, 2003b). E maior resistência de união entre dentina e cimento resinoso pode ser obtida quando os dentes recebem o sistema adesivo e a resina de baixa viscosidade, em comparação aos dentes que receberam somente aplicação do sistema adesivo (Jayasooriya *et al.*, 2003b).

O uso adicional de uma camada adesiva sem monômeros ácidos e/ou resina de baixa viscosidade sobre a dentina hibridizada pode ainda solucionar o problema da incompatibilidade que ocorre entre os adesivos mais ácidos e os cimentos resinosos de dupla ativação (Giannini *et al.*, 2004).

Quando é feita a técnica de aplicação conjunta adesivo/resina de baixa viscosidade, a camada externa que contém monômeros não polimerizados pela presença do oxigênio pode ser reduzida (Belli *et al.*, 2001). Além disso, os monômeros não polimerizados da camada exposta ao oxigênio podem subseqüentemente se polimerizar pela difusão dos radicais livres da resina de baixa viscosidade (Unterbrink & Liebenberg, 1999). Deve-se considerar, também, que na hora da remoção do cimento provisório, o uso de uma resina de baixa viscosidade pode prevenir a possível remoção da camada polimerizada de sistema adesivo (Jayasooriya *et al.*, 2003a).

As resinas de baixa viscosidade, por terem baixo módulo de elasticidade e estarem posicionadas entre os adesivos e os cimentos resinosos, funcionam como camadas que absorvem as tensões que são parcialmente liberadas durante a contração de polimerização que sempre ocorre quando essa classe de materiais sofre fotoativação; minimizando o efeito da contração rígida na interface (Bayne *et al.*, 1998). Embora apresentem maior contração de polimerização do que os compósitos tradicionais, seu baixo módulo de elasticidade as torna mais resilientes e menos críticas às interfaces de união (Labella *et al.*, 1999; Montes *et al.*, 2001). Estes produtos foram introduzidos no mercado por terem o mesmo tamanho de partículas que os tradicionais compósitos híbridos, mas com reduzido volume de partículas, que conseqüentemente diminuiu sua viscosidade.

## **2.5 Ensaio de resistência de união**

Os ensaios de resistência de união mais freqüentemente utilizados são aqueles que avaliam o desempenho de sistemas adesivos. A análise racional que envolve esses métodos de ensaio é que quanto mais forte a união entre os dentes e os materiais, mais resistência estes terão frente às tensões geradas pela contração da polimerização e pelos desafios da cavidade bucal. Diferentes ensaios de resistência de união têm sido desenvolvidos, como os de microcislamento (Shimada *et al.*, 2002a,b; McDonough *et al.*, 2002), mas os ensaios de resistência de união ao cisalhamento e microtração são os mais utilizados (Pashley *et al.*, 1999; De Munck *et al.*, 2005).

Sano *et al.* (1994b) publicaram um estudo sobre resistência coesiva em dentina humana e bovina, avaliado por médias de ensaio de microtração. Neste caso, a interface de união tinha dimensões muito pequenas, e os valores obtidos eram muito maiores do que aqueles obtidos pelos ensaios de tração. Esse tipo de ensaio permitiu a avaliação da resistência de união em diferentes regiões e/ou profundidades dos dentes. Os autores explicaram que uma interface adesiva pequena, como essa utilizada no ensaio de microtração, continha menos defeitos

quando comparada com os espécimes maiores utilizados nos ensaios de cisalhamento e tração. Então, poucos defeitos poderiam aumentar a resistência de união e também reduzir a variabilidade dos resultados.

É importante observar que os valores de resistência de união não podem ser considerados como uma propriedade do material (Van Noort *et al.*, 1989). Os dados obtidos dependem dos fatores experimentais, como por exemplo, o tipo do sistema adesivo ou compósito, o tamanho do corpo-de-prova e geometria, e do tipo de ensaio (Phrukkanon *et al.*, 1998). Portanto, os valores absolutos obtidos nos ensaios não podem ser utilizados de forma conclusiva, ou ser comparados com os dados obtidos em outros estudos. Somente aqueles obtidos dentro de um mesmo estudo são válidos para interpretação dos resultados. Apesar disso, os ensaios de resistência de união podem proporcionar valiosas informações clínicas, quando obtidos em estudos devidamente delineados (De Munck *et al.*, 2005).

Para a obtenção de dados sobre a efetividade de sistemas adesivos em longo prazo, é crucial que primeiramente seja determinada essa efetividade em curto prazo, com dados que servem como base para a interpretação dos resultados. Um grande grupo de adesivos já comercializados e experimentais tem sido estudados através da resistência de união à microtração, sempre seguindo o mesmo protocolo (Inoue *et al.*, 2001; De Munck *et al.*, 2003a,b; Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Desde o desenvolvimento dos ensaios de microunião propostos por Sano *et al.* (1994b), muitos desses ensaios têm sido realizados e as informações deles derivadas tornaram-se um efetivo método em termos de análise de pequenas áreas da estrutura dental (Kanemura *et al.*, 1999). Para os ensaios de microtração, no entanto, o corte das amostras é um passo indispensável para confeccionar os corpos-de-prova; fator que pode levar à perda do corpo-de-prova prematuramente, em função do substrato e/ou material ensaiado (Shimada *et al.*, 2002a,b).

Recentemente foi preconizado um novo método para análise de pequenas áreas da estrutura dental, chamado de microcisalhamento (Shimada *et al.*, 2002a,b; McDonough *et al.*, 2002). Para esse ensaio, não é necessário o passo que envolve o corte das amostras, como ocorre com os ensaios de microtração. Assim, como o preparo tornou-se mais simples, permite que vários corpos-de-prova sejam obtidos a partir de uma amostra dental, em função das superfícies de união serem muito pequenas (aproximadamente 0,4mm<sup>2</sup>). O ensaio é versátil e de grande utilidade para avaliar a resistência de união entre tecidos mineralizados e materiais restauradores poliméricos, porque permite a padronização na confecção dos corpos-de-prova, que é um fator importante na condução de estudos de durabilidade da união dos sistemas adesivos.

Falhas coesivas nas superfícies fraturadas são reduzidas pelo uso de ensaios de microtração com corpos-de-prova no formato de palitos, quando comparado aos ensaios de cisalhamento e tração (Pashley *et al.*, 1995). Estudos têm sugerido que uma boa união é conseguida na interface dentina-resina quando falhas coesivas da dentina são vistas na superfície fraturada, implicando assim o fato de que a integridade da união é maior que as propriedades físicas da dentina. De fato, falhas coesivas da dentina são usualmente observadas nas superfícies fraturadas usando o ensaio de cisalhamento (Verluis *et al.*, 1997), o tradicional ensaio de tração (Van Noort *et al.*, 1991), e o de microtração com corpos-de-prova no formato de ampulheta (Hashimoto *et al.*, 2000). Hashimoto *et al.* (2002a) concluíram, baseados nesses fatos, que o tipo de falha nas superfícies fraturadas é o resultado do método de análise da resistência de união ou do formato dos corpos-de-prova.

### **3 PROPOSIÇÃO**

O objetivo geral desta tese foi avaliar a resistência de união de sistemas adesivos odontológicos e cimentos resinosos em situações de procedimentos adesivos e técnicas restauradoras em substrato dentinário, e em compósitos para reconstrução dentinária. Foi dividida em quatro estudos, os quais apresentam objetivos específicos:

- 1) Estudo 1 – avaliar a resistência de união em dentina bovina usando sistemas adesivos autocondicionantes e um adesivo convencional, após uma semana e um ano de armazenamento em água destilada, utilizando ensaio de microcislhamento;
- 2) Estudo 2 – avaliar a resistência de união entre compósitos restauradores e cimentos resinosos, utilizando ensaio de microcislhamento;
- 3) Estudo 3 – avaliar a resistência de união em dentina bovina usando diferentes técnicas de cimentação adesiva que compreendem a aplicação de sistemas adesivos, resinas de baixa viscosidade e cimentos resinosos fotoativados ou não, utilizando ensaio de microcislhamento;
- 4) Estudo 4 – avaliar a resistência de união em dentina humana usando diferentes técnicas de cimentação adesiva que empregam cimento resinoso e adesivos de uso simplificado, em ensaio de microtração.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais empregados e as metodologias utilizadas nos estudos estão descritos a seguir:

### **4.1 Estudo 1 - Avaliação da resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes e um convencional de frasco único à dentina, após uma semana e um ano de armazenamento em água destilada**

Foram utilizados quarenta e cinco incisivos bovinos recém-extraídos e armazenados em água destilada a 6°C. As raízes e o esmalte vestibular foram removidos usando disco diamantado (Isomet, Buehler, Evanstone, IL, USA) sob refrigeração. Nessas condições, a coroa foi seccionada longitudinalmente e dividida em duas partes de tamanhos similares (60mm<sup>2</sup> - 12mm de altura X 5mm de largura X 1mm de espessura). A dentina foi abrasionada sob refrigeração com lixa de carbetto de silício nº 600 (Carborundum, Vinhedo, SP, Brasil) para criar lama dentinária recém-formada padronizada; e as amostras foram aleatoriamente divididas em 18 grupos (n=5). Nove grupos de sistemas adesivos foram avaliados após uma semana de armazenamento em água destilada; e outros nove grupos após um ano de armazenamento em água destilada, com trocas semanais da água.

Os materiais utilizados e os procedimentos de união estão descritos nos Quadros 1 e 2. Nove sistemas adesivos foram avaliados: um sistema adesivo de dois passos clínicos, usando condicionamento com ácido fosfórico 35% e aplicação do adesivo de frasco único (Single Bond); quatro sistemas adesivos autocondicionantes de um passo clínico (Adper Prompt L-Pop, iBond, One-Up Bond F, Xenio III); e quatro sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos clínicos (Clearfil SE Bond, Optibond Solo Plus SE, Tyrian SPE/One-Step Plus, UniFil Bond). Os sistemas adesivos e o compósito Z250 foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes.

**Quadro 1**  
**Materiais utilizados e fabricantes, classificação e procedimentos de união**

Grupo/Material/Fabricante	Classificação	Procedimentos de união
[1] Single Bond 3M ESPE	Dois passos com cond. ácido	Condicionamento - aplicar 15s, lavar 10s, conservar úmido Adesivo - aplicar 2 camadas, ar 2/5s, fotoativar 10s
[2] Adper Prompt L-Pop 3M ESPE	Um passo autocondicionante	Pressionar e misturar, aplicar e esfregar por 15s, leve jato de ar, fotoativar 10s
[3] iBond HERAEUS KULZER	Um passo autocondicionante	Agitar o frasco, aplicar e esfregar 3 camadas, esperar 30s, leve jato de ar, fotoativar 20s
[4] One-Up Bond F TOKUYAMA	Um passo autocondicionante	Agitar os frascos e misturar os agentes A e B, aplicar e esperar 20s, remover excesso com ponta aplicadora, fotoativar 10s
[5] Xenio III DENTSPLY	Um passo autocondicionante	Agitar os frascos e misturar os agentes A e B, aplicar e esperar 20s, leve jato de ar 2s, fotoativar 10s
[6] Clearfil SE Bond KURARAY	Dois passos autocondicionante	<i>Primer</i> - aplicar e esperar 20s, leve jato de ar Adesivo - aplicar, leve jato de ar, fotoativar 10s
[7] Optibond Solo Plus SE KERR	Dois passos autocondicionante	<i>Primer</i> - aplicar e esfregar 15s, jato de ar por 3s Adesivo - agitar, aplicar e esfregar 15s, leve jato de ar 3s, reaplicar 15s, ar 3s, fotoativar 20s
[8] Tyrian SPE+One-Step Plus BISCO	Dois passos autocondicionante	<i>Primer</i> - agitar, misturar, aplicar, esfregar 2 camadas, esperar 20s, remover excesso com ponta aplicadora Adesivo - agitar, aplicar, esfregar 2 camadas, esperar 15s, jato de ar, fotoativar 10s
[9] UniFil Bond GC	Dois passos autocondicionante	<i>Primer</i> - aplicar e esperar 20s, leve jato de ar Adesivo - aplicar e esperar 20s, fotoativar 10s
Z250 3M ESPE	Compósito restaurador	Aplicar e fotoativar 20s

**Quadro 2**  
**Composições e lotes**

Material	Composição	Lote
Single Bond - pH 4,7 Condicionador ácido - pH 0,6	Bis-GMA, HEMA, PAA, etanol e água Ácido fosfórico 35%	2GK 2YR
Adper Prompt L-Pop pH 0,8 (misturado)	<u>Agente A:</u> fosfatos metacrilatados, CQ, estabilizadores <u>Agente B:</u> água, complexo de fluoretos, estabilizadores	131975
iBond IB - pH 2,0	UDMA, 4-META, acetona, glutaraldeído, água, fotoiniciador, estabilizador	10024
One-Up Bond F pH 2,6 (misturado)	<u>Agente A:</u> MAC-10, fotoiniciador, ácido metacrilóiloxialquil fosfato, Bis-GMA, TEGDMA <u>Agente B:</u> MMA, HEMA, água, micropartículas liberadoras de fluoretos, fotoiniciador	000841E
Xenio III pH 1,0 (misturado)	<u>Líquido A:</u> HEMA, água purificada, etanol, hidroxitolueno butilado, dióxido de sílica altamente dispersado <u>Líquido B:</u> resinas polimetacrilato funcionalizadas com ácido fosfórico, resinas metacrilato di- e poli funcionalizadas, hidroxitolueno butilado, CQ, 4-dimetilamino-etil-benzoato	210000481
Clearfil SE Bond pH 1,9 - <i>primer</i> pH 2,8 - adesivo	<u>Primer:</u> MDP, HEMA, dimetacrilatos hidrófilos, CQ, água <u>Adesivo:</u> MDP, HEMA, Bis-GMA, dimetacrilatos hidrófilos, micropartículas	61238
OptiBond SOLO Plus SE pH 1,5 - <i>primer</i> pH 2,2 - adesivo	<u>Primer:</u> GPDM, CQ, etanol, água <u>Adesivo:</u> Bis-GMA, GDM, HEMA, GPDM, etanol	203C43
Tyrian SPE pH 5,7 - <i>primer A</i> pH 0,5 - <i>primer B</i> One-Step Plus - pH 4,5	<u>Primer:</u> ácido propanosulfônico 2-acrilamido-2-metil, Bis (2-(metacrilóiloxi) etil) fosfato, etanol <u>Adesivo:</u> Bis-GMA, HEMA, acetona, pó de vidro	200002694 200004672
UniFil Bond pH 2,2 - <i>primer</i> pH 2,5 - adesivo	<u>Primer:</u> HEMA, 4-META, etanol, água <u>Adesivo:</u> UDMA, HEMA, partículas	302251
Filtek Z250	Bis-GMA, UEDMA, Bis-EMA, partículas inorgânicas de zircônia/sílica (60% em volume)	1LT
<b>Abreviações:</b> Bis-GMA = bisfenol-glicidil-metacrilato; HEMA = 2-hidroxietilmetacrilato; PAA = co-polímero de ácido polialcenoico; CQ = canforquinona; MAC-10 = ácido 11-metacrilóxi-1,1-undecanodicarboxílico; TEGDMA = trietilenoglicol dimetacrilato; MMA = metil metacrilato; MDP = 10-metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato; 4-MET = 4-metacrilóxi-etil trimelitato anidrido; GDM = glicerol dimetacrilato; GPDM = glicerol fosfato dimetacrilato; UDMA = uretano dimetacrilato; UEDMA = uretanoetil dimetacrilato; Bis-EMA = bisfenol-polietileno glicol dimetacrilato.		

A metodologia desenvolvida por Shimada *et al.* (2002a,b) foi utilizada para preparar os corpos-de-prova para o ensaio de microcisalhamento (Figura 1). Três matrizes transparentes cilíndricas (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain Performance Plastic, Maime Lakes, FL, USA) foram posicionadas sobre a dentina hibridizada de cada amostra dental e o compósito foi aplicado nas matrizes para preencher seu volume interno, com auxílio de uma espátula para compósitos nº 3 modificada (SSWhite/Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). Todos os procedimentos de fotoativação foram realizados com o aparelho fotopolimerizador XL 3000 (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA), com potência de 500mW/cm<sup>2</sup>. As matrizes foram então removidas com o auxílio de lâminas afiadas (Gillette do Brasil, São Paulo, SP, Brasil), para expor os pequenos cilindros de compósito (0,7mm de diâmetro por 1,0mm de altura) com área de união de 0,38mm<sup>2</sup> pela fórmula  $\pi R^2$ , unidos à superfície de dentina. Então, três cilindros de compósito restaurador foram fixados em cada amostra dental.

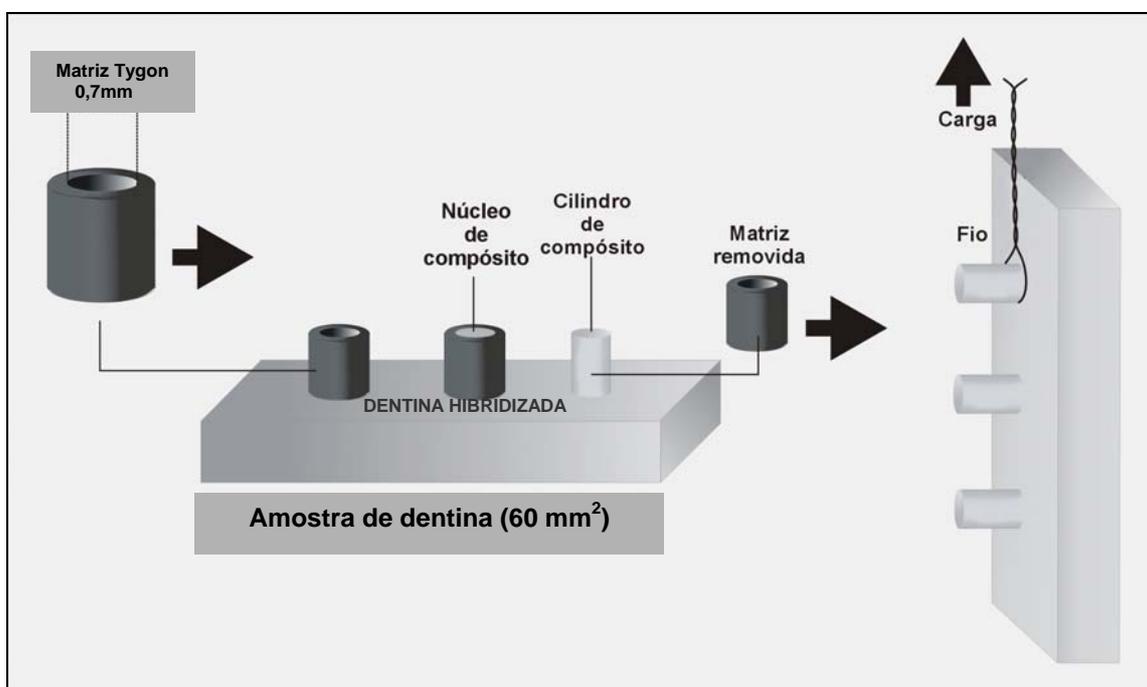


Figura 1 - Representação esquemática da metodologia utilizada nos Estudos 1, 2 e 3

Os cilindros de compósito foram checados em microscópio óptico (30X) e armazenados em água destilada a 37°C por uma semana e um ano. Decorridos esses períodos, cada amostra dental contendo os corpos-de-prova foi unida ao dispositivo de teste com cola de cianoacrilato (Super Bonder, Loctite, Itapevi, SP, Brasil) e os cilindros de compósito testados em uma máquina universal de ensaios (4411, Instron Corp, Canton, MA, USA). O carregamento de cisalhamento foi aplicado na base dos cilindros com um fio de aço (0,2mm de diâmetro) a uma velocidade de 0,5mm/min até o rompimento da união. A resistência de união ao microcisalhamento foi calculada e expressa em MPa. Cada corpo-de-prova foi composto pela média de três cilindros para diminuir a variabilidade e aproximar os dados à distribuição normal (ANEXO 1). Os resultados foram analisados estatisticamente pela Análise de Variância (ANOVA 2 fatores: sistemas adesivos – 9 níveis X tempos de armazenamento – 2 níveis) e teste de Tukey ao nível de 5% de significância.

As amostras foram montadas em uma base de alumínio, metalizadas com ouro (SCD 050, Baltec, Vaduz, Liechtenstein) e examinadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM-5600LV, Jeol, Tokyo, Japan). Fotomicrografias de áreas representativas foram feitas para avaliação do padrão de fratura, sendo classificadas como adesivas (na interface dentina-compósito), coesivas (na dentina ou no compósito) ou mistas (combinação de adesivas e coesivas).

#### **4.2 Estudo 2 - Avaliação da resistência de união de cimentos resinosos aplicados em compósitos restauradores com adesivo hidrófilo e hidrófobo**

Foram utilizados vinte blocos (60mm<sup>2</sup> - 12mm de altura X 5mm de largura X 1mm de espessura) de compósito restaurador que foram preparados com o auxílio de uma matriz do componente denso do silicone de condensação para moldagem (Silon, Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil). Uma superfície de cada bloco foi abrasionada sob refrigeração com lixa de carbetto de silício nº 600 (Carborundum, Vinhedo, SP, Brasil); e os blocos aleatoriamente divididos em quatro grupos (n=15).

Os materiais utilizados e os procedimentos de união estão descritos no Quadro 3. Dois compósitos restauradores (Z250 e Clearfil AP-X); dois sistemas adesivos (Single Bond e o adesivo do Clearfil SE Bond); e dois cimentos resinosos (RelyX ARC e Panavia F) foram avaliados.

**Quadro 3**  
**Materiais utilizados, fabricantes, lotes, composições e procedimentos de união**

Material/Fabricante	Lote	Composição	Procedimentos de união
Single Bond 3M ESPE	2GK	Bis-GMA, HEMA, PAA, etanol e água	Condicionamento - aplicar 15s, lavar 10s, secar
Condicionador ácido 3M ESPE	2YR	Ácido fosfórico 35%	Adesivo - aplicar 2 camadas, ar 2/5s, fotoativar 10s
Clearfil SE Bond KURARAY	61238	Adesivo: MDP, HEMA, Bis-GMA, dimetacrilatos hidrófilos, micropartículas	Adesivo - aplicar, leve jato de ar, fotoativar 10s
RelyX ARC 3M ESPE	CJCJ	Bis-GMA, TEGDMA, monômeros dimetacrilato, partículas inorgânicas de zircônia e sílica	Misturar 10s, aplicar e fotoativar 40s
Panavia F KURARAY	51136	Pasta A: vidro de quartzo, micropartículas, MDP, metacrilatos, fotoiniciador Pasta B: vidro de bário, fluoreto de sódio, metacrilatos, iniciador químico	Misturar 20s, aplicar e fotoativar 20s
Z250 3M ESPE	1LB	Bis-GMA, UEDMA, Bis-EMA, partículas de zircônia e sílica	Aplicar e fotoativar 20s
Clearfil AP-X KURARAY	401B	Bis-GMA, TEGDMA, fotoiniciador, vidro de bário silanizado, sílica coloidal	Aplicar e fotoativar 20s
<b>Abreviações:</b> Bis-GMA=bisfenol-glicidil-metacrilato; HEMA=2-hidroxiethylmetacrilato; PAA=co-polímero de ácido polialcenoico; MDP=10-metacrililoixidecil dihidrogênio fosfato; CQ=canforquinona; TEGDMA=trietilenoglicol dimetacrilato; UEDMA=uretanoetil dimetacrilato; Bis-EMA=bisfenol-polietileno glicol dimetacrilato			

Os compósitos restauradores, os sistemas adesivos e os cimentos resinosos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Os grupos experimentais avaliados foram: Grupo [1] bloco de Z250 – aplicação do ácido fosfórico, aplicação de 2 camadas do Single Bond, confecção do cilindro de RelyX ARC; Grupo [2] bloco de Z250 – aplicação do ácido fosfórico, aplicação de 2 camadas do Single Bond, confecção do cilindro de Panavia F; Grupo [3] bloco de Clearfil AP-X – aplicação do ácido fosfórico, aplicação do adesivo do Clearfil SE Bond, confecção do cilindro de RelyX ARC; Grupo [4] bloco de Clearfil AP-X – aplicação do ácido fosfórico, aplicação do adesivo do Clearfil SE Bond, confecção do cilindro de Panavia F (Quadro 4).

**Quadro 4**  
**Grupos experimentais**

Grupo	Materiais utilizados
[1]	Bloco de Z250 + ác. fosfórico + Single Bond + cilindro de RelyX ARC
[2]	Bloco de Z250 + ac. fosfórico + Single Bond + cilindro de Panavia F
[3]	Bloco de Clearfil AP-X + ác. fosfórico + adesivo do CSE Bond + cilindro de RelyX ARC
[4]	Bloco de Clearfil AP-X + ac. fosfórico + adesivo do CSE Bond + cilindro de Panavia F

A metodologia desenvolvida por Shimada *et al.* (2002a,b) foi utilizada para preparar os corpos-de-prova para o ensaio de microcisalhamento (Figura 1). Três matrizes transparentes cilíndricas (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain Performance Plastic, Maime Lakes, FL, USA) foram posicionadas sobre os blocos previamente tratados com o sistema adesivo Single Bond, de característica hidrófila; e com o adesivo do Clearfil SE Bond, de característica hidrófoba. Os cimentos resinosos foram aplicados com auxílio de uma sonda exploradora nº 5 (SSWhite/Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) para preencher o volume interno do tubo. Todos os procedimentos de fotoativação foram realizados com o aparelho fotopolimerizador XL 3000 (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA), com potência de 500mW/cm<sup>2</sup>. Após 10 minutos, as matrizes foram removidas com o auxílio de lâminas afiadas (Gillette do Brasil, São Paulo, SP, Brasil) para expor os pequenos cilindros de cimento resinoso (0,7mm de diâmetro por 1,0mm de altura) com área de união de 0,38mm<sup>2</sup> pela fórmula  $\pi R^2$ , unidos ao bloco de compósito. Então, três cilindros de cimento resinoso foram fixados em cada bloco de compósito restaurador.

Os cilindros de cimento resinoso foram checados em microscópio óptico (30X) e armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. Decorrido este período, cada bloco contendo os corpos-de-prova foi unido ao dispositivo de teste com cola de cianoacrilato (Super Bonder, Loctite, Itapevi, SP, Brasil) e os cilindros de cimento resinoso testados em uma máquina universal de ensaios (4411, Instron Corp, Canton, MA, USA). O carregamento de cisalhamento foi aplicado na base dos cilindros com um fio de aço (0,2mm de diâmetro) a uma velocidade de 0,5mm/min até o rompimento da união. A resistência de união ao

microcissalhamento foi calculada e expressa em MPa (ANEXO 2). Os resultados foram analisados estatisticamente pela Análise de Variância (ANOVA 2 fatores: “blocos de compósitos + adesivos” – 2 níveis X cimentos resinosos – 2 níveis) e teste de Tukey ao nível de 5% de significância.

As amostras foram montadas em uma base de alumínio, metalizadas com ouro (SCD 050, Baltec, Vaduz, Liechtenstein) e examinadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM-5600LV, Jeol, Tokyo, Japan). Fotomicrografias de áreas representativas foram tiradas para avaliação do padrão de fratura, sendo classificadas como adesivas (na interface bloco-cimento), coesivas (no bloco ou no cimento) ou mistas (combinação de adesivas e coesivas).

#### **4.3 Estudo 3 - Avaliação da resistência de união em dentina de cimentos resinosos fotoativados ou não quando aplicados sobre resinas de baixa viscosidade ou sobre a camada de adesivo que hibridiza a dentina**

Foram utilizados vinte e cinco incisivos bovinos recém-extraídos e armazenados em água destilada a 6°C. As raízes e o esmalte vestibular foram removidos usando disco diamantado (Isomet, Buehler, Evanstone, IL, USA) sob refrigeração. Nessas condições, a coroa foi seccionada longitudinalmente e dividida em duas partes de tamanhos similares (60mm<sup>2</sup> - 12mm de altura X 5mm de largura X 1mm de espessura). A dentina foi abrasionada sob refrigeração com lixa de carbetto de silício nº 600 (Carborundum, Vinhedo, SP, Brasil) para criar lama dentinária recém-formada padronizada; e as amostras foram aleatoriamente divididas em 10 grupos (n=5).

Os materiais utilizados e os procedimentos de união estão descritos no Quadro 5. Três sistemas adesivos (Single Bond, Adper Prompt L-Pop e Clearfil SE Bond), duas resinas de baixa viscosidade (Filtek Flow e Protect Liner F), e dois cimentos resinosos (RelyX ARC e Panavia F) foram avaliados.

**Quadro 5**  
**Materiais utilizados, fabricantes, lotes, composições e procedimentos de união**

Material/Fabricante/ Lote	Composição	Procedimentos de união
Single Bond 3M ESPE - 2GK Condicionador ácido 3M ESPE - 2YR	Bis-GMA, HEMA, PAA, etanol e água  Ácido fosfórico 35%	Condicionamento - aplicar 15s, lavar 10s, conservar úmido. Adesivo - aplicar 2 camadas, ar 2/5s, fotoativar 10s
Adper Prompt L-Pop 3M ESPE - 131975	<u>Agente A:</u> fosfatos metacrilatados, CQ, estabilizadores <u>Agente B:</u> água, complexo de fluoretos, estabilizadores	Pressionar e misturar, aplicar e esfregar por 15s, ar, foto 10s
Clearfil SE Bond KURARAY - 61238	<u>Primer:</u> MDP, HEMA, dimetacrilatos hidrófilos, CQ, água <u>Adesivo:</u> MDP, HEMA, Bis-GMA, dimetacrilatos hidrófilos, micropartículas	<u>Primer</u> - aplicar e esperar 20s, leve jato de ar <u>Adesivo</u> - aplicar, ar, foto 10s
Filtek Flow 3M ESPE - 1BA	Bis-GMA, UEDMA, Bis-EMA, partículas inorgânicas de zircônia e sílica	Aplicar e fotoativar 20s
Protect Liner F KURARAY - 50C	Bis-GMA, TEGDMA, micropartículas, fotoiniciador	Aplicar e fotoativar 20s
RelyX ARC 3M ESPE - CJCJ	Bis-GMA, TEGDMA, monômeros dimetacrilato, partículas inorgânicas de zircônia e sílica	Misturar 10s, aplicar e foto 40s
Panavia F KURARAY - 51136	Pasta A: dimetacrilatos aromáticos e alifáticos hidrófobos, dimetacrilatos hidrófilos, sulfonato aromático de sódio, N,N-dietanol-p-toluidina, partículas de fluoreto de sódio funcionalizado, vidro de bário silanizado Pasta B: MDP, dimetacrilatos aromáticos e alifáticos hidrófobos, dimetacrilatos hidrófilos, sílica silanizada, fotoiniciador, dibenzoil peróxido	Misturar 20s, aplicar e foto 20s
<u>Abreviações:</u> Bis-GMA=bisfenol-glicidil-metacrilato; HEMA=2-hidroxiethylmetacrilato; PAA=co-polímero de ácido polialcenóico; CQ=canforquinona; MDP=10-metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato; UEDMA=uretanoetil dimetacrilato; Bis-EMA=bisfenol-poliétileno glicol dimetacrilato; TEGDMA=trietilenoglicol dimetacrilato		

Os sistemas adesivos e as resinas de baixa viscosidade foram aplicadas de acordo com as instruções dos fabricantes; e os cimentos resinosos foram aplicados com e sem fotoativação. Os grupos experimentais avaliados foram: Grupo [1] aplicação do Single Bond e confecção do cilindro de RelyX ARC com fotoativação; Grupo [2] aplicação do Single Bond e confecção do cilindro de RelyX ARC sem fotoativação; Grupo [3] aplicação do Adper Prompt L-Pop, aplicação da resina de baixa viscosidade Filtek Flow e confecção do cilindro de RelyX ARC com fotoativação; Grupo [4] aplicação do Adper Prompt L-Pop, aplicação da resina de baixa viscosidade Filtek Flow e confecção do cilindro de RelyX ARC sem fotoativação; Grupo [5] aplicação do Adper Prompt L-Pop e confecção do cilindro de RelyX ARC com fotoativação; Grupo [6] aplicação do Adper Prompt L-Pop e confecção do cilindro de RelyX ARC sem fotoativação; Grupo [7] aplicação do Clearfil SE Bond, aplicação do Protect Liner F e confecção do cilindro de Panavia F com fotoativação; Grupo [8] aplicação do Clearfil SE Bond, aplicação do Protect Liner F e confecção do cilindro de Panavia F sem fotoativação; Grupo [9] aplicação do Clearfil SE Bond e confecção do cilindro de

Panavia F com fotoativação; [10] aplicação do Clearfil SE Bond e confecção do cilindro de Panavia F sem fotoativação (Quadro 6).

**Quadro 6**  
**Grupos experimentais**

Grupo	Materiais utilizados	Fotoativação
[1]	Single Bond + RelyX ARC	Com
[2]	Single Bond + RelyX ARC	Sem
[3]	Adper Prompt L-Pop + Filtek Flow + RelyX ARC	Com
[4]	Adper Prompt L-Pop + Filtek Flow + RelyX ARC	Sem
[5]	Adper Prompt L-Pop + RelyX ARC	Com
[6]	Adper Prompt L-Pop + RelyX ARC	Sem
[7]	Clearfil SE Bond + Protect Liner F + Panavia F	Com
[8]	Clearfil SE Bond + Protect Liner F + Panavia F	Sem
[9]	Clearfil SE Bond + Panavia F	Com
[10]	Clearfil SE Bond + Panavia F	Sem

A metodologia desenvolvida por Shimada *et al.* (2002a,b) foi utilizada para preparar os corpos-de-prova para o ensaio de microcisalhamento (Figura 1). Três matrizes transparentes cilíndricas (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain Performance Plastic, Maime Lakes, FL, USA) foram posicionadas sobre a dentina hibridizada ou resina de baixa viscosidade de cada amostra dental para preencher seu volume interno com os cimentos resinosos, com auxílio de uma sonda exploradora nº 5 (SSWhite/Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). Todos os procedimentos de fotoativação foram realizados com o aparelho fotopolimerizador XL 3000 (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA), com potência de 500mW/cm<sup>2</sup>. Após 10 minutos, as matrizes foram removidas com o auxílio de lâminas afiadas (Gillette do Brasil, São Paulo, SP, Brasil), para expor os pequenos cilindros de cimento resinoso (0,7mm de diâmetro por 1,0mm de altura) com área de união de 0,38mm<sup>2</sup> pela fórmula  $pR$ , unidos à superfície de dentina. Então, três cilindros de cimento resinoso foram fixados em cada amostra dental.

Os cilindros de cimento resinoso foram checados em microscópio óptico (30X) e armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. Decorrido este período, cada amostra dental contendo os corpos-de-prova foi unido ao dispositivo de teste com cola de cianoacrilato (Super Bonder, Loctite, Itapevi, SP, Brasil) e os

cilindros de cimento resinoso testados em uma máquina universal de ensaios (4411, Instron Corp, Canton, MA, USA). O carregamento de cisalhamento foi aplicado na base dos cilindros com um fio de aço (0,2mm de diâmetro) a uma velocidade de 0,5mm/min até o rompimento da união. A resistência de união ao microcisalhamento foi calculada e expressa em MPa. Cada corpo-de-prova foi composto pela média de 3 cilindros para diminuir a variabilidade e aproximar os dados à distribuição normal (ANEXO 3). Os resultados foram analisados estatisticamente pela Análise de Variância (ANOVA 2 fatores: técnicas restauradoras – 5 níveis X formas de ativação – 2 níveis) e teste de Tukey ao nível de 5% de significância.

As amostras foram montadas em uma base de alumínio, metalizadas com ouro (SCD 050, Baltec, Vaduz, Liechtenstein) e examinadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM-5600LV, Jeol, Tokyo, Japan). Fotomicrografias de áreas representativas foram feitas para avaliação do padrão de fratura, sendo classificadas como adesivas (na interface dentina-resina de baixa viscosidade/cimento), coesivas (na dentina ou na resina de baixa viscosidade/cimento) ou mistas (combinação de adesivas e coesivas).

#### **4.4 Estudo 4 - Avaliação da resistência de união em dentina utilizando diferentes técnicas de cimentação adesiva que empregam cimentos resinosos e sistemas adesivos simplificados associados às resinas de baixa viscosidade**

Foram utilizados doze dentes terceiros molares humanos hígidos, recém-extraídos por indicação ortodôntica e armazenados em água destilada a 6°C; que foram coletados na Clínica de Odontologia Operatória do Hospital Dental da Universidade de Medicina e Odontologia de Tóquio, de acordo com o Comitê de Pesquisa Humana do Departamento de Ciências Restauradoras (ANEXO 5).

Os dentes foram abrasionados a partir do esmalte oclusal com lixas de carbetto de silício granulação nº 200 e 400 (3M Abrasives, St. Paul, MN, USA) até a obtenção de superfícies planas de dentina média, que foram posteriormente lixadas com lixas nº 600 (3M Abrasives, St. Paul, MN, USA) para criar lama

dentinária recém-formada padronizada. As amostras foram divididas aleatoriamente em 6 grupos (n=10), sendo três grupos experimentais para uso do cimento resinoso Panavia F 2.0 e três grupos experimentais para uso do cimento resinoso RelyX Unicem Self-Adhesive. Os materiais utilizados estão descritos no Quadro 7.

**Quadro 7**  
**Materiais utilizados, fabricantes, lotes, composições e procedimentos de união**

Material/Fabricante	Lote	Composição	Procedimentos de união
ED Primer II KURARAY - pH 3,0	A:200B B:080B	Primer A: HEMA, 10-MDP, 5-NMSA, água, acelerador Primer B: 5-NMSA, acelerador, água, sulfonato benzeno de sódio	Misturar ED Primer II 5s, aplicar e esperar 60s, secar levemente
Clearfil S <sup>3</sup> Bond (tri-S) KURARAY - pH 2,0	014A	10-MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrófobo, canforquinona, álcool etílico, água, sílica coloidal silanizada	Aplicar e esperar 20s, jato de ar por pelo menos 5s, fotoativar por 10s
Clearfil Flow FX (FX) KURARAY	004A	Bis-GMA, TEGDMA, micropartículas, fotoiniciador	Aplicar e fotoativar 20s
Panavia F 2.0 KURARAY	A:093A B:051A	Pasta A: vidro de quartzo, micropartículas, MDP, metacrilatos, fotoiniciador Pasta B: vidro de bário, fluoreto de sódio, metacrilatos, iniciador químico	Misturar 20s, aplicar e fotoativar 20s
Estenia C&B KURARAY	015B	Bis-GMA, TEGDMA, fotoiniciador, micropartículas cerâmicas silanizadas, sílica	Aplicar, fotoativar 20s, forno 5min
Adper Single Bond Plus (ASBP) 3M ESPE - pH 4,7	5EW 5CJ	Ácido fosfórico 35% - pH 0.6 Adesivo: Bis-GMA, HEMA, PAA, nanopartículas, etanol e água	Condicionamento - aplicar 15 s, lavar 10s, conservar úmido Adesivo – aplicar 2 camadas, ar 2/5s, fotoativar 10s
Filtek Flow (FF) 3M ESPE	3EU	Bis-GMA, UEDMA, Bis-EMA, partículas inorgânicas de zircônio e sílica coloidal	Aplicar e fotoativar 20s
RelyX Unicem 3M ESPE pH <2 (1 <sup>o</sup> . Minuto)	206191	Pó: pó de vidro, sílica, hidróxido de cálcio, pigmento, pirimidina, composto de peróxido, iniciador. Líquido: éster fosfórico metacrilato, dimetacrilato, acetato, estabilizador, iniciador	Misturar 10s, aplicar e fotoativar 20s
<b>Abreviações:</b> HEMA=2-hidroxiethylmetacrilato; 10-MDP=10-metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato; 5-NMSA=ácido N-metacrilóil 5-aminosalicílico; Bis-GMA=bisfenol-glicidil-metacrilato; TEGDMA=trietilenoglicol dimetacrilato; PAA=co-polímero de ácido polialcenóico; UEDMA=uretanoetil dimetacrilato; Bis-EMA=bisfenol-poliétileno glicol dimetacrilato			

Os grupos experimentais avaliados foram—aplicar na dentina: Grupo [1] Panavia com as instruções do fabricante (com ED Primer II); Grupo [2] Panavia após a aplicação do tri-S Bond; Grupo [3] Panavia após o tri-S Bond + Clearfil Flow FX; Grupo [4] Unicem com as instruções do fabricante (sem tratamento); Grupo [5] Unicem após a aplicação do Adper Single Bond Plus; Grupo [6] Unicem após o Adper Single Bond Plus + Filtek Flow (Quadro 8 e Figuras 2 e 3).

**Quadro 8**  
**Grupos experimentais**

Grupo	Material	Procedimento – aplicar na dentina:
[1]	Panavia F 2.0	De acordo com as instruções do fabricante (com ED Primer II)
[2]	Panavia F 2.0	Após a aplicação do sistema adesivo tri-S Bond
[3]	Panavia F 2.0	Após a aplicação do tri-S Bond + resina de baixa viscosidade Clearfil Flow FX
[4]	RelyX Unicem	De acordo com as instruções do fabricante (sem tratamento)
[5]	RelyX Unicem	Após a aplicação do sistema adesivo Adper Single Bond Plus
[6]	RelyX Unicem	Após a aplicação do Adper Single Bond Plus + resina de baixa viscosidade Filtek Flow

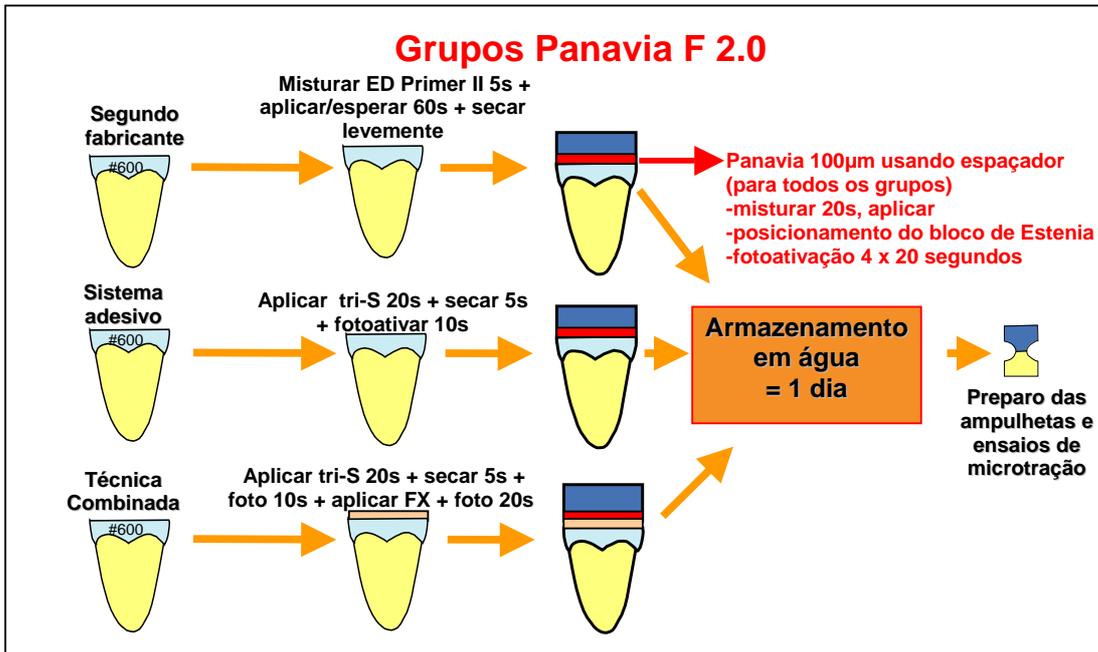


Figura 2 - Representação esquemática da metodologia utilizada no Estudo 4 para os Grupos Panavia F 2.0

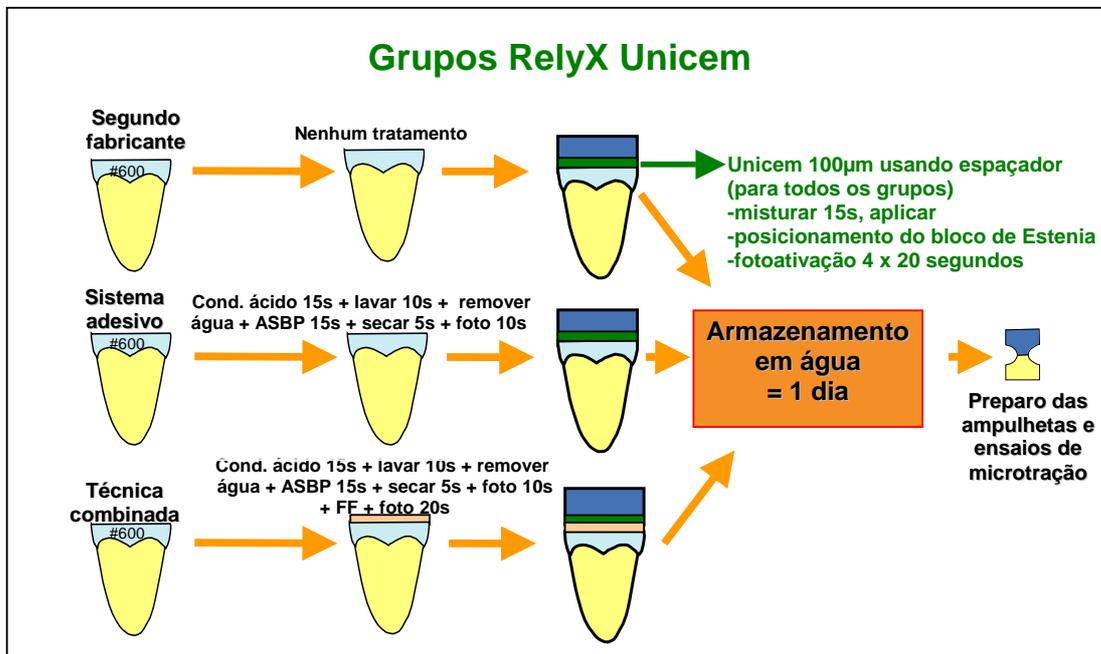


Figura 3 - Representação esquemática da metodologia utilizada no Estudo 4 para os Grupos RelyX Unicem

Em todos os grupos e após a aplicação dos cimentos resinosos, foi posicionado em cada dente um bloco (1mm) do compósito indireto Estenia C&B, que foi tratado seqüencialmente na superfície a ser aderida com jateamento de óxido de alumínio por 5 segundos, condicionamento com ácido fosfórico K-Etchant (KURARAY/Lote 345A) por 5 segundos, lavado, seco, aplicado Clearfil Porcelain Bond Activator (KURARAY/Lote 169B) + Clearfil SE Bond Primer (KURARAY/Lote 513A) por 5 segundos e nova secagem. Com os blocos de Estenia C&B devidamente posicionados, foram feitas quatro fotoativações de 20 segundos cada em todos os sentidos. Todos os procedimentos de fotoativação foram realizados com o aparelho fotopolimerizador New Light VLII (GC Co, Tokyo, Japan), com potência de 500mW/cm<sup>2</sup>. Após 10 minutos, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37 °C por 24 horas.

Decorrido esse período, as amostras foram preparadas até a obtenção de corpos-de-prova no formato de ampulheta, que foram submetidos ao ensaio de microtração em uma máquina universal de ensaios EZ test (Shimadzu Co, Kyoto, Japan), com velocidade de 1,0mm/min. A resistência de união à microtração foi calculada e expressa em MPa (ANEXO 4). Os resultados foram analisados estatisticamente pela Análise de Variância (ANOVA 2 fatores: cimentos resinosos – 2 níveis X técnicas de cimentação adesiva – 3 níveis) e teste de Tukey ao nível de 5% de significância.

As amostras foram montadas em uma base de alumínio, metalizadas com ouro (SCD 050, Baltec, Vaduz, Liechtenstein) e examinadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM-5600LV, Jeol, Tokyo, Japan). Fotomicrografias de áreas representativas foram feitas para avaliação do padrão de fratura, sendo classificadas como adesivas (na interface dentina-resina de baixa viscosidade/cimento), coesivas (na dentina ou na resina de baixa viscosidade/cimento) ou mistas (combinação de adesivas e coesivas).

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Estudo 1

Os resultados da ANOVA mostraram pelo menos uma diferença significativa entre os sistemas adesivos e entre os tempos de armazenamento; e a interação significativa entre os dois fatores. A tabela da ANOVA está descrita na Tabela 1.

**Tabela 1**  
**Análise de Variância**

Fontes de Variação	GL	Soma de Quadrado	Quadrado Médio	F	Sig.
Total	89	21906.91			
Total de Redução	21	19797.18	942.7228	30.39	0.0000
CORPOS-DE-PROVA	4	275.0421	68.76053	2.22	0.0763
SISTEMAS ADESIVOS	8	12601.55	1575.194	50.77	0.0000
TEMPOS ARMAZENAMENTO	1	5199.190	5199.190	167.58	0.0000
ADESIVOS x TEMPOS	8	1721.398	215.1747	6.94	0.0000
Resíduo	68	2109.727	31.02539		

Coeficiente de Variação = 20,970

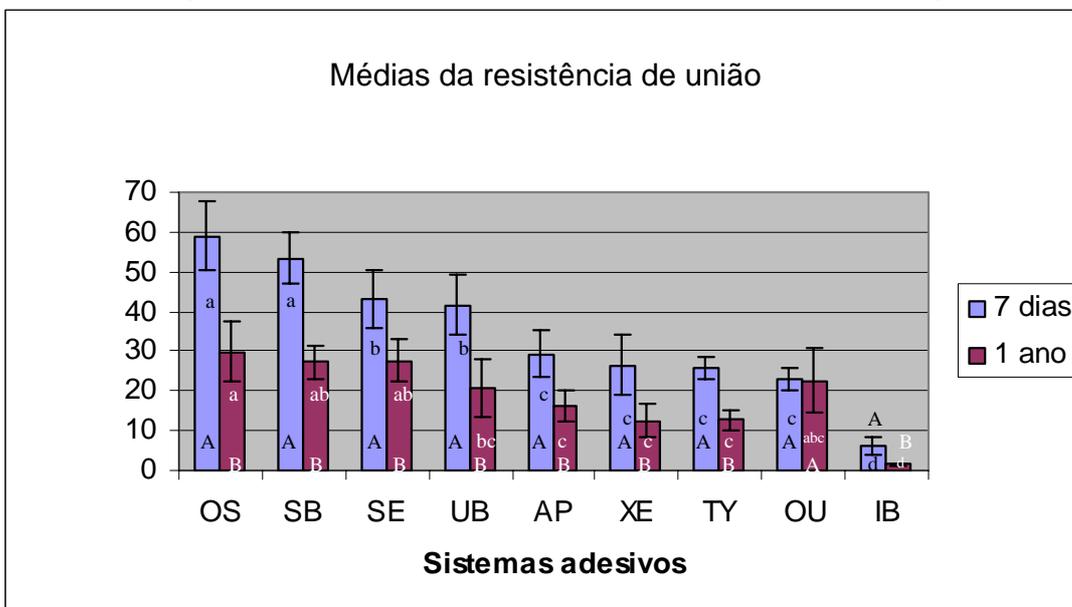
As médias da resistência de união ao microcisalhamento em função dos sistemas adesivos e dos tempos de armazenamento estão apresentadas na Tabela 2 e Figura 4.

O teste de Tukey mostrou diferenças significativas entre os sistemas adesivos e entre os tempos de armazenamento ( $p < 0,05$ ). O armazenamento em água por um ano produziu significativo decréscimo na resistência de união dos sistemas adesivos testados, exceto para o One-Up Bond F. A menor resistência de união foi observada para o sistema adesivo iBond, em ambos os tempos de armazenamento.

**Tabela 2**  
**Médias da resistência de união em MPa, com desvio-padrão e teste de Tukey**  
 Tempos de armazenamento

Sistemas adesivos	Tempos de armazenamento	
	1 semana	1 ano
[7] OptiBond SOLO Plus SE	58,95 ± 8,58 a A	29,89 ± 7,61 a B
[1] Single Bond (controle)	53,42 ± 6,47 a A	27,19 ± 4,19 ab B
[6] Clearfil SE Bond	43,13 ± 7,14 b A	27,58 ± 5,30 ab B
[9] UniFil Bond	41,53 ± 7,65 b A	20,73 ± 7,22 bc B
[2] Adper Prompt L-Pop	29,37 ± 6,06 c A	16,18 ± 3,73 c B
[5] Xeno III	26,55 ± 7,50 c A	12,46 ± 4,13 c B
[8] Tyrian SPE + One-Step Plus	25,56 ± 2,74 c A	12,66 ± 2,35 c B
[4] One-Up Bond F	22,87 ± 2,79 c A	22,52 ± 8,11 abc A
[3] iBond	06,08 ± 2,04 d A	01,46 ± 0,36 d B

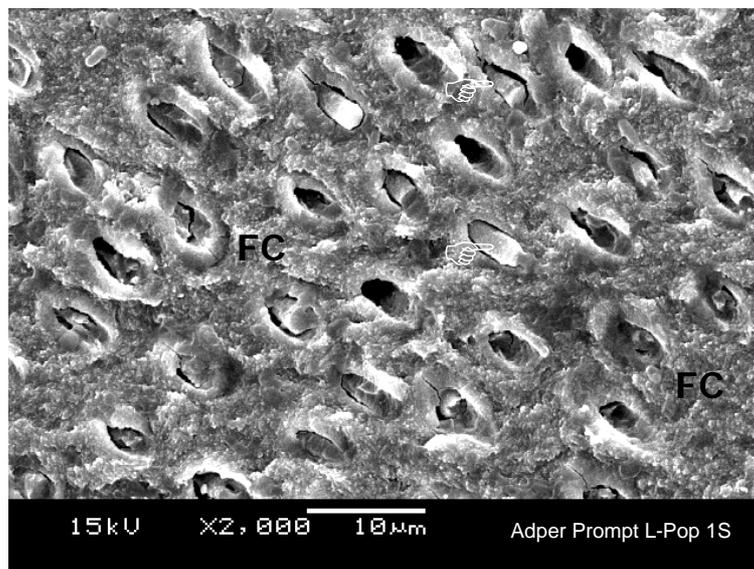
Médias seguidas por letras minúsculas distintas diferem entre si na mesma coluna ao nível de 5 % de significância  
 Médias seguidas por letras maiúsculas distintas diferem entre si na mesma linha ao nível de 5 % de significância



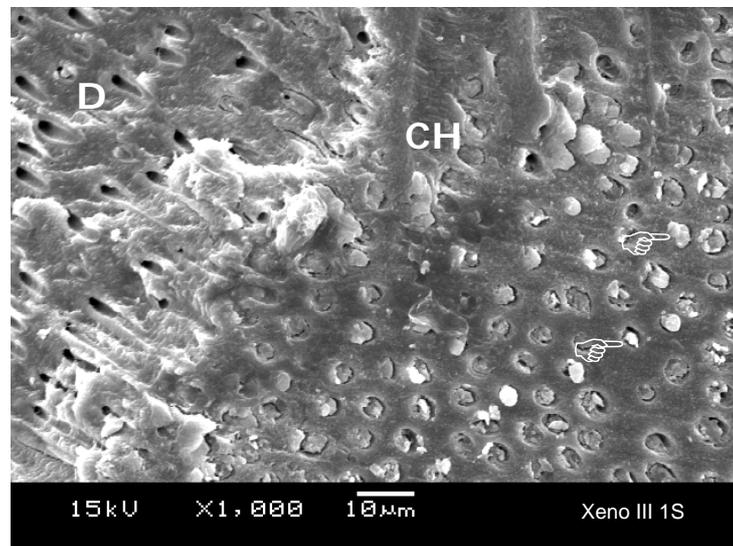
Letras minúsculas distintas diferem entre si dentro do mesmo período de tempo ao nível de 5 % de significância  
 Letras maiúsculas distintas diferem entre si entre os períodos de tempo ao nível de 5 % de significância  
 Legenda: OS-OptiBond SOLO Plus SE; SB-Single Bond; SE-Clearfil SE Bond; UB-UniFil Bond; AP-Adper Prompt L-Pop;  
 XE-Xeno III; TY-Tyrian SPE+One-Step Plus; OU-One-Up Bond F; IB-iBond

**Figura 4 - Gráfico de barras das médias da resistência de união em MPa, com desvio-padrão e teste de Tukey**

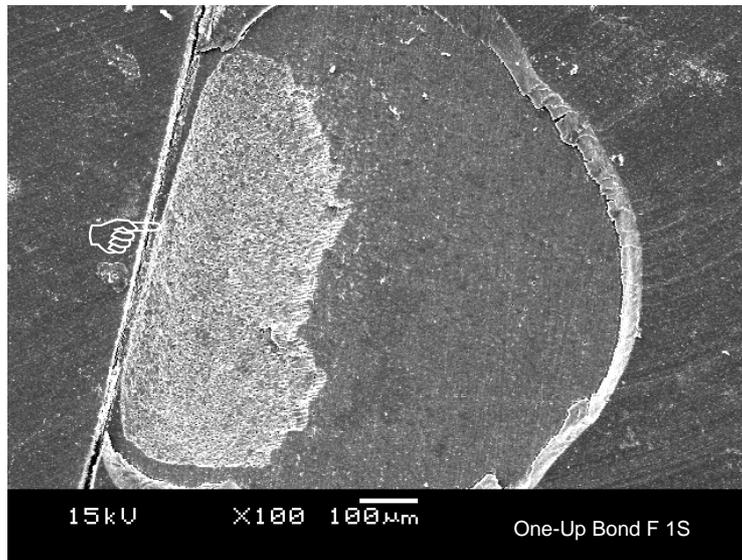
Os corpos-de-prova testados após uma semana mostraram predominantemente fraturas entre a resina adesiva e o compósito, falha coesiva na dentina ou falha parcial coesiva na camada adesiva (Figuras 5 a 13). O padrão de fratura predominante nos grupos armazenados por um ano foi adesivo, ou seja, entre a resina adesiva e o compósito (Figuras 14 a 16).



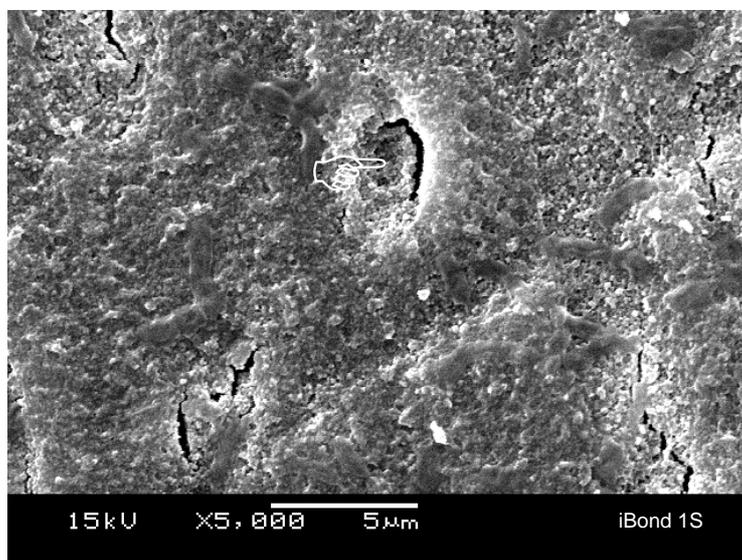
**Figura 5** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Adper Prompt L-Pop (1 semana). Fibrilas colágenas (FC) foram identificadas conferindo um aspecto poroso e fibroso à superfície. A dentina intratubular aparece parcialmente dissolvida com a presença de prolongamentos de resina na maioria dos túbulos dentinários (☞).



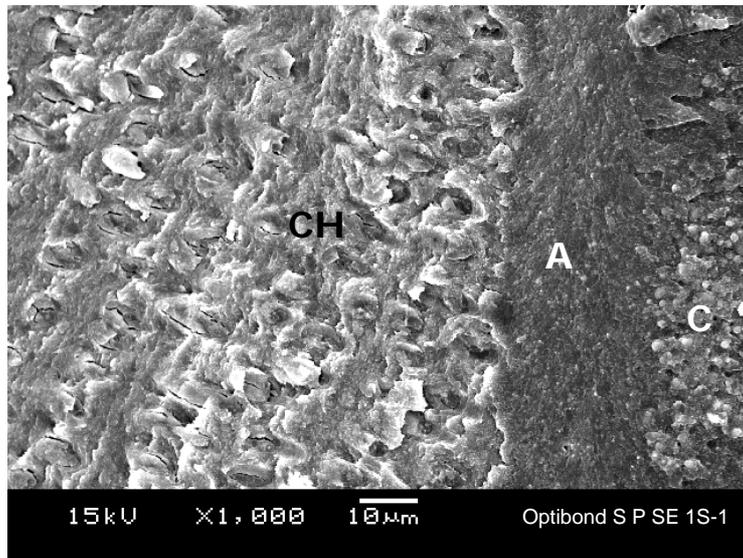
**Figura 6** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Xeno III (1 semana). Falhas mistas, coesivas na dentina (D) e coesivas na base da camada híbrida foram predominantemente observadas. A camada híbrida (CH) foi identificada, e os prolongamentos de resina apresentam-se nos túbulos dentinários (☞).



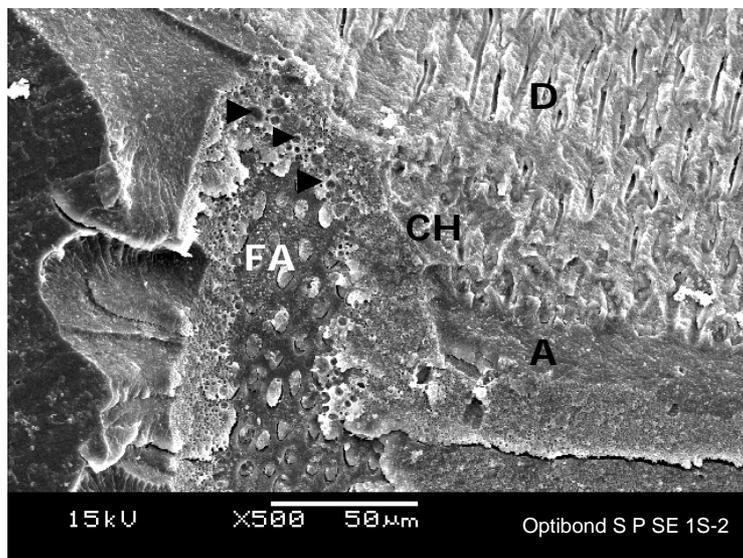
**Figura 7** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante One-Up Bond F (1 semana). Falhas mistas, coesivas na dentina e adesivas foram predominantemente observadas. As falhas coesivas em dentina são comumente observadas nos ensaios de resistência de união ao cisalhamento (☞).



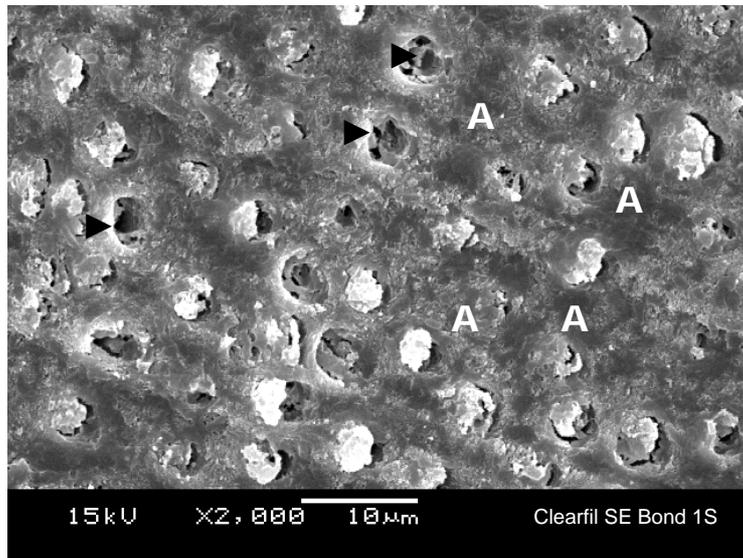
**Figura 8** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante iBond (1 semana). Falhas adesivas foram predominantemente observadas. Notar a presença de lama dentinária na superfície e obstruindo a entrada de um túbulo dentinário (☞).



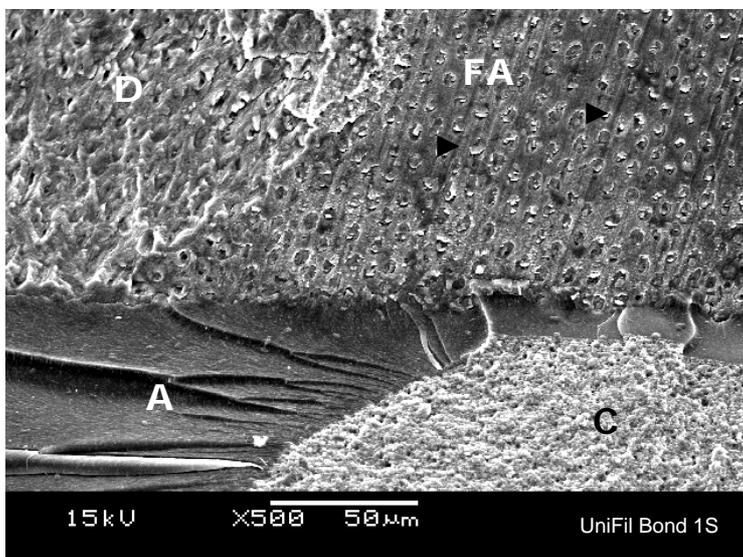
**Figura 9** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Optibond Solo Plus SE (1 semana). Falhas mistas foram predominantemente observadas. Notar a transição entre a falha coesiva na camada híbrida (CH), coesiva no adesivo (A) e coesiva no compósito (C).



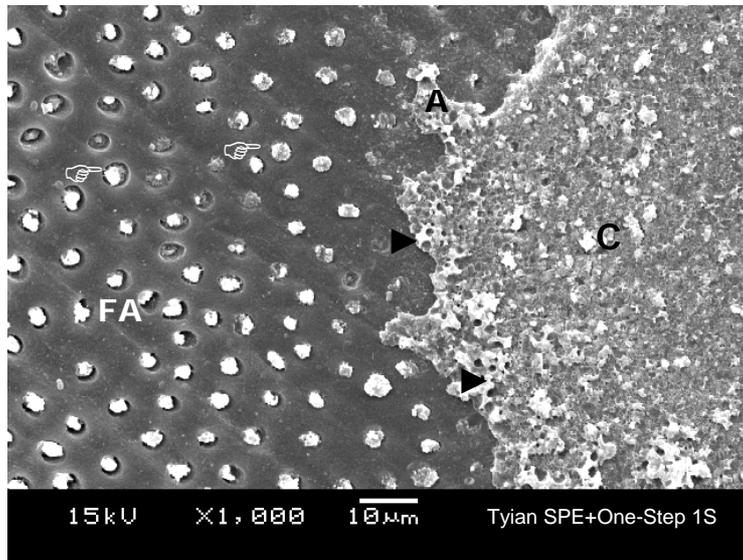
**Figura 10** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa complementar do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Optibond Solo Plus SE (1 semana). Notar a falha coesiva na dentina (D), coesiva na base da camada híbrida (CH) e coesiva no adesivo (A). No entanto, foi evidenciado também uma falha adesiva (FA), provavelmente ocasionada pelo excesso localizado do solvente do *primer*, que resultou em pequenas estruturas globulares entre o *primer* e o adesivo (▶).



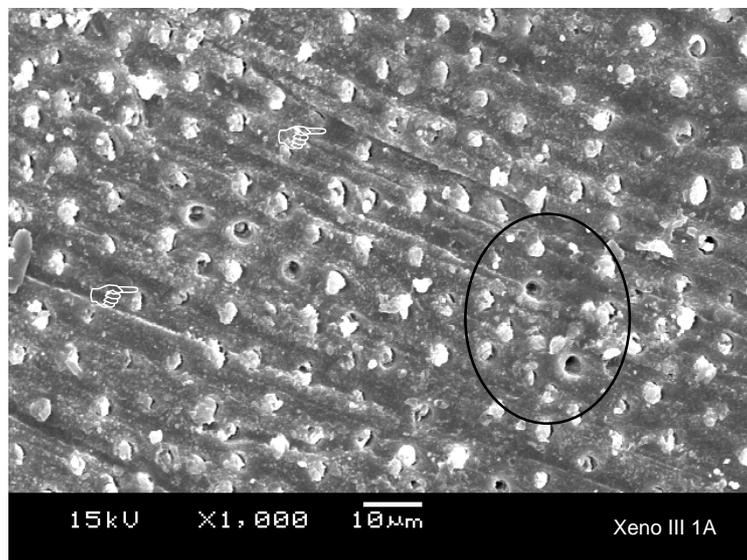
**Figura 11** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond (1 semana). A imagem sugere falha no topo da camada híbrida, pela presença do adesivo na superfície mais externa (A). Notar que alguns túbulos dentinários mostraram-se sem a presença dos prolongamentos de resina e com lama dentinária (▶).



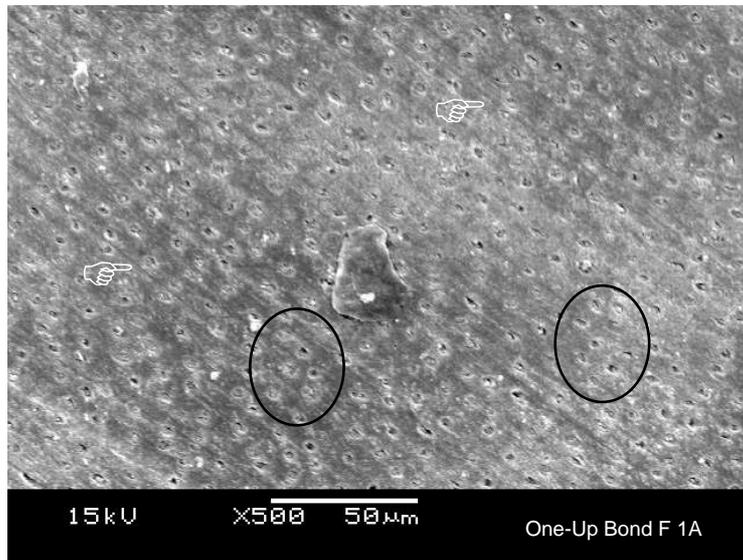
**Figura 12** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante UniFil Bond (1 semana). Falhas mistas foram predominantemente observadas, entre coesivas em dentina (D), coesivas no adesivo (A), coesivas no compósito (C). Na região onde ocorreu falha adesiva (FA), notar as ranhuras deixadas pela ação da lixa nº 600 na superfície de dentina (▶).



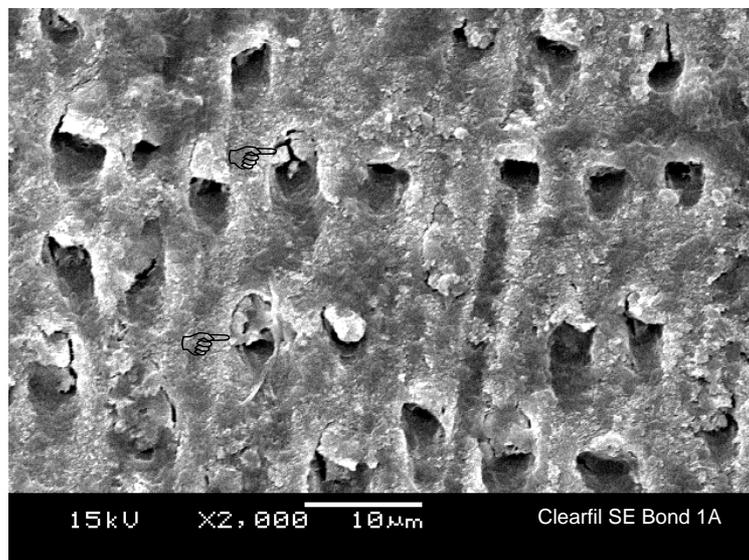
**Figura 13** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Tyrian SPE + One-Step Plus (1 semana). Falhas mistas foram predominantemente observadas, entre adesivas (FA), coesivas no adesivo (A) e coesivas no compósito (C). Notar a presença de estruturas globulares (▶), provavelmente ocasionadas pelo excesso de solventes do *primer* e do adesivo; e a presença dos prolongamentos de resina nos túbulos dentinários (◄).



**Figura 14** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Xeno III (1 ano). Falhas adesivas foram predominantemente observadas. Notar as ranhuras deixadas pela ação da lixa n° 600 na superfície de dentina (◄). Os prolongamentos de resina apresentam-se nos túbulos dentinários ou estão ausentes (O).



**Figura 15** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante One-Up Bond F (1 ano). Falhas adesivas foram predominantemente observadas. Notar as ranhuras deixadas pela ação da lixa n° 600 na superfície de dentina (☞); e a ausência dos prolongamentos de resina no interior dos túbulos dentinários (O).



**Figura 16** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond (1 ano). A imagem sugere falha no topo da camada híbrida, porém menos adesivo pode ser observado na superfície mais externa. Notar que a maioria dos túbulos dentinários mostraram-se sem a presença dos prolongamentos de resina, ou esses prolongamentos apresentam-se porosos (☞).

## 5.2 Estudo 2

Os resultados da ANOVA mostraram pelo menos uma diferença significativa entre os “blocos de compósitos + adesivos” ( $p=0,08$ ), e não houve diferenças entre os cimentos resinosos. A tabela da ANOVA está descrita na Tabela 3.

**Tabela 3**  
**Análise de Variância**

Fontes de Variação	GL	Soma de Quadrado	Quadrado Médio	F	Sig.
Total	59	4176.224			
Total de Redução	17	1450.332	85.31362	1.31	0.2308
CORPOS-DE-PROVA	14	1034.707	73.90763	1.14	0.3553
BLOCOS COMP + ADES	1	206.2019	206.2019	3.18	0.0819
CIMENTOS RESINOSOS	1	80.62004	80.62004	1.24	0.2714
BLOCOS x CIMENTOS	1	128.8028	128.8028	1.98	0.1663
Resíduo	42	2725.893	64.90220		

Coefficiente de Variação = 18,210

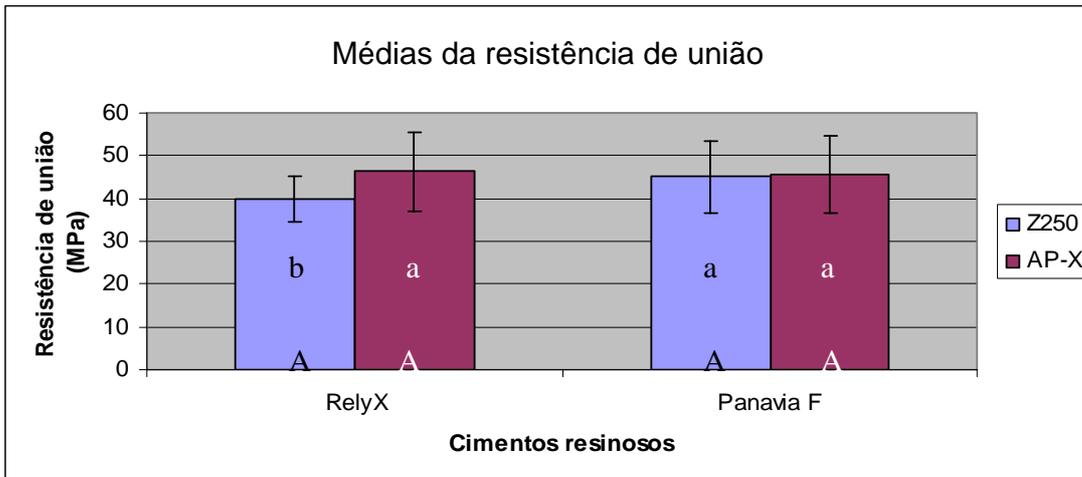
As médias da resistência de união ao microcisalhamento em função dos “blocos de compósitos + adesivos” e dos cimentos resinosos estão apresentadas na Tabela 4 e na Figura 17.

O teste de Tukey mostrou diferenças significativas entre os “blocos de compósito + adesivos” para o cimento resinoso RelyX ARC (grupos 1 e 3), com maior média para o grupo 3 ( $p<0,05$ ). Além disso, não houve diferença estatisticamente significativa ( $p<0,05$ ) quando da utilização dos blocos dos compósitos Z250/Clearfil AP-X com seus respectivos adesivos para ambos os cimentos resinosos.

**Tabela 4**  
**Médias da resistência de união em MPa, com desvio-padrão e teste de Tukey**

Blocos de compósitos + adesivos	Cimentos resinosos	
	RelyX ARC	Panavia F
Z250 + sistema adesivo Single Bond	[1] 39,76 ± 5,34 b A	[2] 45,01 ± 8,53 a A
Clearfil AP-X + adesivo do Clearfil SE Bond	[3] 46,39 ± 9,22 a A	[4] 45,78 ± 9,06 a A

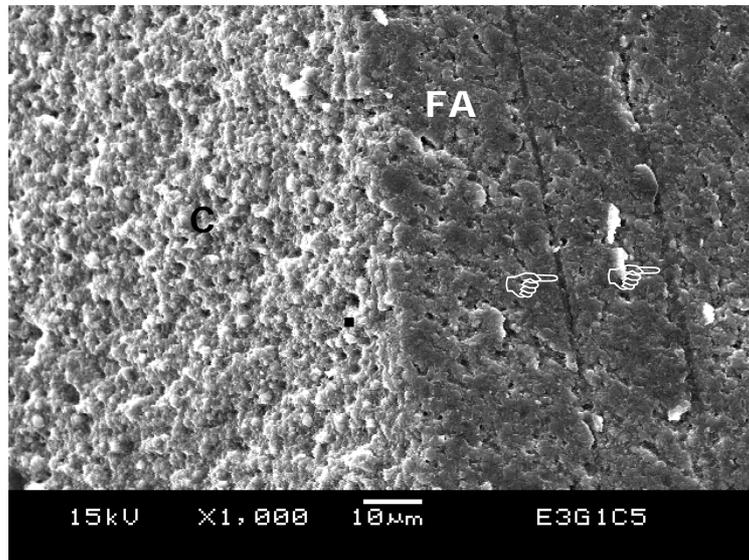
Médias seguidas por letras minúsculas distintas diferem entre si na mesma coluna ao nível de 5 % de significância  
Médias seguidas por letras maiúsculas distintas diferem entre si na mesma linha ao nível de 5 % de significância



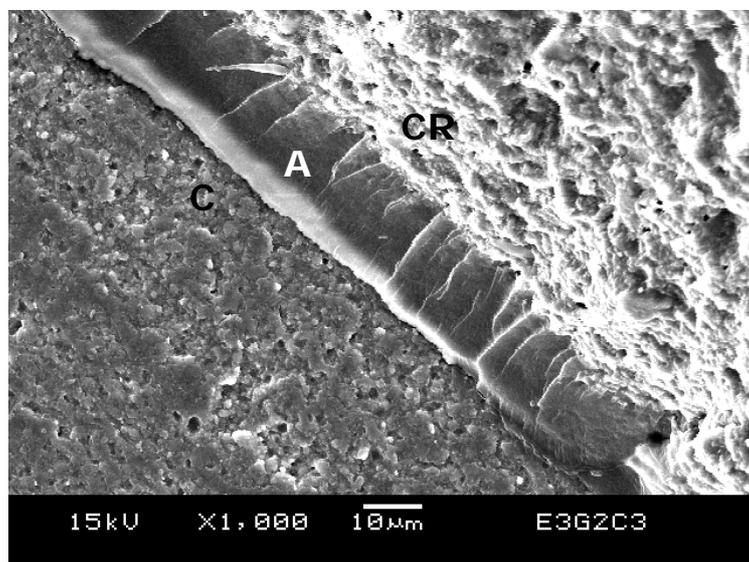
Letras minúsculas distintas diferem entre si usando o mesmo cimento resinoso ao nível de 5 % de significância.  
 Letras maiúsculas distintas diferem entre si usando diferentes cimentos resinosos ao nível de 5 % de significância.

**Figura 17 - Gráfico de barras das médias da resistência de união em MPa, com desvio-padrão e teste de Tukey**

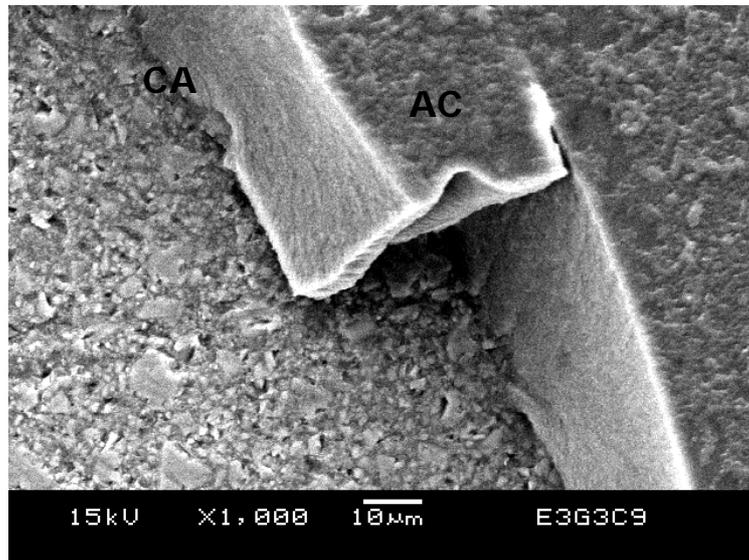
Os corpos-de-prova testados nos grupos RelyX ARC [1 e 3] mostraram predominantemente fraturas mistas, entre coesivas no bloco de compósito, e falhas adesivas na interface compósito-adesivo e adesivo-cimento (Figuras 18 e 20). O padrão de fratura predominante nos grupos Panavia F [2 e 4] foi misto, entre falhas adesivas na interface compósito-adesivo, coesivas no adesivo e coesivas no cimento resinoso (Figuras 19 e 21).



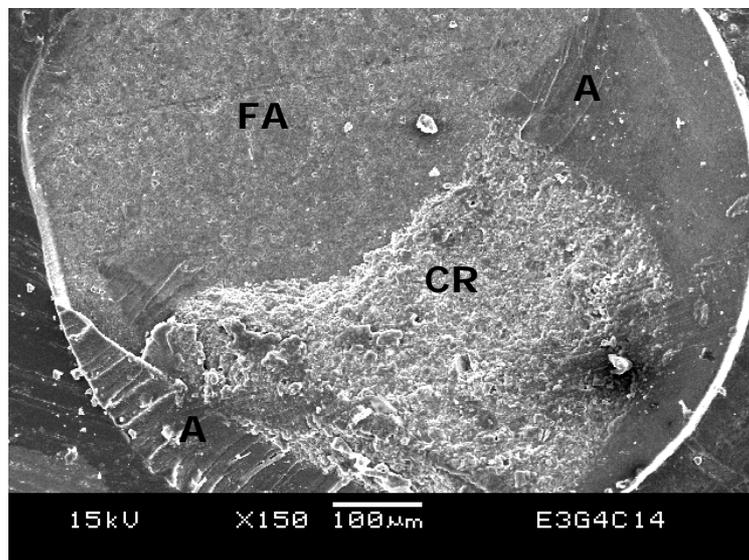
**Figura 18** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico do bloco de compósito Z250 tratado com o sistema adesivo Single Bond mais aplicação do cimento resinoso RelyX ARC (Grupo 1). As falhas foram predominantemente mistas: coesivas no bloco de compósito (C) e falhas adesivas na interface adesivo-cimento (FA). Notar as ranhuras deixadas pela ação da lixa nº 600 na superfície do bloco de compósito (↷).



**Figura 19** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico do bloco de compósito Z250 tratado com o sistema adesivo Single Bond mais aplicação do cimento resinoso Panavia F (Grupo 2). As falhas foram predominantemente mistas: falhas adesivas na interface compósito-adesivo e coesivas no cimento resinoso. Notar a transição: bloco de compósito (C), adesivo (A) e cimento resinoso (CR).



**Figura 20** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico do bloco de compósito Clearfil AP-X tratado com o adesivo do sistema adesivo Clearfil SE Bond mais aplicação do cimento resinoso RelyX ARC (Grupo 3). As falhas foram predominantemente adesivas na interface compósito-adesivo (CA) e na interface adesivo-cimento resinoso (AC).



**Figura 21** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico do bloco de compósito Clearfil AP-X tratado com o adesivo do sistema adesivo Clearfil SE Bond mais aplicação do cimento resinoso Panavia F (Grupo 4). As falhas foram predominantemente mistas: adesivas na interface compósito-adesivo (FA), coesivas no adesivo (A) e coesivas no cimento resinoso (CR).

### **5.3 Estudo 3**

Os resultados da ANOVA mostraram pelo menos uma diferença significativa entre as técnicas restauradoras e entre as formas de ativação. A tabela da ANOVA está descrita na Tabela 5.

**Tabela 5**  
**Análise de Variância**

Fontes de Variação	GL	Soma de Quadrado	Quadrado Médio	F	Sig.
Total	49	8928.920			
Total de Redução	13	7634.161	587.2431	16.33	0.0000
CORPOS-DE-PROVA	4	88.28875	22.07219	0.61	*****
TÉCNICAS RESTAURADORAS	4	5240.707	1310.177	36.43	0.0000
FORMAS DE ATIVAÇÃO	1	2234.550	2234.550	62.13	0.0000
TÉCNICAS x ATIVAÇÃO	4	70.61472	17.65368	0.49	*****
Resíduo	36	1294.760	35.96554		

Coeficiente de Variação = 22,433

As médias da resistência de união ao microcisalhamento em função das técnicas restauradoras e das formas de ativação estão apresentadas na Tabela 6 e na Figura 22.

O teste de Tukey mostrou diferenças significativas entre as técnicas restauradoras e as formas de ativação ( $p < 0,05$ ).

Para os grupos com fotoativação, não houve diferença estatisticamente significativa entre o grupo 1 (Single Bond + RelyX ARC) e as técnicas restauradoras dos grupos 7 (uso do Clearfil SE Bond + Protect Liner F + Panavia F) e 9 (uso do Clearfil SE Bond + Panavia F); e destes grupos [7, 9] com o grupo 3 (uso do Adper Prompt L-Pop + Filtek Flow + RelyX ARC). O grupo 5 (uso do Adper Prompt L-Pop + RelyX ARC) apresentou a menor média de resistência de união.

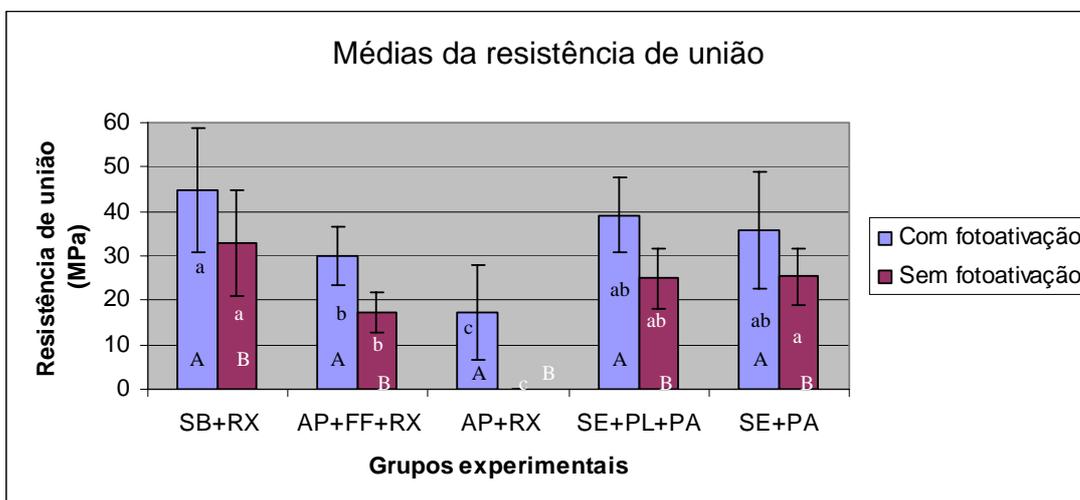
Para os grupos sem fotoativação, não houve diferença estatisticamente significativa entre o grupo 2 (Single Bond + RelyX ARC) e as técnicas restauradoras dos grupos 8 (uso do Clearfil SE Bond + Protect Liner F + Panavia F) e 10 (uso do Clearfil SE Bond + Panavia F); e do grupo [8] com o grupo 4 (uso do Adper Prompt L-Pop + Filtek Flow + RelyX ARC). No grupo 6 (uso do Adper Prompt L-Pop + RelyX ARC), o valor médio foi zero. Os grupos de técnicas restauradoras nos quais os cimentos resinosos foram fotoativados [1, 3, 5, 7, 9] apresentaram maiores valores médios de resistência de união, com diferença

estatisticamente significativa em relação aos demais grupos, nos quais os cimentos resinosos não foram fotoativados [2, 4, 6, 8, 10].

**Tabela 6**  
**Médias da resistência de união em MPa, com desvio-padrão e teste de Tukey**

Técnicas restauradoras	Formas de ativação					
	Com fotoativação		Sem fotoativação			
SB+RX	[1]	44,76 ± 13,94	a A	[2]	32,87 ± 12,00	a B
AP+FF+RX	[3]	29,99 ± 6,62	b A	[4]	17,19 ± 4,56	b B
AP+RX	[5]	17,38 ± 10,60	c A	[6]	0,00 ± 0,00	c B
SE+PL+PA	[7]	39,23 ± 8,38	ab A	[8]	24,88 ± 6,71	ab B
SE+PA	[9]	35,70 ± 13,00	ab A	[10]	25,28 ± 6,50	a B

Médias seguidas por letras minúsculas distintas diferem entre si na mesma coluna ao nível de 5 % de significância  
Médias seguidas por letras maiúsculas distintas diferem entre si na mesma linha ao nível de 5 % de significância



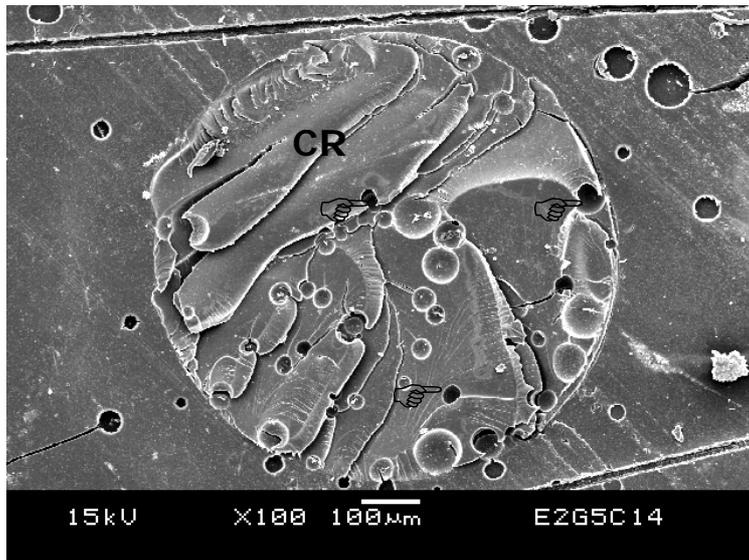
Letras minúsculas distintas diferem entre si dentro da mesma forma de ativação ao nível de 5 % de significância.

Letras maiúsculas distintas diferem entre si entre as formas de ativação ao nível de 5 % de significância.

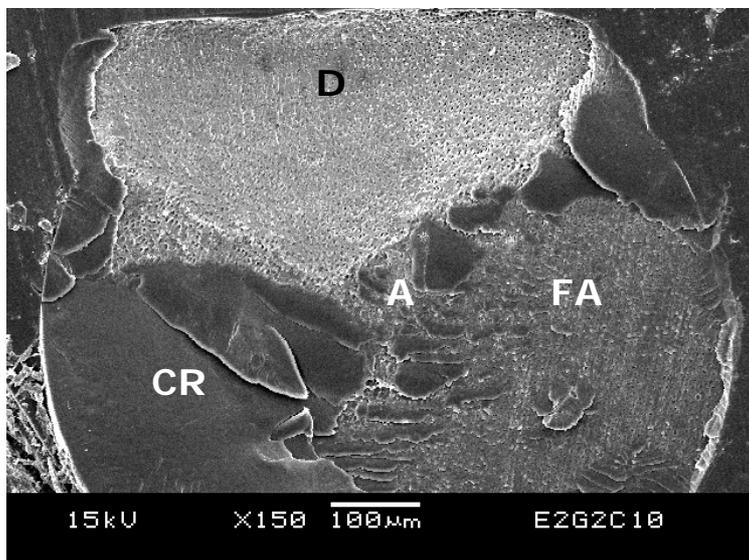
Legenda: SB+RX = Single Bond + RelyX ARC; AP+FF+RX = Adper Prompt L-Pop + Filtek Flow + RelyX ARC; AP+RX = Adper Prompt L-Pop + RelyX ARC; SE+PL+PA = Clearfil SE Bond + Protect Liner F + Panavia F; SE+PA = Clearfil SE Bond + Panavia F

**Figura 22 - Gráfico de barras das médias da resistência de união em MPa, com desvio-padrão e teste de Tukey**

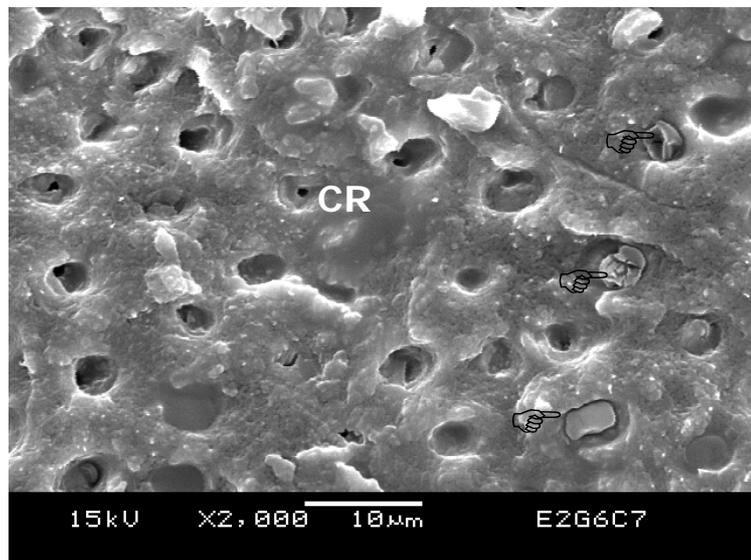
Quando não foi utilizado a resina de baixa viscosidade, os corpos-de-prova testados nos grupos com fotoativação mostraram predominantemente fraturas coesivas no cimento resinoso (Figura 23); enquanto que aqueles testados nos grupos sem fotoativação mostraram fraturas mistas, entre coesivas na dentina, coesivas no adesivo, coesivas no cimento resinoso e adesivas (Figuras 24 a 26). O padrão de fratura predominante nos grupos que utilizaram a resina de baixa viscosidade foi coesivo na resina (Figuras 27 e 28).



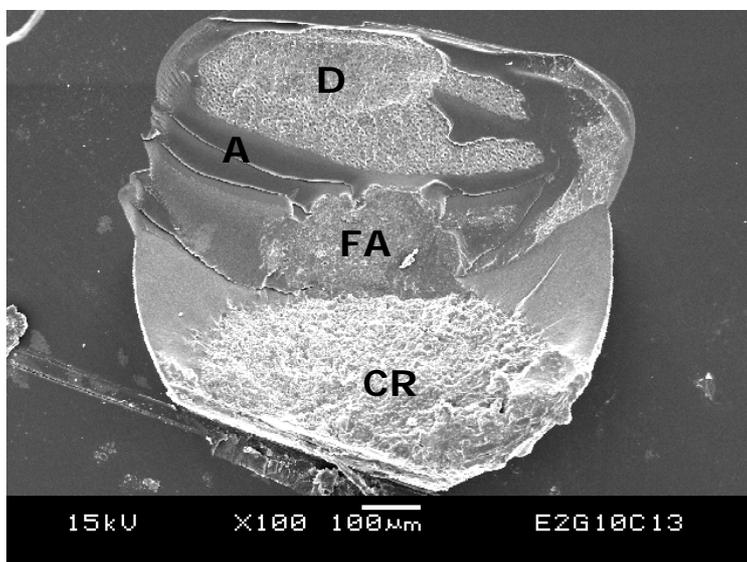
**Figura 23** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Adper Prompt L-Pop e aplicação do cimento resinoso RelyX ARC com fotoativação (grupo 5). As falhas foram predominantemente coesivas no cimento resinoso (CR). Notar os espaços globulares na interface adesivo-cimento resinoso (☉).



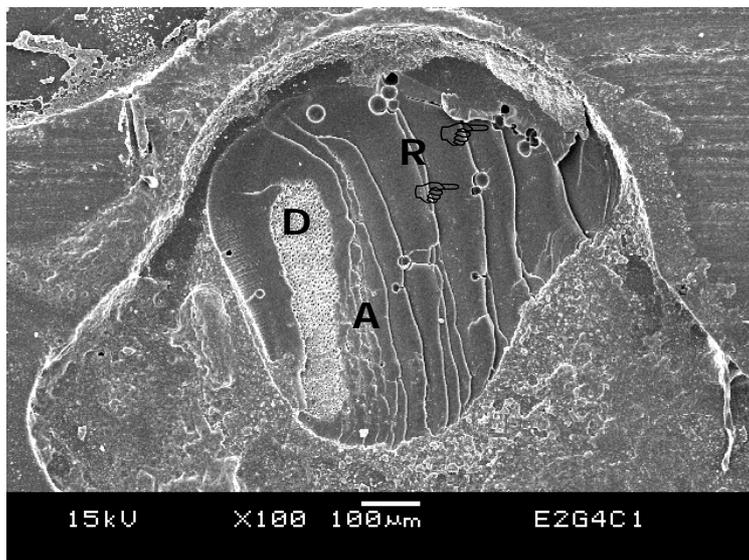
**Figura 24** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo convencional Single Bond e aplicação do cimento resinoso RelyX ARC sem fotoativação (grupo 2). As falhas foram predominantemente mistas: coesivas na dentina (D), coesivas no adesivo (A), coesivas no cimento resinoso (CR) e falhas adesivas (FA).



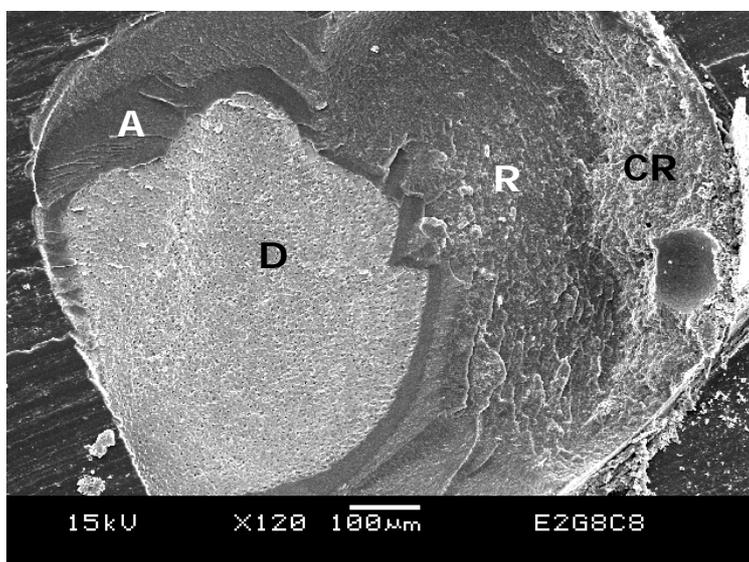
**Figura 25** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Adper Prompt L-Pop e aplicação do cimento resinoso RelyX ARC sem fotoativação (grupo 6). As falhas foram predominantemente adesivas na interface adesivo-cimento. Notar a presença do cimento resinoso (CR) sem a polimerização química; e a presença de prolongamentos de resina nos túbulos dentinários ( $\sigma$ ).



**Figura 26** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond e aplicação do cimento resinoso Panavia F sem fotoativação (grupo 10). As falhas foram predominantemente mistas: coesivas na dentina (D), coesivas no adesivo (A), coesivas no cimento resinoso (CR) e falhas adesivas (FA).



**Figura 27** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Adper Prompt L-Pop e aplicação da resina de baixa viscosidade Filtek Flow mais o cimento resinoso RelyX ARC sem fotoativação (grupo 4). As falhas foram mistas: coesivas na dentina (D), que são comumente observadas nos ensaios de resistência de união ao cisalhamento, coesivas no adesivo (A) e coesivas na resina de baixa viscosidade (R). Notar que poucas estruturas globulares apareceram na interface adesivo-resina-cimento ( $\ominus$ ).



**Figura 28** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond e aplicação da resina de baixa viscosidade Protect Liner F mais o cimento resinoso Panavia F sem fotoativação (grupo 8). As falhas foram mistas: coesivas na dentina (D), coesivas no adesivo (A), coesivas na resina de baixa viscosidade (R) e coesivas no cimento (CR).

#### **5.4 Estudo 4**

Os resultados da ANOVA mostraram pelo menos uma diferença significativa entre os cimentos resinosos ( $p=0,06$ ) e entre as técnicas de cimentação adesiva; e a interação significativa entre os dois fatores. A tabela da ANOVA está descrita na Tabela 7.

**Tabela 7**  
**Análise de Variância**

Fontes de Variação	GL	Soma de Quadrado	Quadrado Médio	F	Sig.
Total	59	3833.135			
Total de Redução	14	2466.013	176.1438	5.80	0.0000
CORPOS-DE-PROVA	9	452.2684	50.25204	1.65	0.1289
CIMENTOS RESINOSOS	1	105.1730	105.1730	3.46	0.0693
TÉCNICAS CIM ADESIVA	2	1560.586	780.2928	25.68	0.0000
CIMENTOS x TÉCNICAS	2	347.9856	173.9928	5.73	0.0061
Resíduo	45	1367.122	30.38049		

Coeficiente de Variação = 27,321

As médias da resistência de união em função das técnicas de cimentação adesiva e dos cimentos resinosos estão apresentadas na Tabela 8 e na Figura 29.

O teste de Tukey mostrou diferenças significativas entre as técnicas de cimentação adesiva e os cimentos resinosos ( $p<0,05$ ).

Nos grupos com o tratamento preconizado pelo fabricante [1 e 4], o Panavia F apresentou maior média de resistência de união que o cimento Unicem, com diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Os demais grupos [2 e 5] e [3 e 6] não apresentaram diferença estatisticamente significativa.

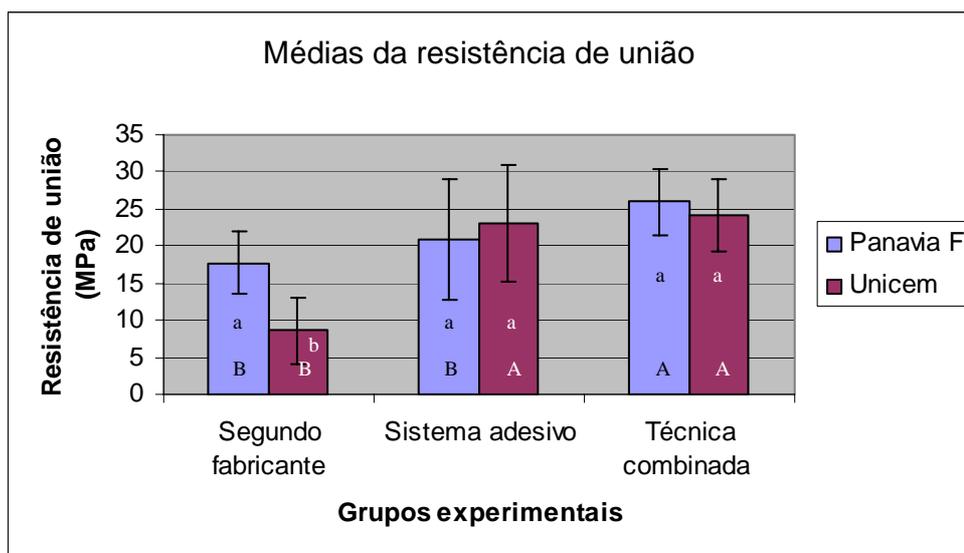
Para o cimento resinoso Panavia F, a técnica combinada do *resin coating* apresentou maior resistência de união em comparação aos grupos que utilizaram somente o sistema adesivo [2] e com o tratamento preconizado pelo fabricante [1], diferindo estatisticamente desses grupos.

Para o cimento resinoso Unicem, as técnicas combinada (grupo 6) e com o uso do sistema adesivo (grupo 5) apresentaram as maiores médias de resistência de união, sem diferença estatisticamente significativa entre elas; e diferindo estatisticamente da técnica com o tratamento preconizado pelo fabricante (grupo 4), que apresentou a menor média de resistência de união de todos os grupos.

**Tabela 8**  
**Médias da resistência de união em MPa, com desvio-padrão e teste de Tukey**

Cimentos resinosos	Técnicas de cimentação adesiva		
	Segundo fabricante	Sistema adesivo	Técnica combinada
Panavia F 2.0	[1] 17,67 ± 4,18 a B	[2] 20,95 ± 8,21 a B	[3] 25,93 ± 4,55 a A
RelyX Unicem	[4] 08,56 ± 4,48 b B	[5] 23,01 ± 7,86 a A	[6] 24,20 ± 4,82 a A

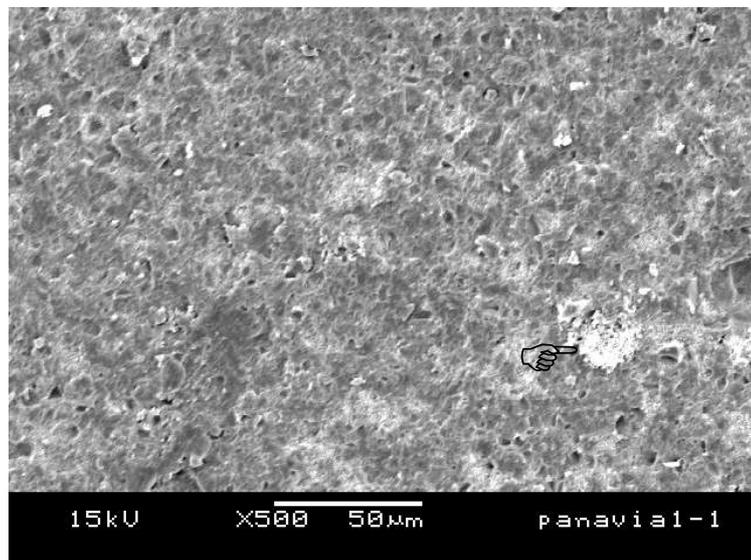
Médias seguidas por letras minúsculas distintas diferem entre si na mesma coluna ao nível de 5 % de significância  
Médias seguidas por letras maiúsculas distintas diferem entre si na mesma linha ao nível de 5 % de significância



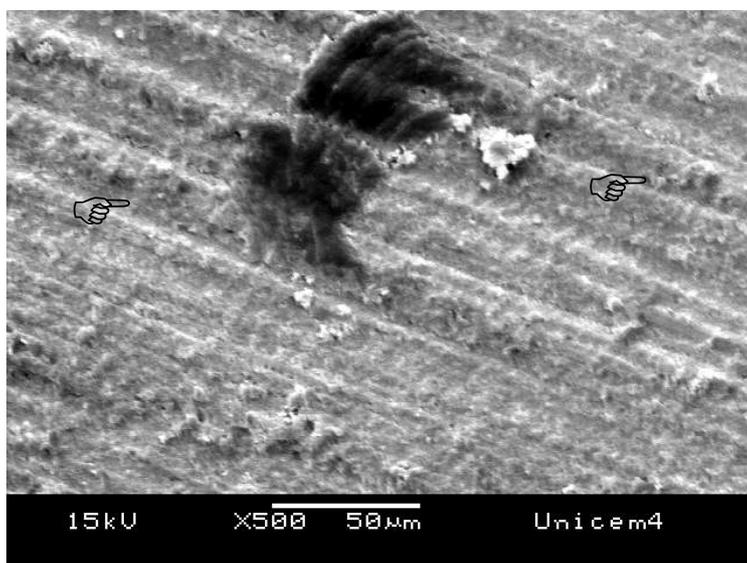
Letras minúsculas distintas diferem entre si usando o mesmo cimento resinoso ao nível de 5 % de significância  
Letras maiúsculas distintas diferem entre si usando diferentes cimentos resinosos ao nível de 5 % de significância

**Figura 29 - Gráfico de barras das médias da resistência de união em MPa, com desvio-padrão e teste de Tukey**

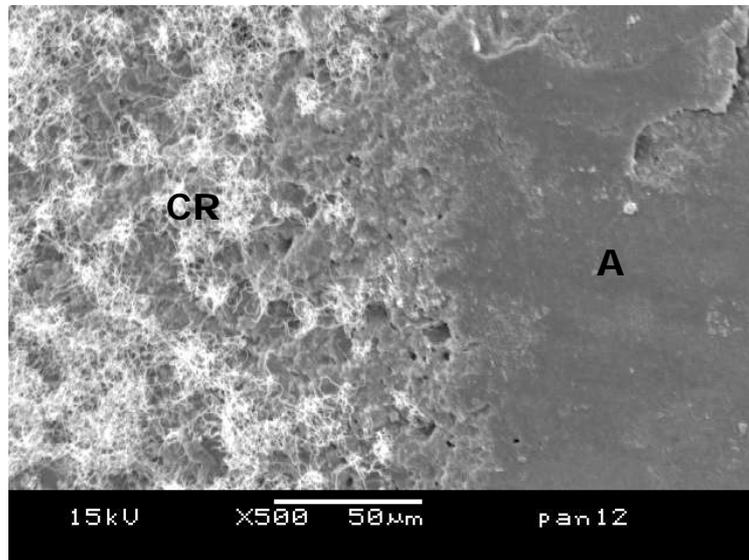
Os corpos-de-prova testados do grupo 1 (dentina tratada com ED Primer II) mostraram predominantemente fraturas adesivas na interface *primer-cimento* resinoso (Figura 30); enquanto que aqueles testados do grupo 4 (dentina sem tratamento) mostraram predominantemente fraturas na interface cimento resinoso-bloco de compósito indireto (Figura 31). O padrão de fratura predominante nos grupos que utilizaram somente o sistema adesivo [2 e 5] foi misto, com fraturas coesivas no sistema adesivo e coesivas no cimento resinoso (Figuras 32 a 34); e para os grupos 3 e 6 (que utilizaram a técnica combinada), o padrão de fratura foi misto, com fraturas coesivas no sistema adesivo, na resina de baixa viscosidade, no cimento resinoso e no compósito indireto (Figuras 35 a 39).



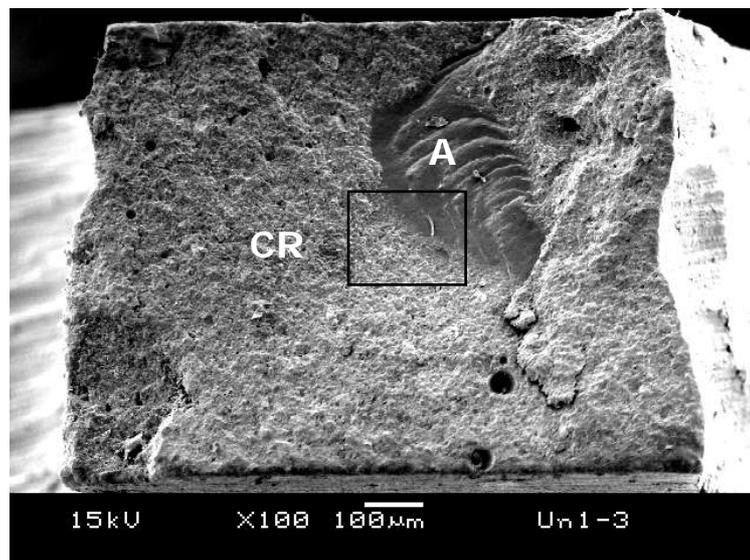
**Figura 30** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura (lado dentina) obtida após ensaio mecânico da dentina tratada segundo as orientações do fabricante, com ED Primer II mais o Panavia F (Grupo 1). As falhas foram predominantemente adesivas na interface *primer*-cimento resinoso. Notar a presença de uma pequena falha coesiva no cimento resinoso (☞).



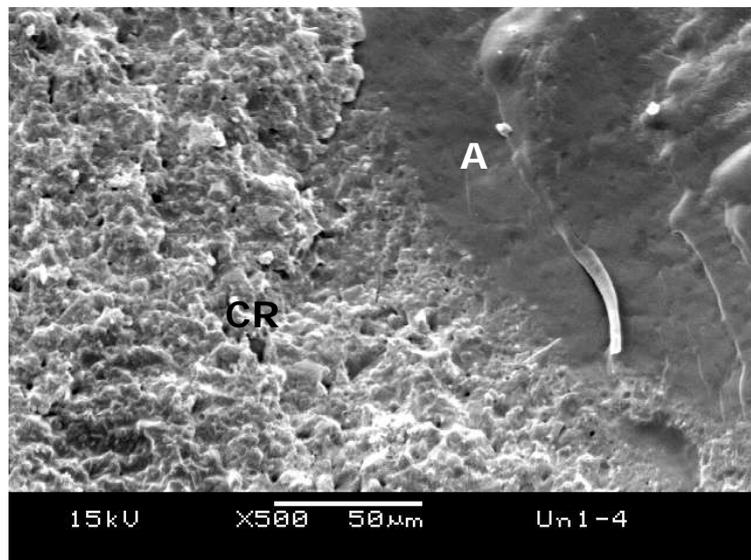
**Figura 31** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura (lado dentina) obtida após ensaio mecânico da dentina tratada segundo as orientações do fabricante (sem tratamento) para o RelyX Unicem (Grupo 4). Notar as ranhuras feitas pela lixa nº 600 no momento do preparo das amostras e sobre essa superfície a acomodação do cimento resinoso em função de seu tixotropismo (☞). As falhas foram predominantemente na interface cimento resinoso-bloco de compósito indireto.



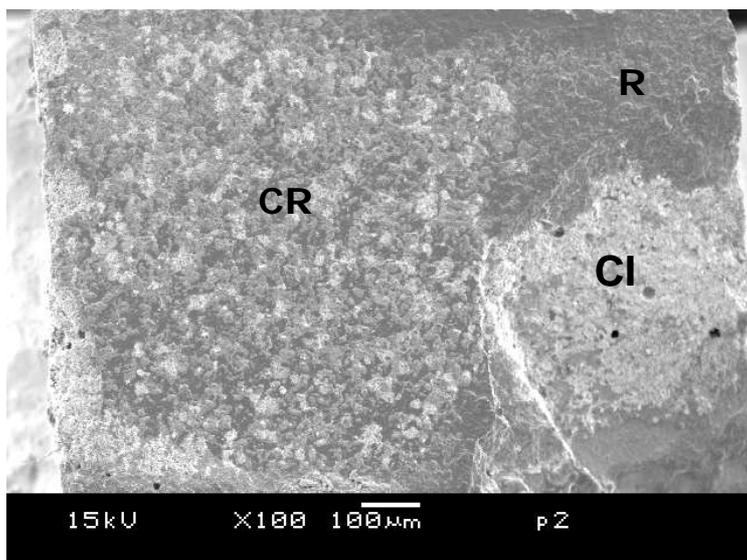
**Figura 32** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura (lado dentina) obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o tri-S Bond + Panavia F (Grupo 2). As falhas foram predominantemente mistas: coesivas no sistema adesivo (A) e coesivas no cimento resinoso (CR).



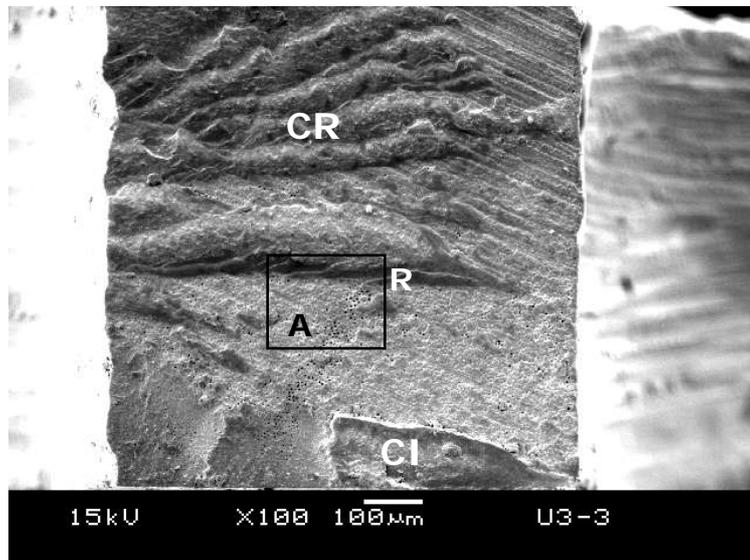
**Figura 33** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa (100X) do padrão de fratura (lado dentina) obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com o Single Bond Plus + RelyX Unicem (Grupo 5). As falhas foram predominantemente mistas: coesivas no sistema adesivo (A) e cimento resinoso (CR).



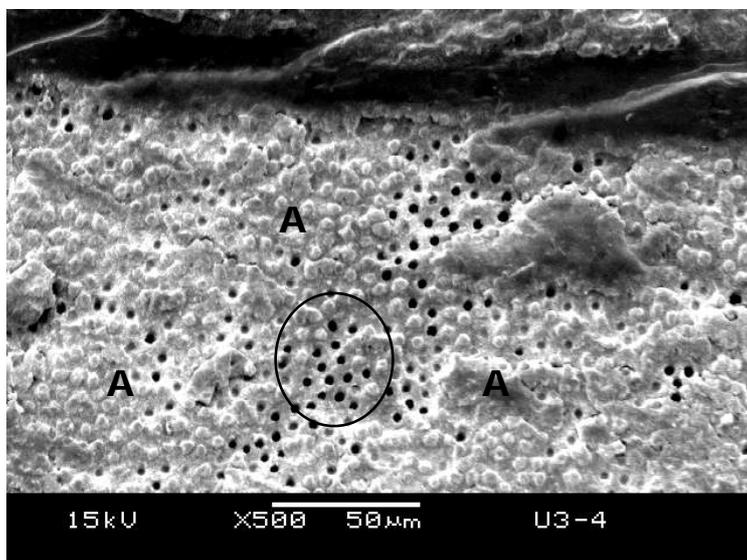
**Figura 34** - Detalhe da área selecionada, mostrando o padrão de fratura apresentado na Figura 33. Notar a transição entre a falha coesiva no sistema adesivo (A) e no cimento resinoso (CR) – (500X).



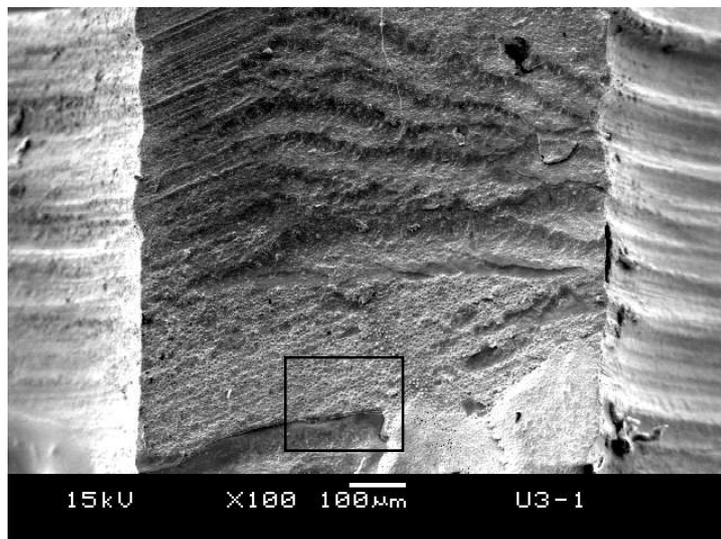
**Figura 35** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa do padrão de fratura (lado dentina) obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com a técnica combinada tri-S Bond + Clearfil Flow FX + Panavia F (Grupo 3). As falhas foram predominantemente mistas: coesivas na resina de baixa viscosidade (R), no cimento resinoso (CR), e no compósito indireto (CI).



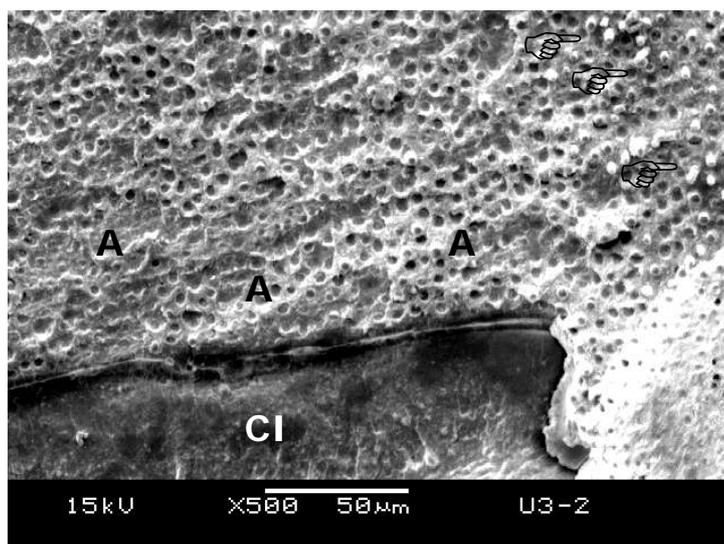
**Figura 36** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa (100X) do padrão de fratura (lado dentina) obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com a técnica combinada Single Bond Plus + Filtek Flow + RelyX Unicem (Grupo 6). As falhas foram predominantemente mistas: coesivas no sistema adesivo (A), na resina de baixa viscosidade (R), no cimento resinoso (CR), e no compósito indireto (CI).



**Figura 37** - Detalhe da área selecionada, mostrando o padrão de fratura apresentado na Figura 36. Notar que a maior parte da superfície permaneceu coberta pelo sistema adesivo (A). No entanto, prolongamentos de resina foram removidos dos túbulos dentinários em função do tipo do ensaio realizado ( ) – (500X).



**Figura 38** - Microscopia eletrônica de varredura ilustrativa (100X) do padrão de fratura (lado compósito indireto) obtida após ensaio mecânico da dentina tratada com a técnica combinada Single Bond Plus/Filtek Flow mais o RelyX Unicem (Grupo 6).



**Figura 39** - Detalhe da área selecionada, mostrando o padrão de fratura apresentado na Figura 38. Notar que a maior parte da superfície permaneceu coberta pelo sistema adesivo (A). No entanto, prolongamentos de resina foram removidos dos túbulos dentinários em função do tipo do ensaio realizado, evidenciando fratura coesiva da dentina e/ou da camada híbrida (☞).

## 6 DISCUSSÃO

As pesquisas laboratoriais e a maior demanda por tratamentos restauradores estéticos têm contribuído com a evolução dos materiais restauradores, especialmente no entendimento dos diferentes mecanismos de ação, vantagens e desvantagens do uso dos sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes. A evolução conjunta dos compósitos restauradores, cerâmicas odontológicas e cimentos resinosos tem estimulado os cirurgiões-dentistas a realizar diversos tipos de tratamento, que envolvem diferentes materiais, técnicas restauradoras e de cimentação adesiva.

Muitos estudos têm sido realizados sobre a resistência de união de sistemas adesivos aos substratos dentais, sobre materiais que reconstroem toda ou parte da estrutura dental, e sobre os efeitos do tratamento da dentina com produtos que tenham a capacidade de proteger o complexo dentino-pulpar previamente à confecção de restaurações diretas ou indiretas, como é o caso das resinas de baixa viscosidade na técnica do *resin coating*. E a atenção dispensada por fabricantes e pesquisadores caminha no sentido de viabilizar alternativas restauradoras minimamente invasivas, que tenham grande durabilidade e contribuam com o conceito atual de promoção de saúde.

Estudos *in vitro* e *in vivo*, no entanto, têm indicado que a resistência de união e a qualidade do selamento produzido pelos sistemas adesivos ao substrato dentinário decrescem com o tempo (Sano *et al.*, 1999; Hashimoto *et al.*, 2000; Giannini *et al.*, 2003; Reis *et al.*, 2004).

No **Estudo 1**, o desempenho dos sistemas adesivos também foi de redução na resistência de união para a maioria dos adesivos avaliados após um ano de armazenamento em água. O principal mecanismo que contribui para os menores valores médios de resistência de união está relacionado à degradação hidrolítica dos polímeros adesivos com o passar do tempo. Esta degradação tem aumentado nas técnicas de união simplificadas, nas quais se inserem os agentes de união mais hidrófilos (Tay & Pashley, 2003; De Munck *et al.*, 2005). A

simplificação dos procedimentos de união tem sido uma tendência da Odontologia Restauradora, e os sistemas adesivos de um frasco, precedidos pelo condicionamento com ácido fosfórico, assim como os adesivos autocondicionantes de um passo (*all-in-one*), representam essa categoria (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Os sistemas adesivos autocondicionantes OptiBond Solo Plus SE, Clearfil SE Bond e UniFil Bond, que compreendem a aplicação de um *primer* ácido e uma resina adesiva hidrófoba (2 passos), produziram os maiores valores médios de resistência de união para uma semana e para um ano de armazenamento em água. Uma revisão crítica da durabilidade da união aos tecidos dentais examinou o processo de degradação dos agentes de união com o passar do tempo e concluiu que os adesivos autocondicionantes de dois passos e os convencionais de três passos são sistemas adesivos mais eficientes, em termos de durabilidade; em função dos componentes hidrófilos e hidrófobos desses produtos apresentarem-se em frascos separados (De Munck *et al.*, 2005).

Os resultados do **Estudo 1** confirmaram o melhor desempenho dos adesivos autocondicionantes de dois passos quando comparado aos sistemas adesivos dentinários simplificados. A resina adesiva hidrófoba pode ter permitido um aumento no grau de conversão e redução das características hidrófilas dos adesivos, em concordância com os achados de Tay & Pashley (2003).

Os adesivos de um passo são sistemas mais hidrófilos e formam uma camada híbrida mais permeável à água. A camada híbrida formada exhibe canais microscópicos preenchidos por água e permite o movimento da água nessa camada formada entre o adesivo e o compósito (Tay *et al.*, 2002; Carvalho *et al.*, 2004b). Clinicamente, não é fácil remover a água dessas soluções adesivas. Além disso, a água pode difundir-se da própria dentina e do meio oral para as resinas adesivas hidrófilas, uma vez que essas resinas atraem água (Pashley *et al.*, 1998; Burrow *et al.*, 1999; Pashley *et al.*, 2002). Então, o aumento da concentração de monômeros resinosos hidrófilos na composição dos adesivos autocondicionantes de um passo poderia prejudicar e comprometer a durabilidade da união resina-dentina (Ferrari & Tay, 2003).

O sistema Tyrian SPE + One-Step Plus é considerado um adesivo de dois passos, no entanto, sua resistência de união foi similar àqueles de um passo. O seu *primer* é considerado forte, com um pH baixo (0,5). Além disso, a hidrofiliabilidade aumenta pela aplicação do One-Step Plus, que contém HEMA e acetona, ao invés de uma resina adesiva puramente hidrófoba. A hidrofiliabilidade do adesivo resulta em maior sorção de água, diminuindo a estabilidade hidrolítica (Tanaka *et al.*, 1999; Mortier *et al.*, 2004). A falta do material hidrófobo sobre a dentina que recebeu inicialmente o *primer* ácido nas interfaces unidas da resina-dentina com o Tyrian SPE + One-Step Plus (Figura 13) pode ser a razão para os baixos resultados de resistência de união com o passar do tempo (Tay *et al.*, 2002; Tay & Pashley, 2003; Chersoni *et al.*, 2004; Yiu *et al.*, 2004).

O aumento na concentração de monômeros mais ácidos nos sistemas autocondicionantes é requerido para condicionar através da *smear layer* a superfície da dentina (Tay *et al.*, 2000). A água é necessária para prover um meio para ionização e ação desses monômeros resinosos. O monômero HEMA é adicionado porque a maioria dos monômeros apresentam baixa solubilidade em água. E outros monômeros bi ou multifuncionais são importantes para fornecer resistência às cadeias cruzadas das matrizes poliméricas formadas (Nakabayashi & Pashley, 1998). A ionização reduz o pH do adesivo e dependendo da concentração desses monômeros hidrófilos, uma solução adesiva com maior capacidade de desmineralização pode ser obtida (Tay & Pashley, 2001; Tay & Pashley, 2003). Então, a prematura degradação da união resina-dentina é agravada pelo aumento da concentração de monômeros hidrófilos mais ácidos nos sistemas adesivos autocondicionantes de um passo (Yiu *et al.*, 2004; Van Landuyt *et al.*, 2005).

Estudos têm mostrado que versões mais suaves de adesivos autocondicionantes apresentam pH apropriado, promovendo maior durabilidade da união em longo prazo. Como apresentam capacidade de desmineralizar a dentina e infiltrar o monômero adesivo, os adesivos autocondicionantes classificados como

suaves parecem ser uma opção apropriada para o uso clínico (Tay & Pashley, 2001; De Munck *et al.*, 2005).

No **Estudo 1**, os resultados indicaram que um ano de armazenamento em água destilada não mudou a resistência de união do sistema adesivo autocondicionante One-Up Bond F (1 semana =  $22,87 \pm 2,79$  MPa / 1 ano =  $22,52 \pm 8,11$  MPa). O pH deste material (2,6) chega perto da acidez ideal e da agressividade recomendada para condicionamento. Apesar do One-Up Bond F ser um adesivo simplificado, a estabilidade da resistência de união pode ser relacionada com a baixa agressividade do condicionamento e da baixa constante de dissociação ácida (Tay & Pashley, 2001).

O sistema adesivo Single Bond é uma combinação de um *primer* hidrófilo, resinas adesivas hidrófobas e solvente orgânico em uma solução adesiva, todavia, com um passo separado prévio de um condicionador com ácido fosfórico (Eick *et al.*, 1997; Vargas *et al.*, 1997). Apesar de esse adesivo convencional ter mostrado resistência de união inicial maior, após um ano de armazenamento em água a resistência de união foi também reduzida. Isso se deve à dificuldade dos sistemas adesivos convencionais de dois passos em infiltrar completamente a malha de colágeno e à volatilização de todo solvente residual, nesse caso o etanol (Reis *et al.*, 2003a; Reis *et al.*, 2004).

O Single Bond foi incluído no **Estudo 1** para ser comparado com o desempenho dos sistemas adesivos autocondicionantes. Todavia, os resultados mostraram que independentemente da categoria dos agentes de união dentinária, o armazenamento em água afetou a resistência de união em todas as categorias.

Para a maioria dos sistemas adesivos, a resistência de união inicial (7 dias) mostrou valores aceitáveis. Apesar de existirem pequenas questões a respeito da eficácia adesiva inicial (Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005), existe uma preocupação maior no que diz respeito à longevidade da união resina-dentina; especialmente para a durabilidade de restaurações adesivas

estéticas unidas com os sistemas adesivos simplificados ou que apresentam as fases hidrófilas e hidrófobas em um passo clínico.

Para o **Estudo 2** foi focado o uso dos compósitos restauradores como núcleos de preenchimento previamente à confecção e cimentação de restaurações indiretas.

Entre os compósitos restauradores e os cimentos resinosos existe a possibilidade da união micromecânica e da interação química. A união micromecânica do cimento resinoso na superfície rugosa de um compósito polimerizado é possível, embora alguns estudos menos recentes tenham demonstrado que o abrasionamento das amostras não resultou em diferenças significativas na resistência de união (Boyer *et al.*, 1984; Pounder *et al.*, 1987). A razão para essa afirmação é que o abrasionamento poderia gerar fragmentos do compósito que seriam difíceis de remover e poderiam interferir na união. Atualmente, diferentes técnicas podem ser utilizadas para tratar a superfície dos compósitos antes dos procedimentos restauradores, como a silanização ou o jateamento com óxido de alumínio. Apesar de essas técnicas poderem influenciar a resistência de união, tem sido estabelecido que o abrasionamento da superfície do compósito, mais o uso de um sistema adesivo, produzem resistência de união aceitável para esses procedimentos (Soares *et al.*, 2005). No **Estudo 2**, as superfícies dos blocos foram abrasionadas com lixas de carbetto de silício nº 600.

Três mecanismos de interação química são possíveis para a união dos cimentos resinosos aos blocos de compósitos, em concordância com os achados de Teixeira *et al.*, 2005: (1) adesão entre sistemas adesivos e matrizes poliméricas, tanto dos compósitos como dos cimentos resinosos; (2) adesão entre sistemas adesivos e superfícies de partículas expostas de ambos; (3) formação de um microemaranhado das cadeias poliméricas dos sistemas adesivos com as matrizes poliméricas de ambos. Esse último mecanismo provavelmente dominaria e poderia produzir a maior contribuição no que se refere a uma aceitável resistência de união.

Uma vez feita a fotoativação dos adesivos sobre os blocos de compósitos, novas matrizes poliméricas formadas poderiam tornar-se emaranhadas com as matrizes poliméricas dos cimentos resinosos. No entanto, a habilidade dos monômeros e solventes de penetrar nas irregularidades das superfícies dos blocos de compósitos depende da afinidade química dos materiais e o grau de hidratação dos blocos (Crumpler *et al.*, 1989). Muitos compósitos são hidrófobos por natureza, mas podem conter alguma água absorvida que poderia aumentar a penetração dos sistemas adesivos hidrófilos.

No **Estudo 2**, os blocos de compósitos foram preparados sob refrigeração, mas posteriormente conservados secos. Esse detalhe pode ter resultado no menor valor médio de resistência de união apresentado pelo grupo 1, em relação ao grupo 3, com diferença estatisticamente significativa. Para o grupo 1, os componentes hidrófilos da composição do adesivo (Single Bond) podem ter resultado em união menos efetiva do bloco com o cimento resinoso RelyX ARC (Figura 18), quando comparado ao grupo 3, que utilizou o adesivo do Clearfil SE Bond (Figura 20). Esse último também apresenta componentes hidrófilos em sua composição, mas predominam as suas características hidrófobas. Outro fator que justifica o maior valor médio de resistência de união para o grupo 3, é que os adesivos de baixa viscosidade têm sido demonstrados como produtos que têm alta capacidade de molhamento das superfícies, favorecendo assim melhor interação com a matriz orgânica dos compósitos (Lucena-Martin *et al.*, 2001). No entanto, isso não ocorreu em relação aos grupos que utilizaram o cimento resinoso Panavia F (2 e 4), que não apresentaram diferença estatisticamente significativa. Provavelmente a composição do cimento Panavia F apresentou maior afinidade química com ambos os adesivos utilizados (Figuras 19 e 21).

Nem todos os compósitos são iguais em sua habilidade de unir a outros materiais. Teixeira *et al.* (2005), por exemplo, citam que baixos valores médios de resistência de união ao cisalhamento foram observados com o uso do compósito Z100 (3M ESPE). Matrizes altamente hidrófobas, avançadas conversões de

monômeros a polímeros, e formulações que contenham grande proporção de partículas de carga em peso nos compósitos podem desencorajar oportunidades para penetração dos sistemas adesivos nos substratos (compósitos); e normalmente ocorre somente uma interação superficial com a matriz exposta. Embora tenha sido mostrado que diferentes monômeros ou misturas de monômeros sejam responsáveis pelo grau de conversão nos materiais resinosos, a maioria dos produtos utilizados atualmente apresenta composição de monômeros similares, com a presença do Bis-GMA (Eick *et al.*, 2005).

Dessa forma, é difícil determinar quanto a composição dos materiais possa interferir nos resultados deste estudo. No entanto, especula-se que os efeitos do emaranhado micromecânico entre as matrizes dos compósitos e dos cimentos resinosos com os adesivos podem ser a razão mais aceitável para os valores de resistência de união encontrados; assim como deveria ser dada preferência por adesivos de característica hidrófoba quando o substrato dentina não estivesse envolvido previamente por procedimentos de cimentação adesiva.

Como mencionado anteriormente, a introdução no mercado dos sistemas adesivos autocondicionantes representa um passo lógico na evolução da Odontologia Adesiva. São produtos de um ou dois passos clínicos, sendo que ambos contêm elevada concentração de monômeros resinosos mais ácidos que são capazes de condicionar através da *smear layer* e formar a camada híbrida (De Munck *et al.*, 2005a). Exemplos desses materiais são o Adper Prompt L-Pop e o Clearfil SE Bond, que foram utilizados no **Estudo 3**.

Interações adversas entre o componente catalisador (amina terciária) de compósitos restauradores colocados sobre camadas adesivas com monômeros mais ácidos não polimerizados têm sido previamente descritas (Sanares *et al.*, 2001; TAY *et al.*, 2001b) e podem comprometer a longevidade da união. A presença de monômeros resinosos residuais mais ácidos na superfície da união ocorre devido à habilidade do oxigênio em quelar radicais livres, inibindo a polimerização do adesivo da camada superficial em contato com o oxigênio da atmosfera (Ruyter, 1981; Rueggeberg & Margenson, 1990). Existe, então, a

possibilidade dessa camada de adesivo inibida pelo oxigênio interferir com a cobertura feita pelo material posteriormente aplicado.

Clinicamente, estas interações podem ocorrer se sistemas adesivos com baixo pH forem utilizados antes de compósitos quimicamente ativados ou se a ativação dos compósitos fotoativados for atrasada (Giannini *et al.*, 2004); podendo essa última situação acontecer, por exemplo, quando o profissional realiza procedimentos mais detalhados de escultura antes da fotoativação do compósito. Para evitar o contato entre os monômeros mais ácidos não polimerizados, e para prevenir interações adversas, Tay *et al.* (2001b) sugeriram a aplicação de uma camada intermediária como um adesivo fluido (*bond*) sem partículas. No **Estudo 3** foram utilizadas duas resinas de baixa viscosidade sobre a dentina hibridizada: o Filtek Flow e o Protect Liner F, com a finalidade de evitar os problemas de reações químicas adversas.

Sanares *et al.* (2001) relataram uma relação inversa entre a acidez de adesivos de um só frasco com a resistência de união, obtida quando do uso com compósitos quimicamente polimerizados. Isso também foi confirmado no **Estudo 3**, quando da utilização com cimentos resinosos de dupla ativação.

Os grupos 1 e 2 que utilizaram o sistema adesivo Single Bond (pH=4,7) apresentaram os maiores valores numéricos de resistência de união, mas sem diferença estatisticamente significativa em comparação aos grupos do adesivo Clearfil SE Bond (de 7 a 10). Os resultados não diferiram estatisticamente em função do adesivo do Clearfil SE Bond não ser tão ácido (pH=2,8).

O Single Bond é um adesivo convencional que utiliza previamente o condicionamento com ácido fosfórico, enxágüe com água, leve secagem e aplicação do produto que combina em um só frasco componentes hidrófilos e hidrófobos. Ocorre o processo de remoção e reposição de minerais dos tecidos dentais duros por monômeros resinosos, que, após fotoativados, promovem união micromecânica. Esse mecanismo de ação inicialmente preconizado por Nakabayashi *et al.* (1982) é comumente conhecido como hibridização. Embora as vantagens e desvantagens da utilização dos adesivos convencionais sejam

conhecidas, o Single Bond apresenta na sua composição um co-polímero do ácido polialcenóico, que teria a possibilidade de promover uma interação química com o substrato dental (Hashimoto *et al.*, 2002a); apesar desse mecanismo não estar devidamente esclarecido na literatura. Para os grupos com Single Bond (1 e 2), quando da utilização do cimento resinoso RelyX ARC com e sem fotoativação, a fratura foi complexa e mista (Figura 24).

No entanto, nos grupos 5 e 6 que utilizaram o adesivo Adper Prompt L-Pop (pH 0,8) mais a aplicação do cimento resinoso RelyX ARC, houve diferença estatisticamente significativa em relação a todos os demais grupos com ou sem fotoativação, e observadas as menores médias de resistência de união. O Adper Prompt L-Pop é um adesivo de um passo clínico que contém água para ionizar os componentes ácidos e permitir a desmineralização e penetração dos monômeros. No entanto, é difícil remover a água do adesivo antes de fotoativá-lo. Essa água que permanece inibe a polimerização do adesivo e fica na camada híbrida mesmo após a fotoativação. Conseqüentemente, a camada híbrida formada é permeável ao movimento de água, e a camada inibida pela presença do oxigênio pode conter água e monômeros. Por causa desses componentes e da baixa taxa de polimerização do cimento resinoso (Tay *et al.*, 2003c), em função da acidez dos monômeros, a água pode difundir-se na interface adesivo-cimento resinoso. Tay *et al.* (2001b) afirmaram que alguns componentes na camada inibida pelo oxigênio dos adesivos de um passo afetam a polimerização dos compósitos fotoativados, e que a magnitude dessa interação aumenta com o tempo; o que pode, por extensão, também ocorrer com os cimentos resinosos de dupla ativação. Além disso, a camada híbrida necessita uma espessura mínima para que haja uma adequada polimerização (Unterbrink & Liebenberg, 1999).

Parte dos problemas relacionados ao Adper Prompt L-Pop pode ter sido solucionada com a introdução no mercado do seu sucessor, o Adper Prompt, que apresenta maior quantidade de metacrilatos menos ácidos que proporciona uma camada híbrida mais espessa e mais uniforme (De Munck *et al.*, 2005b).

Para o grupo 5 (com fotoativação), as fraturas foram coesivas no cimento resinoso, e os espaços vazios globulares observados na Figura 23 podem representar a água encapsulada e presa na interface com o cimento resinoso. No grupo 6 (sem fotoativação), as falhas foram adesivas na interface adesivo-cimento, pois não houve polimerização do cimento resinoso (resistência de união nula para todos os corpos-de-prova). Isso se deve à maior acidez do adesivo (pH 0,8) que resultou na incompatibilidade com o cimento resinoso de dupla ativação RelyX ARC. A interação entre os monômeros mais ácidos do adesivo e as aminas terciárias básicas do cimento resinoso resultou no consumo parcial das aminas nas reações ácido-base, privando-as de sua capacidade de gerar radicais livres nas subseqüentes reações redox (Tay *et al.*, 2003a). Na Figura 25 observa-se o cimento resinoso sem a devida polimerização química sobre a camada híbrida, que se apresenta formada pela presença dos prolongamentos do adesivo nos túbulos dentinários.

Quando foi utilizado o adesivo Clearfil SE Bond e o cimento Panavia F com fotoativação (grupo 9), obteve-se um alto valor médio de resistência de união. Foram observadas fraturas mistas, com predominância de fraturas coesivas no topo da camada híbrida e coesivas no cimento resinoso. Em relação ao adesivo, um fator importante que justifica essa resistência de união está relacionado à composição do produto, que tem frascos diferentes para o *primer* (fase hidrófila) e para o adesivo (fase hidrófoba), funcionando esse último como um selante da interface (Tay & Pashley, 2003a). Também a presença no *primer* e adesivo do 10-MDP resulta em alta adesão à hidroxapatita (Yoshida *et al.*, 2004), contribuindo adicionalmente à hibridização micromecânica. Com relação ao cimento resinoso Panavia F, este contém sulfonato aromático de sódio na pasta Universal que assegura ótima polimerização do cimento em meio ácido (Carvalho *et al.*, 2004a).

No entanto, para o grupo 10 (Panavia F sem fotoativação), houve diferença estatisticamente significativa em relação ao grupo 9. Isso se deve ao fato de os monômeros ácidos presentes no adesivo que esteve em contato com o cimento resinoso reduzirem a taxa e extensão da polimerização na área de união,

pronunciadamente para os produtos quimicamente ativados (Tay *et al.*, 2003c). Aparentemente, a água presente nos adesivos compromete suas propriedades mecânicas devido à plastificação ou aumento da flexibilidade das moléculas poliméricas, resultando em uma camada adesiva mais frágil e com menores valores médios de resistência de união (Carrilho *et al.*, 2004). Para esse grupo, as fraturas foram predominantemente mistas (Figura 26).

Os sistemas adesivos Adper Prompt L-Pop e Clearfil SE Bond apresentaram maiores médias de resistência de união quando foram utilizados com as resinas de baixa viscosidade e fotoativação dos cimentos resinosos (grupo 3 - aplicação do Adper Prompt L-Pop + Filtek Flow + RelyX ARC com fotoativação; e grupo 7 - aplicação do Clearfil SE Bond + Protect Liner F + Panavia F com fotoativação). No entanto, houve diferença estatisticamente significativa para as mesmas técnicas restauradoras sem fotoativação, que resultou em menores valores médios de resistência de união (grupo 4 - aplicação do Adper Prompt L-Pop + Filtek Flow + RelyX ARC sem fotoativação; e grupo 8 - aplicação do Clearfil SE Bond + Protect Liner F + Panavia F sem fotoativação). A aplicação das resinas de baixa viscosidade eliminou a incompatibilidade entre os materiais, evitou a formação de uma interface de união fragilizada, e preservou a interface de união com a dentina, como previamente descrito por Montes *et al.* (2001), Reis *et al.* (2003) e Giannini *et al.* (2004).

O padrão de fratura apresentado justifica o uso da resina de baixa viscosidade, visto que a falha ocorreu principalmente na interface resina de baixa viscosidade-cimento e não na interface dentina-resina de baixa viscosidade. Nos grupos 4 e 8 (sem fotoativação do cimento resinoso) as fraturas foram mistas, com predominância de fraturas coesivas na resina de baixa viscosidade (Figuras 27 e 28). Para esses grupos (4 e 8), em concordância com os achados de Giannini *et al.* (2004), a inadequada polimerização do cimento resinoso pode resultar em fratura na base do cilindro de cimento resinoso e próximo da resina de baixa viscosidade. Tanto no grupo 3 como no grupo 7 (com fotoativação do cimento resinoso), que utilizaram as resinas de baixa viscosidade, as fraturas foram mistas, com

predominância de fraturas coesivas no cimento. A maior parte da superfície dentinária permaneceu protegida pela resina de baixa viscosidade, que justifica a proteção que esse produto promove sobre a dentina hibridizada. Assim, é possível ratificar a importância do uso da fotoativação para os cimentos de dupla ativação; assim como o uso das resinas de baixa viscosidade sobre alguns sistemas adesivos, especialmente aqueles com pH mais ácido.

A técnica do *resin coating* possibilita a proteção da dentina exposta imediatamente após o preparo, resultando em uma boa adaptação marginal e interfacial (Nikaido *et al.*, 1992; Otsuki *et al.*, 1993). Essa técnica também melhora a durabilidade das restaurações indiretas em longo prazo (Kitasako *et al.*, 2002; Nikaido *et al.*, 2003), por aumentar a resistência de união de cimentos resinosos à dentina (Jayasooriya *et al.*, 2003a).

No estudo do **Estudo 4**, foram utilizados dois sistemas adesivos, sendo um autocondicionante (um passo clínico) e um convencional (dois passos clínicos). O adesivo do tipo *all-in-one* tri-S Bond foi utilizado em dentina seca, quando o condicionamento ocorre simultaneamente com a impregnação dos componentes no substrato. Por outro lado, o adesivo Single Bond Plus requer o condicionamento com ácido fosfórico, seguido da aplicação do produto na dentina desmineralizada e umedecida. Duas resinas microparticuladas de baixa viscosidade foram utilizadas nos grupos 3 e 6: o Clearfil Flow FX e o Filtek Flow, respectivamente.

Estudos anteriores mostraram que a aplicação de resinas de baixa viscosidade sobre a camada híbrida determina um perfeito selamento das margens em restaurações diretas (Belli *et al.*, 2001); e age como uma camada elástica que pode absorver parte do estresse resultante da contração de polimerização do cimento (Labella *et al.*, 1999; Montes *et al.*, 2001; Jayasooriya *et al.*, 2003b).

Exceto para o cimento resinoso autocondicionante RelyX Unicem, que não requer pré-tratamento das estruturas dentais, os cimentos à base de resina tradicionalmente requerem conjuntamente o uso dos sistemas adesivos, podendo

ser autocondicionantes ou convencionais (Soares *et al.*, 2005). Similarmente aos adesivos autocondicionantes largamente utilizados nas restaurações diretas, *primers* autocondicionantes são fabricados exclusivamente para o uso com cimentos resinosos e podem ser classificados em sistemas de um passo ou dois passos. O Panavia F 2.0 é um exemplo de um cimento resinoso onde é feita a aplicação em esmalte e dentina previamente preparados pelo ED Primer II, sem uma camada adicional de *resin coating* (Carvalho *et al.*, 2004a).

Para o Panavia F 2.0, a aplicação do cimento segundo as orientações do fabricante (com a aplicação prévia do ED Primer II) ou com a aplicação do tri-S Bond resultou em valores médios de resistência de união à microtração sem diferença estatisticamente significativa. No entanto, a aplicação da técnica combinada do adesivo mais Clearfil Flow FX resultou em aumento na resistência de união para o grupo 3, com diferença estatisticamente significativa em relação aos outros dois grupos do Panavia F 2.0; dado esse que enfatiza a necessidade do uso do *resin coating* para esse produto. A cobertura do adesivo com a resina de baixa viscosidade aumentou a resistência de união, segundo os achados de Sanares *et al.* (2001) e Giannini *et al.* (2004), além de melhorar o grau de polimerização do adesivo e evitar os problemas de incompatibilidade química entre o adesivo e o cimento resinoso. O adesivo não polimerizado da camada inibida pelo oxigênio pode subsequente se polimerizar com a difusão dos radicais livres da resina de baixa viscosidade (Rueggeberg & Margeson, 1990). Ainda o baixo módulo de elasticidade da resina Clearfil Flow FX pode atuar como uma camada elástica que alivia a contração de polimerização do cimento resinoso (Montes *et al.*, 2001; Jayasooriya *et al.*, 2003b). A associação desses fatores pode ter contribuído significativamente com os valores numéricos observados de médias de resistência de união, e as fraturas foram predominantemente na interface resina-cimento ou coesivas no cimento (Figura 35).

Entre o grupo 1, que seguiu as orientações do fabricante (com o uso do ED Primer II), e aquele que usou o tri-S Bond (grupo 2), o primeiro apresentou médias inferiores, porém sem diferença estatisticamente significativa.

Desenvolvido para uso conjunto ao sistema de cimentação Panavia F 2.0 com dupla ativação, o ED Primer II contém em sua composição sais sulfonato aromáticos, que são excelentes agentes redutores para o oxigênio contido na camada adesiva, e assegura que uma boa polimerização do Panavia F 2.0 ocorra em meio ácido (Carvalho *et al.*, 2004a). Conseqüentemente, a concentração de monômeros residuais é reduzida, resultando em maior grau de conversão do cimento resinoso e maior durabilidade do material.

Em relação ao adesivo tri-S Bond, ele contém em sua composição o Bis-GMA e dimetacrilato hidrófobos, que podem ter resultado em maior interação com o cimento Panavia F 2.0, visto que esses monômeros hidrófobos não estão contidos na composição do ED Primer II. Os resultados podem também ser a consequência de menor interação do ED Primer II com o substrato dentinário quando comparado ao tri-S Bond, devido a seu menor potencial de condicionamento (pH=3 misturado), comparado ao pH=2 do adesivo tri-S Bond. O ED Primer II, sendo menos agressivo que o tri-S Bond, não tem a capacidade de dissolver a *smear layer*, para permitir maior penetração do cimento Panavia F 2.0, em concordância com os achados de El Zohairy *et al.* (2005) e Duarte *et al.* (2006). No entanto, o ED Primer II apresenta a vantagem de ser um adesivo quimicamente polimerizável. Para o grupo 2, a análise em microscopia eletrônica de varredura mostrou predominantemente fraturas coesivas no adesivo e no cimento resinoso (Figura 32); e para o grupo 1, as fraturas foram predominantemente na interface *primer*-cimento resinoso (Figura 30).

No **Estudo 4**, a efetividade da união do cimento resinoso RelyX Unicem com uma aplicação simplificada foi comparada com aquela de um cimento resinoso convencional (Panavia F 2.0). O valor médio de resistência de união à microtração obtido para o RelyX Unicem (segundo as orientações do fabricante) foi inferior e diferiu estatisticamente para as demais técnicas usando o mesmo cimento, e também quando utilizado o cimento Panavia F 2.0 seguindo as orientações do fabricante. Embora o pH do Unicem misturado seja baixo (<2 durante o primeiro minuto, segundo o fabricante), nos achados de De Munck

*et al.* (2004), nos quais utilizaram microscopia eletrônica de transmissão, não foi observado desmineralização da dentina. Isso é devido à alta viscosidade do material e tempo limitado de penetração na dentina e interação com a mesma, pois o material foi fotoativado logo após a aplicação. No entanto, as propriedades tixotrópicas desse cimento podem explicar a sua boa adaptação quando aplicado sob pressão, dado clinicamente relevante, pois normalmente as restaurações indiretas são cimentadas dessa forma (coroas, *inlays*, *onlays* e laminados). Esse fator justifica o valor médio de resistência de união obtido, uma vez que sem o tixotropismo apresentado pelo produto, provavelmente a resistência de união seria menor. O mecanismo de ação do RelyX Unicem é diferente, quando se compara aos sistemas adesivos autocondicionantes. Ocorre interação química do material com a superfície da dentina, não havendo formação da região de interdifusão e penetração do material no substrato.

No grupo 4, a Figura 31 mostra as ranhuras feitas pela lixa nº 600 no momento do preparo das amostras e sobre essa superfície são encontrados remanescentes do cimento resinoso; e as fraturas foram predominantemente na interface cimento resinoso-bloco de compósito indireto. No grupo 5, que utilizou somente o sistema adesivo Single Bond Plus, e no grupo 6 que utilizou o Single Bond Plus + Filtek Flow, os valores médios de resistência de união foram maiores e sem diferença estatisticamente significativa entre eles. Isso se deve à boa compatibilidade demonstrada entre o RelyX Unicem, o adesivo Single Bond Plus e a resina de baixa viscosidade Filtek Flow, comprovada pelos valores de resistência de união. No entanto, a resina de baixa viscosidade Filtek Flow não fez efeito, pois o adesivo Single Bond Plus não é tão ácido (pH=4,7); podendo-se afirmar que ao menos é necessário a aplicação de um sistema adesivo (como o Single Bond Plus) previamente ao uso do cimento resinoso RelyX Unicem.

O padrão de fratura predominante nos grupos 5 e 6 foi misto. Para o grupo 5, as fraturas foram coesivas no sistema adesivo e coesivas no cimento resinoso (Figuras 33 e 34); e para o grupo 6, as fraturas foram coesivas no

sistema adesivo, na resina de baixa viscosidade, no cimento resinoso e no compósito indireto (Figuras 36 a 39).

Os dados apresentados são de relevância clínica, pois a correta seleção dos materiais empregados em cimentações adesivas pode resultar na longevidade dos procedimentos realizados. No **Estudo 4**, pode-se observar que a aplicação do sistema adesivo Single Bond Plus aumentou a resistência de união para o cimento RelyX Unicem; enquanto que o uso do *resin coating* aumentou a resistência de união para o cimento Panavia F 2.0.

## 7 CONCLUSÕES

De acordo com os dados obtidos e com a análise estatística aplicada aos resultados, pode-se concluir que:

- 1) Exceto o adesivo One-Up Bond F, todos os demais sistemas adesivos tiveram redução na resistência de união após um ano de armazenamento em água;
- 2) Em reconstruções morfológicas, o uso de um adesivo hidrófobo sobre o compósito restaurador é necessário quando for aplicado o cimento resinoso;
- 3) Nas cimentações adesivas, a fotoativação do cimento resinoso resultou em maior resistência de união. A aplicação de uma resina de baixa viscosidade aumentou a resistência de união apenas para o sistema adesivo Adper Prompt L-Pop;
- 4) Nas técnicas propostas de cimentação adesiva, a aplicação do sistema adesivo aumentou a resistência de união para o cimento resinoso RelyX Unicem, enquanto o *resin coating* aumentou a resistência de união para o cimento resinoso Panavia F 2.0.

## REFERÊNCIAS\*

Agee KL, Pashley EL, Itthagarun A, Sano H, Tay FR, Pashley DH. Submicron hiati in acid-etched dentin are artifacts of desiccation. *Dent Mater*. 2003 Jan; 19(1): 60-8.

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 (CNSB) mechanical testing. *Dent Mater*. 2001 May; 17(3): 201-10.

Asmussen E. Quantitative analysis of peroxides in restorative resins. *Acta Odontol Scand*. 1980; 38(5): 269-72.

Bayne SC, Thompson JY, Swift EJ Jr, Stamatiades P, Wilkerson M. A characterization of first-generation flowable composites. *J Am Dent Assoc*. 1998 May; 129(5): 567-77.

Belli S, Inokoshi S, Ozer F, Pereira PN, Ogata M, Tagami J. The effect of additional enamel etching and a flowable composite to the interfacial integrity of Class II adhesive composite restorations. *Oper Dent*. 2001 Jan-Feb; 26(1): 70-5.

Boyer DB, Chan KC, Reinhardt JW. Build-up and repair of light-cured composites: bond strength. *J Dent Res*. 1984 Oct; 63(10): 1241-4.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*. 1955 Dec; 34(6): 849-53.

Burke FJ, McCaughey AD. The four generations of dentin bonding. *Am J Dent*. 1995 Apr; 8(2): 88-92.

Burrow MF, Harada N, Kitasako Y, Nikaido T, Tagami J. Seven-year dentin bond strengths of a total- and self-etch system. *Eur J Oral Sci*. 2005 Jun; 113(3): 265-70.

Burrow MF, Inokoshi S, Tagami J. Water sorption of several bonding resins. *Am J Dent*. 1999 Dec; 12(6): 295-8.

Burrow MF, Nikaido T, Satoh M, Tagami J. Early bonding of resin cements to dentin – effect of bonding environment. *Oper Dent*. 1996 Sep-Oct; 21(5): 196-202.

Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. *Am J Dent*. 2004 Apr; 17(2): 104-8.

---

\* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseada no modelo Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

- 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-etch adhesives. *Biomaterials*. 2005 Mar; 26(9): 1035-42.
- Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Silva NR, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine. *J Dent*. 2004a Jan; 32(1): 55-65.
- Carvalho RM, Tay FR, Giannini M, Pashley DH. Effects of pre- and post-bonding hydration on bond strength to dentin. *J Adhes Dent*. 2004b Spring; 6(1): 13-7.
- Chersoni S, Suppa P, Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Yiu C *et al*. In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *J Dent Res*. 2004 Jun; 83(6): 459-64.
- Chigira H, Yukitani W, Hasegawa T, Manabe A, Itoh K, Hayakawa *et al*. Self-etching dentin primers containing phenyl-P. *J Dent Res*. 1994 May; 73(5): 1088-95.
- Christensen GF. Resin cements and postoperative sensitivity. *J Am Dent Assoc*. 2000 Aug; 131(8): 1197-9.
- Crumpler DC, Bayne SC, Sockwell S, Brunson D, Roberson TM. Bonding to resurfaced posterior composites. *Dent Mater*. 1989 Nov; 5(6): 417-24.
- De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M *et al*. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005a Feb; 84(2): 118-32.
- De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S *et al*. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent*. 2003b Dec; 16(6): 414-20.
- De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K *et al*. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*. 2003a Feb; 82(2): 136-40.
- De Munck J, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P *et al*. One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Oper Dent*. 2005b Jan-Feb; 30(1): 39-49.
- De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater*. 2004 Dec; 20(10): 963-71.

Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. **J Prosthet Dent.** 1999 Feb; 81(2): 135-41.

Duarte RM, De Goes MF, Montes MA. Effect of time on tensile bond strength of resin cement bonded to dentine and low-viscosity composite. **J Dent.** 2006 Jan; 34(1): 52-61.

Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. **Crit Rev Oral Biol Med.** 1997; 8(3): 306-35.

Eick JD, Smith RE, Pinzino CS, Kotha SP, Kostoryz EL, Chappelow CC. Photopolymerization of developmental monomers for dental cationically initiated matrix resins. **Dent Mater.** 2005 Apr; 21(4): 384-90.

El Zohairy AA, De Gee AJ, Mohsen MM, Feilzer AJ. Effect of conditioning time of self-etching primers on dentin bond strength of three adhesive resin cements. **Dent Mater.** 2005 Feb; 21(2): 83-93.

Eliades GC, Caputo AA, Vougiouklakis GJ. Composition, wetting properties and bond strength with dentin of 6 new dentin adhesives. **Dent Mater.** 1985 Oct; 1(5): 170-6.

Ferrari M, Tay FR. Technique sensitivity in bonding to vital, acid-etched dentin. **Oper Dent.** 2003 Jan-Feb; 28(1): 3-8.

Giannini M, De Goes MF, Nikaido T, Shimada Y, Tagami J. Influence of activation mode of dual-cured resin composite cores and low-viscosity composite liners on bond strength to dentin treated with self-etching adhesives. **J Adhes Dent.** 2004 Winter; 6(4): 301-6.

Giannini M, Seixas CA, Reis AF, Pimenta LA. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin. **J Esthet Restor Dent.** 2003; 15(1): 43-8.

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 Jun; 79(6): 1385-91.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Endo K, Oguchi H. Fractured surface characterization: wet versus dry bonding. **Dent Mater.** 2002a Mar; 18(2): 95-102.

Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Tay FR, Kaga M, Kudou Y *et al.* Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year of water storage. **J Biomater Res.** 2002b; 63(3): 306-11.

Hashimoto M, Tay FR, Ohno H, Sano H, Kaga M, Yiu C *et al.* SEM and TEM analysis of water degradation of human dentinal collagen. **J Biomater Res B Appl Biomater.** 2003 Jul 15; 66(1): 287-98.

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

Jayasooriya PR, Pereira PN, Nikaido T, Burrow MF, Tagami J. The effect of a "resin coating" on the interfacial adaptation of composite inlays. **Oper Dent.** 2003a Jan-Feb; 28(1): 28-35.

Jayasooriya PR, Pereira PN, Nikaido T, Tagami J. Efficacy of a resin coating on bond strengths of resin cement to dentin. **J Esthet Rest Dent.** 2003b; 15(2): 105-13.

Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. **J Dent.** 1999 Sep; 27(7): 523-30.

Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. Effect of a resin coating technique on dentin tensile bond strengths over 3 years. **J Esthet Rest Dent.** 2002; 14(2): 115-22.

Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. **Dent Mater.** 2000 Jan; 16(1): 1-6.

Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N. Bonding to dentin with a self-etching primer: the effect of smear layers. **Dent Mater.** 2001 Mar; 17(2): 122-6.

Labella R, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. **Dent Mater.** 1999 Mar; 15(2): 128-37.

Li HP, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of long-term storage on nanoleakage. **Oper Dent.** 2001 Nov-Dec; 26(6): 609-16.

Loguercio AD, Uceda-Gomez N, de Oliveira Carrilho MR, Reis A. Influence of specimen size and regional variation on long-term resin-dentin bond strength. **Dent Mater.** 2005 Mar; 21(3): 224-31.

Lucena-Martin C, Gonzalez-Lopez S, Navajas-Rodriguez de Mondelo JM. The effect of various surface treatments and bonding agents on the repaired strength of heat-treated composites. **J Prosthet Dent.** 2001 Nov; 86(5): 481-8.

Maciel KT, Carvalho RM, Ringle RD, Preston CD, Russell CM, Pashley DH. The effects of acetone, ethanol, HEMA and air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. **J Dent Res**. 1996 Nov; 75(11): 1851-8.

Mak YF, Lai SC, Cheung GS, Chan AW, Tay FR, Pashley DH. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and an indirect resin composite. **Dent Mater**. 2002 Dec; 18(8): 609-21.

McDonough WG, Antonucci JM, He J, Shimada Y, Chiang MY, Schumacher GE *et al*. A microshear test to measure bond strengths of dentin-polymer interfaces. **Biomaterials**. 2002 Sep; 23(17): 3603-8.

McLean JW, Kramer IRH. A clinical and pathological evaluation of a sulphinic acid activated resin for use in restorative dentistry. **Br Dent J**. 1952 Nov; 93(10): 255-70.

Montes MA, De Goes MF, da Cunha MR, Soares AB. A morphological and tensile bond strength evaluation of an unfilled adhesive with low-viscosity composites and a filled adhesive in one and two coats. **J Dent**. 2001 Aug; 29(6): 435-41.

Mortier E, Gerdolle DA, Jacquot B, Panighi MM. Importance of water sorption and solubility studies for couple bonding agent/resin-based filling material. **Oper Dent**. 2004 Nov-Dec; 29(6): 669-76.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mater Res**. 1982 May; 16(3): 265-73.

Nakabayashi N, Pashley DH. **Hybridization of dental hard tissues**. 1<sup>st</sup> ed. Tokyo: Quintessence Publishing Co; 1998.

Nakajima M, Okuda M, Ogata M, Pereira PN, Tagami J, Pashley DH. The durability of a fluoride-releasing resin adhesive system to dentin. **Oper Dent**. 2003 Mar-Apr; 28(2): 186-92.

Nikaido T, Cho E, Nakajima M, Tashiro H, Toba S, Burrow MF *et al*. Tensile bond strengths of resin cements to bovine dentin using resin coating. **Am J Dent**. 2003 Sep; 16 Spec No: 41A-46A.

Nikaido T, Otsuki M, Tagami J. Early bond strengths of dual cured resin cements to enamel and dentine. **J Jpn Dent Mater**. 1992; 11: 910-5.

Okuda M, Pereira PN, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs microtensile bond strength. **Oper Dent**. 2002 May-Jun; 27(3): 289-96.

Otsuki M, Nikaido T, Tagami J. Establishment of a composite resin inlay technique. Part 7. Use of low viscous resin. *J Jpn Dent Mater*. 1993; 36: 1324-30.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y *et al*. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*. 1999 Winter; 1(4): 299-309.

Pashley DH, Carvalho RM, Tay FR, Agee KA, Lee KW. Solvation of dried matrix by water and other polar solvents. *Am J Dent*. 2002 Apr; 15(2): 97-102.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater*. 1995 Mar; 11(2): 117-25.

Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM *et al*. Collagen Degradation by Host-derived Enzymes during Aging. *J Dent Res*. 2004 Mar; 83(3): 216-21.

Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dent Mater*. 1998 Jan; 14(1): 6-10.

Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Tome AR, Vanherle G, Lopes AB. Morphological field emission-SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dent Mater*. 1996 Jul; 12(4): 262-71.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater*. 1998 Jun; 14(3): 212-21.

Pounder B, Gregory WA, Powers JM. Bond strengths of repaired composite resins. *Oper Dent*. 1987 Summer; 12(3): 127-31.

Reis A, Grandi V, Carlotto L, Bortoli G, Patzlaff R, Rodrigues L *et al*. Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin. *J Dent*. 2005 Aug; 33(7): 549-59.

Reis AF, Arrais CA, Novaes PD, Carvalho RM, De Goes MF, Giannini M. Ultramorphological analysis of resin-dentin interfaces produced with water-based single-step and two-step adhesives: nanoleakage expression. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004 Oct 15; (71-1): 90-8.

Reis AF, Giannini M, Ambrosano GM, Chan DC. The effects of filling techniques and a low-viscosity composite liner on bond strength to class II cavities. *J Dent*. 2003b Jan; 31(1): 59-66.

Reis AF, Oliveira MT, Giannini M, De Goes MF, Rueggeberg FA. The effect of organic solvents on one-bottle adhesives bond strength to enamel and dentin. **Oper Dent.** 2003a Nov-Dec; 28(6): 700-6.

Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on unfilled/filled composite system. **J Dent Res.** 1990 Oct; 69(10):1652-8.

Ruyter IE. Monomer systems and polymerization. In: Vanherle G, Smith DC, Editors. **Posterior composite resin dental restorative materials.** 1985; 109-35.

Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. **Dent Mater.** 2001 Nov; 17(6): 542-56.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho RM *et al.* Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater.** 1994b Jul; 10(4): 236-40.

Sano H, Shono T, Takatsu T, Hosoda H. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. **Oper Dent.** 1994a Mar-Apr; 19(2): 59-64.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: Leakage within the hybrid layer. **Oper Dent.** 1995 Jan-Feb; 20(1): 18-25.

Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J *et al.* Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. **J Dent Res.** 1999 Apr; 78(4): 906-11.

Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. **Crit Rev Oral Biol Med.** 2001; 12(2): 136-51.

Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. **Oper Dent.** 2002a Jul-Aug; 27(4): 403-9.

Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. **Dent Mater.** 2002b Jul; 18(5): 380-8.

Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russell CM *et al.* Durability of resin-dentin bonds. **J Adhes Dent.** 1999 Autumn; 1(3): 211-8.

Soares CJ, Soares PV, Pereira JC, Fonseca RB. Surface treatment protocols in the cementation process of ceramic and laboratory-processed composite restorations: a literature review. *J Esthet Restor Dent*. 2005; 17(4): 224-35.

Suh BI, Feng L, Pashley DH, Tay FR. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. *J Adhes Dent*. 2003 Winter; 5(4): 267-82.

Swift EF Jr. Dentin/Enamel adhesives: review of the literature. *Pediatr Dent*. 2002 Sep-Oct; 24(5): 456-61.

Swift EJ Jr, May KN Jr, Wilder AD Jr. Effect of polymerization mode on bond strengths of resin adhesive/cement systems. *J Prosthodont*. 1998 Dec; 7(4): 256-60.

Tanaka J, Ishikawa K, Yatani H, Yamashita A, Suzuki K. Correlation of dentin bond durability with water absorption of bonding layer. *Dent Mater*. 1999 Mar; 18(1): 11-8.

Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SH. Resin permeation into acid-conditioned, moist and dry dentin: a paradigm using water-free adhesive primers. *J Dent Res*. 1996 Apr; 75(4): 1034-44.

Tay FR, Hashimoto M, Pashley DH, Peters MC, Lai SC, Yiu CK. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *J Dent Res*. 2003a Jul; 82(7): 537-41.

Tay FR, King NM, Chan KM, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? *J Adhes Dent*. 2002a Winter; 4(4): 255-69.

Tay FR, King NM, Suh BI, Pashley DH. Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives. *J Adhes Dent*. 2001a Fall; 3(3): 207-25.

Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater*. 2001 Jul; 17(4): 296-308.

Tay FR, Pashley DH. Dentin bonding – is there a future? *J Adhes Dent*. 2004 Winter; 6(4): 263.

Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc*. 2003a Dec; 69(11): 726-31.

Tay FR, Pashley DH. Water treeing – a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. **Am J Dent.** 2003b Feb; 16(1): 6-12.

Tay FR, Pashley DH, King NM, Carvalho RM, Tsai J, Lai SC *et al.* Agressiveness of self-etch adhesives on unground enamel. **Oper Dent.** 2004 May-Jun; 29(3): 309-16.

Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. **J Dent.** 2002c Sep-Nov; 30(7-8): 371-82.

Tay FR; Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etch adhesive. **J Adhes Dent.** 2003b Spring; 5(1): 27-40.

Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. **J Dent Res.** 2002b Jul; 81(7): 472-6.

Tay FR, Sano H, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. **J Adhes Dent.** 2000 Summer; 2(2): 83-98.

Tay FR, Suh BI, Pashley DH, Prati C, Chuang SF, Li F. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part II. Single-bottle, total-etch adhesive. **J Adhes Dent.** 2003c Summer; 5(2): 91-105.

Teixeira EC, Bayne SC, Thompson JY, Ritter AV, Swift EJ. Shear bond strength of self-etching bonding systems in combination with various composites used for repairing aged composites. **J Adhes Dent.** 2005 Summer; 7(2): 159-64.

Tjederhane L, Larjava H, Sorsa T, Uitto VJ, Larmas M, Salo T. The activation and function of host matrix metalloproteinases in dentin matrix breakdown in caries lesions. **J Dent Res.** 1998 Aug; 77(8): 1622-9.

Tyas MJ, Anusavice KJ, Frencken JE, Mount GJ. Minimal intervention dentistry – a review. **Int Dent J.** 2000 Feb; 50(1): 1-12.

Unterbrink GL, Liebenberg WH. Flowable resin composites as “filled adhesives”: literature review and clinical recommendations. **Quintessence Int.** 1999 Apr; 30(4): 249-57.

- Van Dijken JW, Horstedt P, Waern R. Directed polymerization shrinkage versus a horizontal incremental filling technique: interfacial adaptation in vivo in Class II cavities. **Am J Dent.** 1998 Aug; 11(4): 165-72.
- Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y *et al.* Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. **J Dent Res.** 2005 Feb; 84(2): 183-8.
- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P *et al.* Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Oper Dent.** 2003 May-Jun; 28(3): 215-35.
- Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD *et al.* A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. **J Dent Res.** 1998 Jan; 77(1): 50-9.
- Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J Dent Res.** 1991 May; 70(5): 889-93.
- Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. **J Dent.** 1989 Apr; 17(2): 61-7.
- Vargas MA, Cobb DS, Denehy GE. Interfacial micromorphology and shear bond strength of single-bottle primer/adhesives. **Dent Mater.** 1997 Sep; 13(5): 316-24.
- Verluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin? **J Dent Res.** 1997 Jun; 76(6): 1298-307.
- Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. **J Dent Res.** 1994 Jun; 73(6): 1212-20.
- Yiu CK, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho MR *et al.* Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. **Biomaterials.** 2004 Nov; 25(26): 5789-96.
- Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H *et al.* Comparative study on adhesive performance of functional monomers. **J Dent Res.** 2004 Jun; 83(6): 454-8.

# **ANEXOS**

## ANEXO 1

**Quadro 6**  
**Valores individuais da resistência de união obtidos no Estudo 1**

Grupo	Tempo	Repetição	RU (MPa)	Grupo	Tempo	Repetição	RU (MPa)
1	1 (1 sem)	1	67,36	2	1	12	23,03
1	1	2	62,02	2	1	13	35,97
1	1	3	62,48	2	1	14	44,82
1	1	4	62,79	2	1	15	29,45
1	1	5	66,94	2	2	1	14,72
1	1	6	11,81	2	2	2	21,76
1	1	7	77,7	2	2	3	9,92
1	1	8	53,28	2	2	4	12,14
1	1	9	33,26	2	2	5	14,46
1	1	10	42,57	2	2	6	10,93
1	1	11	61,45	2	2	7	17,92
1	1	12	46,65	2	2	8	12,3
1	1	13	62,79	2	2	9	8,53
1	1	14	30,12	2	2	10	19,57
1	1	15	60,14	2	2	11	14,88
1	2 (1 ano)	1	38,42	2	2	12	28,49
1	2	2	32,26	2	2	13	28,96
1	2	3	30,97	2	2	14	9,15
1	2	4	38,06	2	2	15	18,95
1	2	5	12,37	3	1	1	6,65
1	2	6	25,01	3	1	2	8,71
1	2	7	23,21	3	1	3	5,1
1	2	8	28,85	3	1	4	6,7
1	2	9	16,6	3	1	5	6,65
1	2	10	23,98	3	1	6	10,39
1	2	11	28,39	3	1	7	2,32
1	2	12	25,24	3	1	8	2,37
1	2	13	28,62	3	1	9	5,02
1	2	14	30,81	3	1	10	4,43
1	2	15	25,11	3	1	11	2,94
2	1	1	44,71	3	1	12	6,75
2	1	2	35,66	3	1	13	5,98
2	1	3	18,07	3	1	14	9,28
2	1	4	29,37	3	1	15	7,99
2	1	5	25,91	3	2	1	2,52
2	1	6	25,81	3	2	2	0
2	1	7	9,98	3	2	3	1,85
2	1	8	26,92	3	2	4	2,55
2	1	9	25,19	3	2	5	0
2	1	10	42,75	3	2	6	3,61
2	1	11	22,95	3	2	7	2,68

3	2	8	0	5	1	9	32,41
3	2	9	1,47	5	1	10	18,64
3	2	10	1,65	5	1	11	17,97
3	2	11	0	5	1	12	22,43
3	2	12	1,57	5	1	13	34,71
3	2	13	0	5	1	14	60,7
3	2	14	3,99	5	1	15	20,68
3	2	15	0	5	2	1	10,41
4	1	1	21,81	5	2	2	8,56
4	1	2	16,78	5	2	3	11,96
4	1	3	15,91	5	2	4	17,22
4	1	4	23,41	5	2	5	10,52
4	1	5	23,88	5	2	6	8,45
4	1	6	21,01	5	2	7	8,63
4	1	7	24,24	5	2	8	9,02
4	1	8	26,35	5	2	9	7,32
4	1	9	25,68	5	2	10	19,52
4	1	10	27,69	5	2	11	8,53
4	1	11	24,88	5	2	12	9
4	1	12	19,78	5	2	13	17,84
4	1	13	19,49	5	2	14	15,37
4	1	14	18,67	5	2	15	24,6
4	1	15	33,5	6	1	1	25,99
4	2	1	32,08	6	1	2	37,47
4	2	2	33,19	6	1	3	53,71
4	2	3	36,31	6	1	4	47,34
4	2	4	20,94	6	1	5	33,34
4	2	5	35,02	6	1	6	55,7
4	2	6	27,9	6	1	7	46,44
4	2	7	18,33	6	1	8	49,43
4	2	8	16,94	6	1	9	36,82
4	2	9	13,59	6	1	10	25,97
4	2	10	23,82	6	1	11	36,54
4	2	11	19,54	6	1	12	39,38
4	2	12	15,42	6	1	13	56,5
4	2	13	13,97	6	1	14	22,92
4	2	14	19,05	6	1	15	79,48
4	2	15	11,78	6	2	1	24,43
5	1	1	26,17	6	2	2	18,62
5	1	2	30,87	6	2	3	13,51
5	1	3	26,95	6	2	4	14,31
5	1	4	18,67	6	2	5	35,38
5	1	5	24,29	6	2	6	38,71
5	1	6	21,35	6	2	7	25,09
5	1	7	25,68	6	2	8	39,94
5	1	8	16,84	6	2	9	24,43

6	2	10	33,39	8	1	11	25,94
6	2	11	34,35	8	1	12	35,61
6	2	12	30,71	8	1	13	21,76
6	2	13	41,77	8	1	14	18,38
6	2	14	24,37	8	1	15	36,28
6	2	15	14,77	8	2	1	20,65
7	1	1	67,13	8	2	2	13,41
7	1	2	79,68	8	2	3	15,11
7	1	3	72,98	8	2	4	9,77
7	1	4	80,92	8	2	5	13,28
7	1	5	86,54	8	2	6	11,06
7	1	6	69,55	8	2	7	10,75
7	1	7	54,57	8	2	8	9,98
7	1	8	20,47	8	2	9	9,98
7	1	9	80,54	8	2	10	14,46
7	1	10	39,89	8	2	11	13,15
7	1	11	58,36	8	2	12	12,14
7	1	12	59,72	8	2	13	17,66
7	1	13	28,75	8	2	14	10,36
7	1	14	26,95	8	2	15	8,12
7	1	15	51,6	9	1	1	49,02
7	2	1	56,42	9	1	2	50,03
7	2	2	23,1	9	1	3	26,51
7	2	3	34,55	9	1	4	29,47
7	2	4	51,37	9	1	5	29,76
7	2	5	31,05	9	1	6	38,47
7	2	6	28,39	9	1	7	49,2
7	2	7	19,83	9	1	8	44,64
7	2	8	22,41	9	1	9	26,27
7	2	9	32,85	9	1	10	44,22
7	2	10	36,07	9	1	11	37,18
7	2	11	22,17	9	1	12	37,18
7	2	12	29,21	9	1	13	58,28
7	2	13	26,27	9	1	14	77,23
7	2	14	20,47	9	1	15	25,5
7	2	15	14,18	9	2	1	7,09
8	1	1	14,64	9	2	2	9,31
8	1	2	33,75	9	2	3	41,98
8	1	3	28,72	9	2	4	14,82
8	1	4	22,05	9	2	5	20,73
8	1	5	15,93	9	2	6	12,17
8	1	6	25,55	9	2	7	13,72
8	1	7	17,53	9	2	8	21,09
8	1	8	13,97	9	2	9	11,73
8	1	9	49,33	9	2	10	35,56
8	1	10	24,08	9	2	11	22,56

9	2	12	41,46				
9	2	13	25,29				
9	2	14	13,97				
9	2	15	19,47				

## ANEXO 2

**Quadro 7**  
**Valores individuais da resistência de união obtidos no Estudo 2**

Grupo	Repetição	RU (MPa)	Grupo	Repetição	RU (MPa)
1	1	40,82	3	12	58,87
1	2	40,67	3	13	48,32
1	3	36,28	3	14	37,54
1	4	43,4	3	15	55,29
1	5	36,18	4	1	42,21
1	6	40,97	4	2	52,79
1	7	39,07	4	3	34,6
1	8	42,93	4	4	43,12
1	9	38,55	4	5	40,67
1	10	33,78	4	6	52,63
1	11	53,33	4	7	37,96
1	12	39,43	4	8	51,29
1	13	30,17	4	9	37,49
1	14	44,56	4	10	40,18
1	15	36,28	4	11	55,31
2	1	36,1	4	12	54,28
2	2	36,77	4	13	32,13
2	3	41,75	4	14	64,13
2	4	45,18	4	15	48,02
2	5	47,71			
2	6	41,03			
2	7	42,68			
2	8	35,4			
2	9	40,28			
2	10	55,8			
2	11	63,39			
2	12	55,67			
2	13	54,46			
2	14	39,53			
2	15	39,4			
3	1	50,05			
3	2	47,5			
3	3	62,2			
3	4	51,57			
3	5	31,87			
3	6	33,08			
3	7	47,53			
3	8	45,77			
3	9	46,36			
3	10	32,57			
3	11	47,47			

## ANEXO 3

**Quadro 8**  
**Valores individuais da resistência de união obtidos no Estudo 3**

Grupo	Repetição	RU (MPa)	Grupo	Repetição	RU (MPa)
1	1	43,09	3	12	22,41
1	2	29,91	3	13	25,22
1	3	35,53	3	14	21,5
1	4	51,86	3	15	18,05
1	5	35,3	4	1	7,55
1	6	29,11	4	2	14,77
1	7	76,18	4	3	13,77
1	8	52,55	4	4	14,49
1	9	56,35	4	5	23,31
1	10	50,9	4	6	19,41
1	11	55,78	4	7	21,48
1	12	30,32	4	8	23,7
1	13	58,77	4	9	15,47
1	14	31,92	4	10	14,1
1	15	33,96	4	11	22,38
2	1	19,05	4	12	12,37
2	2	34,09	4	13	17,4
2	3	24,42	4	14	19,88
2	4	15,31	4	15	17,79
2	5	29,96	5	1	17,33
2	6	29,81	5	2	25,71
2	7	28,49	5	3	21,3
2	8	28,96	5	4	9,59
2	9	29,96	5	5	21,27
2	10	23,67	5	6	35,28
2	11	34,35	5	7	5,19
2	12	45,02	5	8	29,5
2	13	62,97	5	9	5,21
2	14	40,87	5	10	6,39
2	15	46,24	5	11	28,03
3	1	36,82	5	12	8,61
3	2	31,07	5	13	5,77
3	3	37,73	5	14	30,27
3	4	31,82	5	15	11,32
3	5	33,91	6	1	0
3	6	36,38	6	2	0
3	7	23,41	6	3	0
3	8	33,5	6	4	0
3	9	26,12	6	5	0
3	10	33,75	6	6	0
3	11	38,19	6	7	0

6	8	0	9	9	50,54
6	9	0	9	10	28,52
6	10	0	9	11	40,82
6	11	0	9	12	31,38
6	12	0	9	13	18,56
6	13	0	9	14	18,69
6	14	0	9	15	44,07
6	15	0	10	1	17,3
7	1	29,47	10	2	27,46
7	2	36,23	10	3	19,85
7	3	37,29	10	4	28,49
7	4	22,79	10	5	23,33
7	5	45,31	10	6	17,71
7	6	40,05	10	7	34,86
7	7	33,6	10	8	21,27
7	8	40,51	10	9	27,31
7	9	34,4	10	10	16,5
7	10	41,54	10	11	36,13
7	11	51,96	10	12	27,13
7	12	39,63	10	13	28,7
7	13	32,8	10	14	33,6
7	14	50,1	10	15	19,6
7	15	52,86			
8	1	19			
8	2	16,99			
8	3	17,17			
8	4	19,47			
8	5	21,99			
8	6	33,52			
8	7	22,46			
8	8	25,97			
8	9	30,3			
8	10	23,03			
8	11	22,54			
8	12	37,03			
8	13	34,27			
8	14	18,41			
8	15	31,17			
9	1	24,44			
9	2	27,18			
9	3	67,82			
9	4	29,45			
9	5	40,9			
9	6	45,31			
9	7	33,34			
9	8	34,63			

## ANEXO 4

**Quadro 9**  
**Valores individuais da resistência de união obtidos no Estudo 4**

Grupo	Repetição	RU (MPa)	Grupo	Repetição	RU (MPa)
1	1	19,29	5	2	23,32
1	2	15,37	5	3	12,41
1	3	11,25	5	4	20,48
1	4	24,85	5	5	14,11
1	5	19,23	5	6	14,47
1	6	22,37	5	7	35,34
1	7	16,10	5	8	35,62
1	8	14,41	5	9	28,41
1	9	13,67	5	10	17,06
1	10	39,52	6	1	22,82
2	1	10,37	6	2	28,06
2	2	20,96	6	3	21,05
2	3	27,14	6	4	19,36
2	4	14,51	6	5	27,56
2	5	11,46	6	6	21,84
2	6	38,19	6	7	22,61
2	7	22,96	6	8	35,23
2	8	17,35	6	9	23,58
2	9	41,29	6	10	21,05
2	10	23,80			
3	1	18,99			
3	2	20,21			
3	3	23,08			
3	4	26,91			
3	5	24,21			
3	6	30,41			
3	7	32,55			
3	8	17,65			
3	9	31,36			
3	10	26,37			
4	1	4,56			
4	2	6,36			
4	3	4,28			
4	4	4,64			
4	5	10,19			
4	6	10,02			
4	7	5,53			
4	8	18,33			
4	9	17,91			
4	10	13,58			
5	1	18,26			

## ANEXO 5

**Figura 40**  
**Documento do Departamento de Ciências Restauradoras (Tokyo Medical and Dental University)**

