

CLEONICE DA SILVEIRA TEIXEIRA

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA E ANÁLISE
DA INTERFACE ADESIVA DE SISTEMAS ADESIVOS
AUTOCONDICIONANTES**

Florianópolis
2003

CLEONICE DA SILVEIRA TEIXEIRA

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA E ANÁLISE
DA INTERFACE ADESIVA DE SISTEMAS ADESIVOS
AUTOCONDICIONANTES**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Universidade Federal de Santa Catarina, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia - Área de Concentração: Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Carvalho Chain

Florianópolis
2003

CLEONICE DA SILVEIRA TEIXEIRA

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA E ANÁLISE
DA INTERFACE ADESIVA DE SISTEMAS ADESIVOS
AUTOCONDICIONANTES**

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de “Mestre em Odontologia”, área de concentração Materiais Dentários, e aprovada em sua forma final pelo Curso de Pós-Graduação em Odontologia.

Florianópolis, 24 de outubro de 2003.

Prof. Dr. Mauro Amaral Caldeira de Andrada
Coordenador do Curso

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Marcelo Carvalho Chain
Orientador

Prof. Dr. Luiz Henrique Maykot Prates
Membro

Prof. Dr. Mário Fernando de Goes
Membro

MEU RECONHECIMENTO

À minha mãe

Maria Zilma Boeing da Silveira

Exemplo de caráter, honestidade e amor.
Devo-lhe muito mais que a minha vida,
devo-lhe o que sou.

Aos meus amados

Roger Teixeira

Meu marido, amigo e companheiro.
Pessoa especial que tenho a sorte
de ter ao meu lado.

José Artur e Isabella

Meus filhos e meus bens mais preciosos.
Com eles aprendo a cada dia
o significado do amor incondicional.

Aos meus irmãos

Cleide, Maurício e Ricardo

Tão diferentes e tão importantes
na minha vida.

MEU RECONHECIMENTO AOS AUSENTES

A meu pai

Alcides da Silveira

Com imenso carinho lembro seu nome,
seu trabalho honesto,
sua dedicação à família,
seu amor a Deus.

Aos meus avós,

Artur Boeing e Adelinde Kretzer

Deus me deu a graça de conviver
com eles por muitos anos, e de compreender
o que é ser nobre.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador professor **Marcelo Carvalho Chain**, pelo apoio, dedicação e competência em todas as etapas da elaboração desta dissertação. Por ter se mostrado sempre disposto a auxiliar, e um bom amigo.

Aos professores **Hamilton Pires Maia** e **Luiz Henrique Maykot Prates**, pelo estímulo e confiança depositados.

Ao professor **Mauro A. Caldeira de Andrada**, pelo auxílio concedido através do programa de Pós-graduação em Odontologia, que me propiciou a execução da parte prática deste trabalho.

Aos professores e amigos **Wilson Tadeu Felipe** e **Mara C. Santos Felipe**, pelos ensinamentos, incentivo e demonstração de extrema competência na arte de *ser professor*.

Às professoras e amigas **Ana Maria Heck Alves** e **Maria Helena Pozzobom**, pelos exemplos de integridade e amizade.

Aos amigos e companheiros no mestrado, **Cassius Rebellatto**, **Fábio Luiz Andretti** e **Luana Dutra de Carvalho**, pela convivência e bons momentos que passamos juntos durante este período.

À professora **Liene Campos**, pela atenção e paciência que dispensou à correção metodológica deste trabalho.

Ao estatístico **Caio Sena de Paula**, pelas ótimas orientações.

AGRADECIMENTOS

Aos professores do mestrado, **Clóvis Nicanor Kassik, Estera Muskat Menezes, Jorge Perdigão, Marco Aurélio Peres, Sandra Capone, Sérgio Fernando Torres de Freitas e Vera Lúcia Bosco**, meus sinceros agradecimentos pela minha formação.

Aos companheiros e amigos na endodontia, **Beatriz D. Mendes de Souza, Eduardo Antunes Bortoluzzi, Jaqueline C. A. Natividade Skroch, Luciano Rodrigues Veiga, Luonothar A. Schmitt Dreger, Marli Nunes, Márcio Tavares, Nelson Luiz da Silveira, Patrícia Vigano, Sérgio Batista Andrade e Telmo Tavares**.

Aos funcionários da Biblioteca Setorial de Odontologia, em especial à **Vera**, pela ajuda e atenção.

Aos funcionários da pós-graduação, em especial à **Ana**, pela eficiência e presteza em minhas solicitações.

Ao funcionário **Lauro**, do Laboratório de Materiais, por ter sido sempre solícito e prestativo.

Às amigas **Gisele Bohn e Jadna Machado Félix**, por serem companheiras fiéis e por toda a ajuda que me prestaram.

A todos os amigos e colegas da pós-graduação.

A todos que direta ou indiretamente, colaboraram para a realização deste trabalho.

“O coração do homem planeja o seu caminho mas o Senhor lhe dirige os passos”.

Provérbios, 16:9.

TEIXEIRA, C.S. **Avaliação da resistência de união à dentina e análise da interface adesiva de sistemas adesivos autocondicionantes**. 2003. 135f. Dissertação (Mestrado em Odontologia – Opção Materiais Dentários) Programa de Pós-graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

RESUMO

Os objetivos deste trabalho foram: 1) determinar, *in vitro*, a resistência de união sob tensões de cisalhamento (RUC) à dentina, de quatro sistemas adesivos autocondicionantes, Clearfil SE Bond (Grupo I), Optibond Solo Plus SE (Grupo II), Adper™ Prompt™ (Grupo III) e Tyrian™ SPE (Grupo IV), e de um sistema adesivo que utiliza prévio ataque ácido, Optibond Solo Plus, que foi usado como grupo controle (Grupo V); 2) observar o tipo de falha ocorrida, após a realização do teste de RUC; 3) analisar, em microscopia eletrônica de varredura (MEV), a interface resina/dentina e a formação da camada híbrida. Cada sistema adesivo foi empregado juntamente com uma resina composta, e foram seguidas criteriosamente as instruções de manipulação e aplicação especificadas pelos fabricantes. As faces vestibular e palatina de 40 molares humanos hígidos foram montadas em cilindros de resina acrílica, e aplainadas com discos de granulação decrescente, sob irrigação constante. Os espécimes foram aleatoriamente divididos em 5 grupos (n=15). Cinco dentes adicionais foram preparados para MEV. Os sistemas adesivos foram aplicados sobre a dentina, e as restaurações de resina composta foram confeccionadas através de uma matriz de teflon de 2,2mm de diâmetro (Ultradent). Após 24h, mantidos em água a 37°C, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento, em uma máquina de Ensaio Universal - INSTRON (modelo 4444), com uma velocidade de cruzeta de 1,0mm/min. Os resultados obtidos, expressos em MPa, foram os seguintes: Grupo I = 33,23 ± 12,67; Grupo II = 32,41 ± 9,90; Grupo III = 17,50 ± 4,24; Grupo IV = 21,37 ± 5,87; Grupo V = 30,68 ± 4,08. A análise estatística pelos testes de Kruskal-Wallis e Wilcoxon, mostrou que os grupos I, II e V foram equivalentes entre si (p>0,05) e superiores aos outros dois grupos. O grupo IV foi superior ao grupo III, que obteve os piores resultados de resistência de união. A observação do tipo de falha ocorrida mostrou que as falhas do tipo coesiva na dentina (n=9) relacionaram-se a um valor médio de resistência de união mais elevado (37,81MPa), seguidas das falhas coesiva na resina (30,03MPa e n=40) e por último das falhas do tipo interfacial/adesiva (17,42MPa e n=26). A análise da interface adesiva, sob MEV, revelou formação de camada híbrida em todos os grupos observados. Não houve correlação entre a espessura da camada híbrida e a resistência de união.

Palavras-chave: Sistemas adesivos autocondicionantes. Resistência de união ao cisalhamento. União à dentina. Camada híbrida. Microscopia eletrônica de varredura.

TEIXEIRA, C.S. **Avaliação da resistência de união à dentina e análise da interface adesiva de sistemas adesivos autocondicionantes**. 2003. 135f. Dissertação (Mestrado em Odontologia – Opção Materiais Dentários) – Programa de Pós-graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

ABSTRACT

The aims of this *in vitro* study were: (1) to evaluate the shear bond strength of four self-etching priming systems, Clearfil SE Bond (Group I), Optibond Solo Plus SE (Group II), Adper™ Prompt™ (Group III) and Tyrian™ SPE (Group IV), and one single-bottle adhesive system, Optibond Solo Plus, which was used as a control group (Group V); 2) to observe the debonded specimens to record the failure patterns after shear test and (3) to analyze the resin-dentin interface and the hybrid layer formation by scanning electron microscopy. Each bonding system and its respective composite resin was applied according to manufacturer's instructions. The facial and lingual surfaces of 40 caries-free human molars were flat ground wet on 120-grit SiC paper. The teeth were randomly assigned into five groups of 15 surfaces per group. Five additional teeth were prepared for SEM. Each adhesive system was applied on the dentin substrate and the respective composite resin was placed through a cylinder Teflon mold (Ultradent). The samples were stored in distilled water at 37°C, for 24 hours until the test. The specimens were sheared on a Instron testing machine at a crosshead speed of 1,0mm/minute. The shear bond strength was recorded in Newtons and converted to MPa: Group I = 33,23 ± 12,67; Group II = 32,41 ± 9,90; Group III = 17,50 ± 4,24; Group IV = 21,37 ± 5,87 and Group V = 30,68 ± 4,08. The statistic analysis by Kruskal-wallis test and Wilcoxon test, revealed that there was no significant statistically differences ($p>0,05$) between the groups I, II and V, however the groups III and IV showed a significantly lower shear bond strength than the others. The group IV had better results than the group III. The debonded areas were observed in stereomicroscope. The results showed that the cohesive dentine failure ($n = 9$) had relation with the bond strength values average of (37,81MPa), followed by the cohesive resin failure (30,03MPa and $n = 40$) and the adhesive failure (17,42MPa e $n = 26$). Analyses of the resin-dentin interface, SEM, showed a homogeneous hybrid layer free of gaps for all adhesives systems. There was no relation between the hybrid layer thickness and the bond strength values.

Key-words: Self-etching priming system. Shear bond strength. Dentin bonding. Hybrid layer. Scanning electron microscopy.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Amostra de um espécime utilizado no experimento. Dente cortado (A), incluído em resina acrílica (B) e desgastado até a exposição da superfície dentinária. (C) Cilindro de PVC.	66
Figura 2 - Confeção do corpo-de-prova. Inserção de resina composta através da matriz de teflon (A) com condensador antiaderente.	68
Figura 3 - Corpo-de-prova (A) sendo submetido ao teste de cisalhamento. A lâmina de aço em meia lua (seta amarela) foi usinada especialmente e adapta-se à restauração de resina.	71
Figura 4 – Visualização dos resultados observados pelo teste de Wilcoxon (soma de postos, comparação dois a dois) após teste de RUC, entre diversos grupos experimentais.	81
Figura 5 – Visualização dos resultados obtidos com a comparação entre as falhas observadas, pelo teste de Wilcoxon (soma de postos, comparação dois a dois). Observa-se que a falha coesiva na dentina foi relacionada a valores mais elevados de RUC, seguido da falha coesiva na resina, e por último, da falha do tipo interfacial/adesiva.	86
Figura 6 – Imagem de fotomicrografia, amostra do GRUPO I – Falha coesiva na resina visualizada sob MEV com um aumento de 20 vezes (20X). Pode-se observar claramente Falha coesiva na resina, com presença de resina composta fraturada no bordo superior da área de adesão.	87
Figura 7 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO I – Falha coesiva na resina (aumento de 500 X da área demarcada na figura 6). Imagem mostrando a resina composta Clearfil APX (setas amarelas) fraturada sobre a superfície dentinária exposta (seta branca). Os filamentos que aparecem no canto esquerdo são artefatos.	87
Figura 8 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 6 em aumento de 200 vezes. Observam-se pequenas áreas de adesivo fraturado, que permaneceram sobre a dentina (parte superior central e direita do espécime).	88
Figura 9 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 6 em aumento de 1000 X. A superfície permaneceu recoberta com esfregaço dentinário, modificado e infiltrado pelo sistema adesivo. Podem-se observar apenas sombras dos túbulos dentinários, que aparentemente estão preenchidos. A falha da união entre a dentina e o adesivo provavelmente ocorreu no topo da camada híbrida.	88
Figura 10 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO II – Falha coesiva na resina (20 X). Observa-se no canto inferior esquerdo, resina composta fraturada sobre a superfície de adesão.	89
Figura 11 - Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO II – Falha interfacial/adesiva (1000 x). (A) Observam-se alguns túbulos dentinários vazios (setas brancas). (B) Visualização com as cores invertidas (imagem negativa). Nota-se o rompimento de alguns tags resinosos (setas brancas) juntamente com a camada adesiva que fraturou, se deslocando do espécime.	89
Figura 12 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO III – Falha interfacial/adesiva (20 X). A camada de adesivo permaneceu na superfície dentinária.	90
Figura 13 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO III – Falha interfacial/adesiva (1000 X). Observa-se que parte do adesivo (Ad) fraturou e parte permaneceu sobre o espécime.	90

Figura 14 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO III – Falha coesiva na resina (20 X) Tipo de falha coesiva na resina (setas brancas) ocorrida em três dos quinze espécimes do GRUPO III. A permanência de resina composta sobre a superfície dentinária foi pequena.....	91
(cerca de 5% da área de teste).....	91
Figura 15 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO IV – Falha interfacial/adesiva (20 x). ...	92
Figura 16 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte demarcada da amostra da FIG. 15 (1000 X). Podem se notar as aberturas dos túbulos dentinários preenchidos com material resinoso.....	92
Figura 17 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 15 (8000 X). Observa-se a abertura de um túbulo dentinário preenchida com material resinoso.....	93
Figura 18 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO V – Falha coesiva em dentina (20X). Ocorreu a fratura da dentina em toda a superfície da área do teste. De todos os grupos testados, esta fratura foi a de maior extensão.	93
Figura 19 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO V – Falha coesiva na dentina (250 X). Podem-se observar os túbulos dentinários fraturados no sentido longitudinal (metade superior) e transversal (metade inferior).....	94
Figura 20 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO V – Falha coesiva na dentina (500 X). Dentina fraturada com túbulos no sentido longitudinal.	94
Figura 21– Imagem de fotomicrografia (MEV modo BSE) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina vestibular em aumento de 250 X (A) e 1000 X (B). (A) Espécime tratado com o sistema adesivo (Ad) Clearfil SE Bond e restaurado com resina composta Clearfil APX (R) em corte de dentina (D) da face vestibular. Podem-se observar os túbulos dentinários cortados longitudinalmente, e a base da camada híbrida (CH) vista por baixo. A faixa escura no meio da amostra é um artefato. (B) Mesma amostra vista em maior aumento. Nota-se que o adesivo infiltrou na dentina seguindo o padrão longitudinal (setas).	95
Figura 22 – GRUPO I – Imagem de fotomicrografia (MEV) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina oclusal (300X). Espécime tratado com o sistema adesivo (Ad) Clearfil SE Bond e restaurado com resina composta Clearfil APX (R) em corte de dentina (D) da face oclusal. Os túbulos dentinários podem ser vistos dispostos perpendicularmente à restauração. Houve formação de tags de resina bastante regulares, apesar de não muito longos (entre 5 a 15µm).....	96
Figura 23 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 22 (A, 1000 X e B, 2000 X). Observam-se a presença de tags em toda a extensão da camada adesiva e formação de camada híbrida delgada (1,12 µm) mas uniforme. A camada de adesivo parece, apesar de pouco espessa (2,83 µm), estar bem aderida à resina composta e camada híbrida.....	97
Figura 24 – Imagem de fotomicrografia (MEV), aumento de 4000 X da área central da FIG. 23, B. Pode-se observar a anatomia dos tags, com base maior próximo da camada híbrida e comprimento aproximado de 8,61 µm. A mudança abrupta do diâmetro dos tags (seta) foi outra característica frequentemente observada. R= Resina, T= Tag, Ad= Adesivo.....	97
Figura 25 – GRUPO II – Imagem de fotomicrografia (MEV) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina oclusal (250 X). Espécime tratado com o sistema adesivo (Ad) Optibond Solo Plus SE e restaurado com resina composta Point 4 (R) em corte de dentina (D) da face oclusal. Os túbulos dentinários podem ser vistos dispostos perpendicularmente à restauração. Houve formação de uma camada híbrida (CH) contínua e uniforme, porém observam-se tags curtos e irregulares.....	98
Figura 26 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 25 no modo SE (1000 X). Observam-se a presença de tags curtos e irregulares e formação de camada híbrida delgada (1 µm a 1,35µm) e uniforme. A camada de adesivo (com carga) é relativamente espessa (12,3 a 12,9µm) e parece estar bem aderida à resina composta e à camada híbrida.	99
Figura 27 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 25 no modo SE (A, 1000 X e B, 4000 X). B) Aumento de 4000 X da área demarcada em A. Pode-se observar a anatomia dos tags, bastante irregulares e curtos. Apesar disto, parecem ter hibridizado com a dentina intratubular nas regiões mais próximas da camada híbrida. R= Resina, T= Tag, Ad= Adesivo.	99

- Figura 28 – GRUPO III – Imagem de fotomicrografia (MEV) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina oclusal (250 X). Espécime tratado com o sistema adesivo (Ad) Adper™ Prompt™ e restaurado com resina composta Z 250 (R) em corte de dentina (D) da face oclusal (250 X). Os túbulos dentinários podem ser vistos dispostos perpendicularmente à restauração. 100
- Figura 29 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 28 no modo SE (1000 X). Observa-se a camada híbrida uniforme (espessura média entre 2 a 4µm) e a formação de poucos tags de resina. CH= Camada Híbrida,, Ad= Adesivo, D= Dentina. 101
- Figura 30 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 28 no modo SE (4000 X). Aumento de 4000 X da amostra anterior. Observam-se tags curtos e irregulares. Aparentam poucos indícios de hibridização, mesmo próximo de suas bases. CH = Camada híbrida, T = Tag, Ad = Adesivo. 101
- Figura 31 – GRUPO IV – Imagem de fotomicrografia (MEV) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina oclusal (250 X). Amostra tratada com o sistema adesivo (Ad) Tyrian + Adesivo One Step Plus e restaurado com resina composta Pyramid (R) em corte de dentina (D) da face oclusal. Os túbulos dentinários podem ser vistos dispostos ligeiramente oblíquos à restauração. Houve formação de uma camada adesiva (Ad) contínua e uniforme. Nota-se grande quantidade de tags (T) resinosos. 102
- Figura 32 – Imagem de fotomicrografia (MEV), área central da FIG. 31 em maior aumento (1000 X, modo SE). Observa-se a camada híbrida uniforme (espessura média entre 4 a 6 µm) e a formação de muitos tags de resina, longos e finos a partir de 3µm de sua base. Notam-se fraturas destes tags nas camadas mais externas da amostra (setas brancas). CH = Camada Híbrida,, Ad = Adesivo, T = Tag. 103
- Figura 33 – Imagem de fotomicrografia (MEV), área central da FIG. 31 em aumento 1000 X, (A, modo SE e B, modo BSE). A) Mesma amostra da FIG. 32, imagem em BSE e aumento de 1000 X. Ficou nítida a distinção entre os adesivos Tyrian e One Step Plus, graças à presença de carga neste último. B) Imagem em SE e aumento de 1000 X. Observa-se a divisão entre os dois adesivos e o predomínio do adesivo Tyrian na formação da camada híbrida e tags resinosos. Ad = Camada adesiva, CH = Camada híbrida. 104
- Figura 34 – GRUPO V – Imagem de fotomicrografia (MEV) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina oclusal (400 X). Amostra restaurada em dentina (D) oclusal, com aplicação do sistema adesivo Optibond Solo Plus (Ad) + resina composta (R) Point 4. Nota-se a formação de uma uniforme camada híbrida (CH) e grande quantidade de tags, evidenciando o fato da união desta amostra ter sido feita em dentina mais profunda. 105
- Figura 35 – Imagem de fotomicrografia (MEV), área central da FIG. 34 em aumento 1000 X (A, modo SE) e 4000 X (B, modo BSE). A) Mesma amostra anterior (imagem em BSE, 1000 X). B) Ampliação da área demarcada em A (imagem em SE, 4000 X). Os tags (T) têm a base mais calibrosa próxima da camada híbrida (CH) e em forma de funil. Nesta área (base) eles parecem bem hibridizados. 105

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – GRUPO I – Adesivo Clearfil SE Bond + Clearfil APX.....	73
Tabela 2 – GRUPO II – Optibond Solo Plus SE + Resina Composta Point 4.....	74
Tabela 3 – GRUPO III – Adesivo Adper Prompt™ + Resina Composta Z 250.....	75
Tabela 4 – GRUPO 4 – Adesivo Tyrian™ SPE + One Step Plus + Resina Composta Pyramid.....	76
Tabela 5 – GRUPO V – CONTROLE - Adesivo Optibond Solo Plus + Resina Composta Point 4.....	77
Tabela 6 – Valores médios da resistência de união sob tensão de cisalhamento (MPa) nos diferentes grupos experimentais.....	78
Tabela 7 – Teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis aplicado para os grupos observados, após teste de RUC.....	79
Tabela 8 – Comparações entre os grupos (dois a dois) pelo teste de Wilcoxon.....	80
Tabela 9 – Tipo de falha observada, após a realização do teste de cisalhamento, nos diversos grupos experimentais (análise em lupa estereoscópica – aumento de 10 vezes).....	81
Tabela 10 – Valores médios de resistência de união, quando ocorreram falhas interfacial/adesiva, coesiva na dentina e coesiva na resina (em MPa).....	84
Tabela 11 – Resultados do teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis, aplicado para os grupos experimentais, quanto ao tipo de falha observada após o teste de RUC.....	85
Tabela 12 – Comparação pelo teste de Wilcoxon, de cada falha observada após fratura dos espécimes.....	85

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- Bis-GMA: Bisfenol-A diglicidil metacrilato
- BSE: (Back scattering electron) Elétrons retrodifundidos ou retroespalhados.
- HEMA: 2-hidroxietil metacrilato
- HPMA: Hidroxi-propil-metacrilato
- HMDS: Hexametildisilizano
- Kv: Quilo-volts
- LED: (Light emission diod) Diodo emissor de luz
- MDP: 10-ácido fosfórico metacrilatoiloxi-decametileno
- MEV: Microscopia eletrônica de varredura
- MET: Microscopia eletrônica de transmissão
- MMA: Metil metacrilato
- mm: milímetro
- mm/min: milímetro por minuto
- MPa: MegaPascal ou MegaPascals
- NPG-GMA: N-fenilglicina-glicidil metacrilato
- Phenyl-P: 2-ácido fosfórico metacrilatoiloxietil fenil
- RUC: Resistência de união sob tensões de cisalhamento
- RUT: Resistência de união sob tensões de tração
- RU μ T: Resistência de união sob tensões de microtração
- SE: (Scanning Electron) Elétrons de escaneamento ou de mapeamento
- UDMA: Uretano dimetacrilato
- μ m: micrometros
- °C: Graus Celsius

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
2	REVISÃO DA LITERATURA	22
2.1	O processo de adesão	22
2.1.1	Adesão	22
2.1.2	Adesão ao esmalte	23
2.1.3	Adesão à dentina	24
2.2	Os sistemas adesivos	27
2.2.1	Evolução dos sistemas adesivos	27
2.2.2	Sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes	31
2.2.3	Os sistemas adesivos e a hibridização do substrato dentinário	32
2.2.4	Fatores que interferem na adesão dos sistemas adesivos à dentina	35
2.2.4.1	Rugosidade superficial e esfregação dentinário	36
2.2.4.2	Umidade da dentina	38
2.2.4.3	Idade e profundidade da dentina	39
2.2.4.4	Esclerose dentinária	40
2.2.4.5	Dentina afetada por cárie	42
2.2.4.6	Fatores ambientais (temperatura/umidade)	42
2.2.4.7	Composição do <i>primer</i>	43
2.3	Pesquisas com sistemas adesivos autocondicionantes	44
2.3.1	Concentração do <i>primer</i> ácido	45
2.3.2	Resistência de união	46
2.3.3	Selamento marginal	53
2.3.4	Estudos <i>in vivo</i>	53
2.3.5	Sensibilidade técnica	55
2.4	Análise e mensuração das adesões dentinárias	55
2.4.1	Os testes de resistência de união	56
2.4.2	O teste de resistência de união ao cisalhamento (RUC)	58
2.4.3	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	61
3	PROPOSIÇÃO	64
4	MATERIAL E MÉTODOS	65
4.1	Preparo dos espécimes para o teste de RUC	65
4.2	Preparo para MEV	71

5	RESULTADOS	73
5.1	Resultados do teste de RUC	73
5.2	Resultados sob MEV	86
5.2.1	Análise do tipo de falha ocorrida	86
5.2.2	Análise da interface adesiva	94
6	DISCUSSÃO	106
6.1	Quanto à metodologia	106
6.2	Quanto aos resultados	111
6.3	Quanto à análise da interface adesiva	119
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	126
	APÊNDICE	132
	ANEXO	134

1 INTRODUÇÃO

A odontologia estética tem se desenvolvido muito nas últimas décadas. O surgimento dos sistemas adesivos tem contribuído para isto, possibilitando que se mantenha, quando da realização de uma restauração, o máximo de estrutura dental possível (CHAIN; BARATIERI, 1998).

Com o advento do condicionamento ácido da estrutura dental, preconizado por Buonocore (1955), conseguiu-se uma união mecânica entre a superfície tratada do esmalte e uma restauração de resina acrílica. Desde então, têm-se buscado aperfeiçoar diversas técnicas adesivas, objetivando a união efetiva da estrutura dentinária à restauração (VAN MEERBEEK et al., 1998). Os problemas causados pela ausência desta união efetiva, resultam na incapacidade de selamento dos materiais restauradores e ocasionam a microinfiltração. Esta, por sua vez, poderá originar a sensibilidade pós-operatória, o manchamento marginal e as cáries recorrentes, culminando na necrose pulpar do elemento dental (CHAIN; BARATIERI, 1998).

Apesar da evolução dos sistemas adesivos, a adesão segura e consistente da restauração à dentina ainda enfrenta algumas dificuldades, face ao seu alto conteúdo orgânico e de água, bem como sua densidade, orientação e diâmetro de seus túbulos dentinários (DUKE; LINDEMUTH, 1991; PERDIGÃO et al., 1996). Com isso, pesquisadores e fabricantes vêm continuamente buscando soluções, o que tem resultado no lançamento de um grande número de novos materiais restauradores e adesivos nos últimos anos.

Com esse processo evolutivo, os agentes de união, como foram inicialmente denominados os adesivos, foram se aperfeiçoando para "sistemas adesivos", com procedimentos de aplicação que exigiam vários frascos e inúmeros passos, tornando esta operação às vezes complexa (VAN MEERBEK et al., 1998).

A maior parte dos sistemas adesivos atuais utiliza um condicionamento ácido prévio aplicado sobre o esmalte e dentina. Este condicionamento, em dentina, é necessário para remover o esfarelamento dentinário e expor as fibras colágenas da matriz dentinária. Após a remoção do ácido, uma solução de monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos é aplicada sobre a dentina e esmalte, em uma ou várias camadas. Os monômeros hidrofílicos se difundem através da dentina desmineralizada, estabilizam-se pela rede hidratada de colágeno e deslocam a água pela volatilização do solvente (BOUILLAGUET et al., 2001). Logo após, o agente de união é aplicado sobre o esmalte e a dentina, e polimerizado, selando as estruturas desmineralizadas do dente e unindo-se ao material restaurador, formando no substrato dentinário uma estrutura conhecida como camada híbrida (PERDIGÃO; RITTER, 2001).

Com o intuito de diminuir o tempo operatório, simplificando os passos clínicos, novos produtos foram desenvolvidos (FINGER; FRITZ, 1996; FREEDMAN; GOLDSTEP, 1997), culminando com o lançamento de sistemas adesivos em que o *primer* e o agente de união estão contidos em um único frasco (FREEDMAN; GOLDSTEP, 1997; PERDIGÃO; RAMOS; LAMBRECHTS, 1997; FERRARI et al., 1998), e são aplicados sobre a estrutura dental previamente condicionada com soluções ácidas.

No entanto, alguns autores têm sugerido problemas nos sistemas adesivos que utilizam pré-tratamento ácido, principalmente nos sistemas de frasco único, quanto à capacidade de infiltração do adesivo no colágeno desmineralizado. Salientam que o adesivo não penetraria tão profundamente na dentina, quanto o ácido, durante o condicionamento prévio, foi capaz de penetrar, deixando uma porção basal de colágeno desprotegida e não envolta em resina

(WATANABE; NAKABAYASHI, 1993; NAKAGIMA et al., 1995; BURROW et al., 1996; FINGER; FRITZ, 1996). Esta zona de fragilidade seria suscetível à hidrólise através dos fluidos orais e dentinários, comprometendo a durabilidade da união e a força da adesão, ocasionando a microinfiltração e seus problemas decorrentes.

Sistemas que agem como condicionadores e adesivos ao mesmo tempo, denominados autocondicionantes (*self-etching primers*), podem ser uma solução, pois a dentina é desmineralizada e infiltrada pelos monômeros ao mesmo tempo (WATANABE; NAKABAYASHI; PASHLEY, 1994). Por outro lado, há controvérsias, pois alguns autores, como Perdigão et al. (1996) e Burrow et al. (1996), também questionam se estes novos sistemas adesivos são capazes de desmineralizar a dentina suficientemente para proporcionar formação da camada híbrida. Esta camada poderia ser de espessura limitada (BURROW et al., 1996), ou mesmo ausente, em algumas áreas da interface dentina/restauração (PERDIGÃO et al., 1996), resultando em perda de adesão e de resistência de união. Ou seja: os resultados apontam às vezes para um melhor desempenho dos adesivos de condicionamento total prévio (VAN MEERBEEK et al., 1998), e às vezes para os adesivos autocondicionantes (NAKAJIMA et al., 1995), incentivando novos estudos para elucidar dúvidas e verificar a resistência de união de novos sistemas *self-etching primers*.

Na realização destes estudos, os testes laboratoriais, *in vitro*, são cada vez mais utilizados, devido à rapidez com que novos sistemas adesivos são lançados no mercado odontológico, pois possibilitam prever resultados em relação ao desempenho clínico destes materiais. Além disso, um teste, *in vitro*, demanda menor consumo de tempo e mais baixo custo, quando comparado aos estudos realizados clinicamente (CHAIN et al., 2000).

O objetivo desta pesquisa foi determinar, *in vitro*, a resistência de união sob tensões de cisalhamento, dos sistemas adesivos autocondicionantes Clearfill SE Bond; Optibond Solo Plus SE; Tyrian™ SE associado ao uso do One Step Plus; Adper™ Prompt™ SE e de um

sistema adesivo de condicionamento total prévio de passo único: Optibond Solo Plus, o qual foi usado como controle (APÊNDICE 1).

2 REVISÃO DA LITERATURA¹

2.1 O processo de adesão

Na odontologia restauradora a obtenção de uma união adesiva, entre o material restaurador e a estrutura dental, permite tratamentos estéticos com um desgaste mínimo do dente envolvido (CHAIN; BARATIERI, 1998). No entanto, o processo de adesão abrange uma série de detalhes, e para melhor entendimento deste processo, faz-se necessário compreender alguns conceitos básicos.

2.1.1 Adesão

Segundo Erickson (1992), o processo de adesão pode ser definido como sendo o estado no qual duas superfícies de composições moleculares diferentes, unem-se por forças de atração, sejam elas químicas, físicas ou mecânicas. Quando mecânicas, a adesão ocorre por aprisionamento físico do material em outro corpo, dentro de cavidades naturais ou artificiais. A adesão química pode ser obtida pelas forças de valência primária, como por exemplo, ligações covalentes e metálicas. Já a adesão física depende das forças de valência secundárias: forças de Van der Waals, forças de Dispersão de London, e pontes de hidrogênio (NAKABAYASHI; PASHLEY, 2000).

¹ Baseada na NBR 10520: 2002 da ABNT

Para que ocorra adesão, é necessário que haja uma proximidade bastante grande entre os materiais que se pretende aderir. Portanto, uma condição primordial é a capacidade de molhamento (umedecimento) do líquido num material sólido. Este molhamento irá permitir a aproximação necessária entre dois materiais diferentes, facilitando a atração molecular e propiciando adesão química ou mecânica. (ERICKSON, 1992).

Na clínica odontológica, quando se unem materiais poliméricos à dentina, como os adesivos dentinários e a resina composta, têm-se a ocorrência de adesão mecânica, ou seja: na restauração de um dente, a utilização de sistemas adesivos promove um entrelaçamento mecânico entre o material resinoso e as estruturas dentais (NAKABAYASHI; PASHLEY, 2000).

2.1.2 Adesão ao esmalte

O esmalte dental é uma superfície sob a qual facilmente podem ser aderidos diversos tipos de materiais. Através de um condicionamento ácido, obtém-se a partir de uma superfície lisa e suave, uma outra bastante irregular, o que aumenta sua energia livre de superfície em até duas vezes, facilitando os mecanismos de adesão. No momento em que uma resina adesiva é colocada sobre o esmalte condicionado, os monômeros penetram para dentro das irregularidades ali existentes, resultando na formação de *tags* resinosos, os quais poderão ter entre 10 e 20µm de extensão, dependendo do tempo de condicionamento ácido (ASMUSSEN; MUNKSGAARD, 1988).

O condicionamento ácido do esmalte envolve a aplicação de uma substância ácida, geralmente ácido fosfórico, em concentrações que variam entre 30% e 40%, por um período de 10 a 15s devendo ser lavado na seqüência, por um tempo suficiente para eliminá-lo completamente da superfície. Este pré-tratamento do esmalte com ácido pode ser simplificado com o uso de monômeros hidrofílicos acídicos, capazes de atacar e penetrar o esmalte

simultaneamente. Estes agentes condicionam e impregnam o esmalte/dentina ao mesmo tempo, razão de sua denominação como autocondicionantes. Porém o poder de atuação destes produtos, freqüentemente é menos intenso do que o dos condicionadores ácidos habituais, resultando em menores profundidades de desmineralização (TOLEDANO et al., 2001).

Com relação a estas diferenças no padrão de condicionamento do esmalte, com pré-tratamento ácido ou sistemas autocondicionantes, Torri et al. (2002) observaram que, nos resultados obtidos com testes de resistência de união sob tensões de tração (RUT) ao esmalte humano, os sistemas adesivos autocondicionantes (Clearfil SE Bond e Unifil Bond) tiveram valores similares aos sistemas que utilizam condicionamento prévio com ácido fosfórico (Scotchbond Multi-Purpose e Single Bond). Observações na microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostraram que os sistemas autocondicionantes criaram um padrão de condicionamento menos visível na superfície do esmalte, do que o realizado com os sistemas convencionais. Nas interfaces resina-esmalte, uma camada espessa de penetração de *tags* resinosos foi observada com o uso do ácido fosfórico, enquanto que a utilização dos autocondicionantes criou uma fina lâmina de penetração de resina.

2.1.3 Adesão à dentina

Diferentemente do esmalte, a dentina é um tecido vivo. É a fase mineralizada do complexo dentina-polpa. Sua estrutura química inclui componentes orgânicos e inorgânicos, e isto possibilita uma estrutura física altamente complexa que varia com sua profundidade (GARBEROGLIO; BRÄNNSTROM,1976; BURROW et al., 1994). Como resultado, os problemas associados com a união dentinária são mais difíceis de serem resolvidos (AL-SALEHI; BURKE, 1997).

A dentina tem uma estrutura tubular altamente orientada e a densidade de número de túbulos varia com a distância da polpa. Sua composição é de aproximadamente 70% de minerais, 20% de matéria orgânica e cerca de 10% de fluidos (DUKE; LINDEMUTH, 1991). Sua estrutura consiste de túbulos dentinários circundados por uma dentina altamente mineralizada (dentina intratubular), envolvidos em uma matriz dentinária (dentina intertubular), e é basicamente formada por colágeno embebido em cristais de apatita (NAKABAYASHI; PASHLEY, 2000).

O conteúdo mineral da dentina é constituído principalmente por cristais de hidroxiapatita, menores que os do esmalte, e semelhantes aos do cimento e do osso humano. Já a parte orgânica é formada quase que totalmente por colágeno (DUKE; LINDEMUTH, 1991). Os fluidos presentes na estrutura dentinária são, em sua maior parte, constituídos por água, e se encontram dentro dos túbulos dentinários e dispersos entre a matriz colágena. Portanto, a dentina vital é bastante úmida e esta umidade aumenta com a proximidade pulpar, na medida em que aumentam a densidade e o diâmetro dos túbulos dentinários (GARBEROGLIO; BRÄNNSTRÖM, 1976; PASHLEY; CARVALHO, 1997).

Segundo Garberoglio e Brännström (1976), numa investigação sob MEV, o número de túbulos próximo ao esmalte é de 10.000 a 25.000 túbulos por mm^2 , e próximo da polpa este número pode chegar entre 30.000 e 40.000/ mm^2 . Assim também, o diâmetro dos túbulos próximo da junção amelo-dentinária é em média de 0,8 μm e próximo da polpa chega a 2,5 μm .

Os túbulos dentinários correm radialmente da câmara pulpar em direção à junção amelo-dentinária na coroa. A quantidade de túbulos dentinários e dentina intratubular aumentam com a proximidade da polpa, na mesma proporção em que a dentina intertubular diminui, o que significa dizer que praticamente não há dentina intertubular próximo da polpa (GARBEROGLIO; BRÄNNSTRÖM, 1976, PASHLEY; CARVALHO, 1997). Porém a

média do conteúdo mineral acaba sendo semelhante na dentina superficial e profunda (NAKABAYASHI; PASHLEY, 2000).

Outro aspecto importante dos túbulos dentinários é a presença dos prolongamentos odontoblásticos no terço mais próximo da polpa. Tais processos são as células formadoras de dentina, que se enfileiram entre a polpa e a pré-dentina. A pré-dentina é uma camada de dentina recém-formada e ainda não mineralizada, que está sempre presente nesta região, visto que a formação de dentina ocorre durante toda a vida do dente (MJÖR; FEJERSKOV, 1990).

A dentina é uma estrutura altamente permeável, podendo-se destacar a existência de dois tipos de permeabilidade dentinária: a intratubular e a intertubular. A permeabilidade intratubular ou transdental, explica o movimento dos fluidos dentro dos túbulos dentinários, e é responsável pela sensibilidade dentinária ou dor. A permeabilidade intertubular seria a existente entre os túbulos dentinários. Com o ataque ácido da dentina, além de ocorrer um aumento da permeabilidade intratubular, há a remoção do conteúdo mineral da dentina intertubular até uma profundidade de 2 a 7µm, criando trajetórias de difusão (PASHLEY; CARVALHO, 1997).

Para se obter uma boa união e selamento da dentina, as resinas devem se infiltrar tanto na dentina intratubular quanto na intertubular, formando vilosidades de resina e uma camada híbrida uniforme e contínua, a fim de prevenir a microinfiltração. Idealmente, as resinas devem ser capazes de substituir completamente a água em torno das fibrilas colágenas, envolvendo-as até o máximo da extensão da desmineralização, reforçando suas propriedades físicas e protegendo-as do ataque hidrolítico (PASHLEY; CARVALHO, 1997). Este processo de adesão à dentina também envolve uma modificação de sua superfície. Através do condicionamento ácido, a fase mineral da dentina é solubilizada até uma certa profundidade, expondo a rede de fibras colágenas da matriz, a qual fica mais elástica e desprotegida, devendo ser impregnada pelos adesivos dentinários (NAKABAYASHI; PASHLEY, 2000).

2.2 Os sistemas adesivos

2.2.1 Evolução dos sistemas adesivos

Desde o início da odontologia adesiva, um grande número de adesivos ou sistemas adesivos, tem sido lançado no mercado odontológico. Para facilitar o entendimento da evolução destes materiais, pesquisadores e fabricantes costumam agrupá-los em gerações ou categorias. De forma cronológica podemos ter os adesivos reunidos em seis gerações, como descrito a seguir:

- **Primeira Geração:** estes primeiros adesivos surgiram no final dos anos 60 e foram muito utilizados nos anos 70. Tinham em sua composição o monômero N-fenilglicina-glicidil metacrilato (NPG-GMA.), desenvolvido por Bowen em 1965. Estes sistemas preconizaram o condicionamento ácido da dentina, com ácido clorídrico a 7%, por 60s, com a finalidade de remover o esfregaço dentinário. Este procedimento aumentava o fluxo de fluidos no interior dos túbulos dentinários, deixando a dentina mais úmida. Como o NPG-GMA é de natureza hidrofóbica, a adesão obtida por estes sistemas foi inconsistente e fraca, com resistência de união entre 1 e 3 MegaPascals (MPa). Como exemplos podemos citar o sistema adesivo Cervident (SS White, EUA), e o Cosmic Bond (Cosmic Detray, Brigton, Reino Unido) (BOWEN, 1965).
- **Segunda Geração:** nestes sistemas adesivos, havia a presença de compostos fosfatados, grupamentos hidrofóbicos como o Bisfenol-A diglicidil Metacrilato (Bis-GMA), e hidrofílicos como o 2-hidroxietil metacrilato (HEMA). Preconizaram a união ao cálcio, pelo grupamento clorofosfato, e a não remoção do esfregaço dentinário. Mostraram obter uma força de união de 5 a 7MPa, o que

acabava por ser equivalente ao do esfregaço dentinário (EICK et al., 1991). Exemplos destes sistemas: Scotchbond (3M Dental Products, St. Paul, Minn., EUA) e Bondlite (Sybron/Kerr, Orange, Ca., EUA).

- **Terceira Geração:** nesta geração surgiu o conceito da utilização de um *primer* na dentina, que conseguia dissolver ou modificar ligeiramente o esfregaço dentinário, fazendo penetrar a resina. Este *primer* apresentava características ligeiramente ácidas, e aumentava a capacidade de molhamento da superfície dentinária. Podiam ser divididos em sistemas adesivos que modificam ou substituem o esfregaço dentinário (RIBEIRO; MONNERAT, 2001). Modificam: Scotchbond II (3M Dental Products, St. Paul, Minn., EUA); XR Bond (Kerr Co., Orange, Ca., EUA); Prisma Universal Bond 2 (Caulk). Substituem: Gluma Dentin Bond (Bayer); Tenure (Den Mat, Inc., Santa Maria, Calif., EUA).
- **Quarta Geração:** estes sistemas utilizam o condicionamento ácido total da dentina e esmalte. São compostos por múltiplos frascos e compreendem vários passos. Após o condicionamento, geralmente realizado com ácido fosfórico entre 30% e 40% de 10 a 15s, a superfície dental é lavada com o intuito de remover totalmente a solução ácida. Na seqüência o *primer* é aplicado sobre a dentina úmida. O *primer*, desta geração, contém resinas hidrofílicas e hidrofóbicas, água para dar poder de molhamento, álcool ou acetona, para evaporar a água de sua composição e a inerente da própria dentina. O sucesso clínico da quarta geração dos sistemas adesivos tem sido atribuído à habilidade dos *primers* de difundirem-se para dentro da dentina desmineralizada (fibras colágenas expostas) e com sua polimerização subsequente produzir, o que tem sido chamado, zona de resina impregnada (AL-EHAIDEB; MOHAMED, 2000). Esta zona mista de colágeno e resina, denominada camada híbrida, proporciona um

embricamento micromecânico, sendo o mecanismo básico de união destes, e de outros sistemas adesivos. (NAKABAYASHI; PASHLEY, 2000; TORRES; ARAÚJO, 2000).

A aplicação da resina adesiva permite a estabilização da camada híbrida, e formação dos *tags* resinosos nos túbulos dentinários abertos, permitindo seu adequado selamento. Ela é composta principalmente de monômeros hidrofóbicos, como o BIS-GMA, e menor quantidade de monômeros hidrofílicos. Estes adesivos apresentaram ótimos resultados de resistência de união com valores acima de 20MPa. Exemplos de adesivos da quarta geração: Tenure All-Surface Bonding System (Den Mat, Inc., Santa Maria, Calif., EUA), Scotchbond Multi-uso (3M Dental Products, St. Paul, Minn., EUA); Optibond (Kerr Co., Orange, Ca., EUA); All Bond (Bisco, Inc., Schaumburg, IL, EUA); Solid Bond (Kulzer), (NAKABAYASHI NAKAMURA; YASUDA, 1991; GWINNETT, 1993).

- ***Quinta Geração:*** a complexidade e a sensibilidade da técnica de aplicação dos sistemas adesivos de múltiplos frascos levaram os fabricantes a desenvolverem sistemas adesivos que buscassem simplificar passos e procedimentos clínicos. Assim surgiram os sistemas adesivos de frasco único, que consistem na combinação do *primer* com a resina adesiva. Estes sistemas mantêm um balanço nas concentrações de monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos, permitindo sua impregnação simultânea na rede de colágeno desmineralizado, para formação da camada híbrida e adesão à resina composta (KANCA III, 1996).

Os adesivos de quinta geração têm poucos componentes e requerem menos passos de aplicação do que os das gerações anteriores. Contudo, isto não deve levar à conclusão de que estes produtos são necessariamente mais fáceis e

rápidos de trabalhar do que os adesivos de gerações anteriores. Pelo contrário, com estes adesivos as instruções de uso, que nem sempre são claras, devem ser seguidas tanto ou mais meticulosamente do que nas gerações prévias. Além disso, seu calcanhar de Aquiles é que eles requerem aplicação pela técnica úmida. A diferença entre um substrato dentinário muito seco, o que significa fibras colágenas colapsadas, ou do outro lado, muito úmido, o que resultará em bolhas de água dentro da camada adesiva, é muito limitado (TAY et al., 2002). Então, um pequeno desvio do, não muito bem explicado, grau de umidade requerido previamente à aplicação e polimerização do adesivo, pode resultar na redução da eficácia de união (FRITZ; FINGER, 1999).

Como exemplos desta geração podemos citar: Optibond Solo Plus (Kerr Co., Orange, Ca., EUA); Bond 1 (Jeneric/Pentron Inc, Wallingford, Conn., EUA); One Step (Bisco Inc, Itasca, Ill., EUA), Prime & Bond 2.1 (Caulk/Dentsply, Milford, Del., EUA), Single Bond (3M Dental Products, St. Paul, Minn., EUA); Tenure Quick (Den Mat, Inc., Santa Maria, Calif., EUA).

- **Sexta Geração:** o desenvolvimento de sistemas adesivos autocondicionantes representa uma nova estratégia de adesão, e se baseia na dissolução e fixação da lama dentinária, através da impregnação de monômeros hidrofílicos levemente acídicos. O *primer*, nestes sistemas, possui uma concentração de monômeros acídicos mais elevada do que o *primer* presente nas outras gerações de adesivos. A acidez fraca destes produtos minimiza a desmineralização do esmalte e da dentina, e pode ser inversamente proporcional à capacidade tampão exibida por estes substratos (LOPES et al., 2002). Sobre o esmalte, por serem ácidos fracos, têm gerado uma certa insegurança, pois o padrão de desmineralização é diferente do habitualmente observado com o condicionamento ácido convencional

(PERDIGÃO et al., 1997; TORII et al., 2002). Porém, independente destas observações muitos sistemas adesivos autocondicionantes têm obtido valores altos de resistência de união (WATANABE; NAKABAYASHI; PASHLEY, 1994; KUGEL; FERRARI, 2000; TOLEDANO et al., 2001).

Em dentina, estes adesivos impregnam o esfregaço dentinário fixando-o dentro do túbulo e inserindo-o na camada híbrida. Há formação de *tags* de resina, porém estes são curtos e geralmente apenas sua base é hibridizada. Na dentina intertubular, dissolvem a lama dentinária, realizando uma desmineralização de cerca de 0,5 a 1µm na dentina subjacente, depositando simultaneamente os monômeros resinosos e formando uma fina camada híbrida (SANO et al., 1999; KOIBUCHI; YASUDA; NAKABAYASHI, 2001).

Os sistemas autocondicionantes podem ser de um ou dois passos. Em alguns sistemas, como o Clearfil SE Bond, ou o Optibond Solo Plus SE, a aplicação do *primer* autocondicionante precede a aplicação da resina adesiva. Já nos sistemas One Up Bond F e no AdperTM PromptTM, o fabricante recomenda que uma gota do frasco A e uma gota do frasco B sejam misturadas, e imediatamente aplicadas sobre a superfície a ser restaurada.

Alguns exemplos de adesivos autocondicionantes: Clearfil SE Bond (Kuraray Co., Ltd., Kita-Ku, Osaka, Japan); Optibond Solo Plus SE (Kerr Co., Orange, Ca., EUA); TyrianTM SPE (Bisco Inc, Itasca, Ill., EUA), AdperTM PromptTM (3M Dental Products, St. Paul, Minn., EUA).

2.2.2 Sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes

Uma outra forma de denominar os sistemas adesivos, atualmente, seria por tipo de condicionamento do substrato dentinário e número de passos utilizados para a aplicação do sistema adesivo. Assim podemos ter os sistemas convencionais, que utilizam condicionamento prévio à aplicação do sistema adesivo, com aplicação do ácido e posterior

lavagem e secagem do substrato dental; e os autocondicionantes, em que o passo do condicionamento ácido está integrado à aplicação do *primer* ou do adesivo, não sendo necessário lavar, nem secar (YOSHIYAMA et al. 1998). Dentro destas categorias podemos ter múltiplos passos, se o *primer* representar um passo em separado da aplicação do agente de união, ou passo único, quando o *primer* for aplicado ao mesmo tempo em que o agente de união (NAKABAYASHI; PASHLEY, 2000). No caso dos sistemas autocondicionantes, alguns autores costumam afirmar que estes deveriam ser os únicos considerados de passo único, pois o condicionamento ácido, a aplicação do *primer* e do adesivo acontecem todos ao mesmo tempo (KUGEL; FERRARI, 2000). Por ser uma denominação mais simples, será utilizada no decorrer desta revisão, e posteriormente na discussão.

2.2.3 Os sistemas adesivos e a hibridização do substrato dentinário

Embora nos diversos sistemas adesivos existentes alguns diferentes tipos de condicionadores, *primers* e resinas adesivas sejam utilizados, o mecanismo de união da grande maioria destes sistemas é de notável semelhança. A remoção ou modificação por ataque ácido do esfregaço dentinário, abre os túbulos dentinários, aumenta a permeabilidade e desmineraliza a dentina intra e intertubular. A profundidade de desmineralização acaba sendo afetada por vários fatores, tais como: o potencial hidrogeniônico (pH); a concentração, a viscosidade e o tempo de aplicação da solução ácida (WALSHAW; McCOMB, 1995).

A profundidade de condicionamento ácido deve ser controlada, de acordo com a capacidade de penetração do sistema adesivo que está sendo utilizado. Idealmente, o sistema adesivo deve ser capaz de penetrar em toda a dentina desmineralizada.

Dörfer et al. (2000) avaliando o fenômeno da nanoinfiltração em dentina humana, com o uso de sistemas adesivos convencionais, observaram um aumento significativo na

profundidade de penetração do corante, quando maiores tempos de condicionamento ácido foram utilizados (entre 15 e 30s). Estes resultados fortalecem a hipótese de que a nanoinfiltração está situada na dentina parcialmente desmineralizada que não é infiltrada completamente pelo sistema adesivo, ou seja, a nanoinfiltração é devida, em parte, a uma discrepância entre a profundidade do condicionamento e a profundidade da penetração do adesivo.

O tratamento ácido aparentemente cria uma trilha de difusão para o adesivo resinoso nos espaços interfibrilares. Porém, a remoção dos cristais de hidroxiapatita deixa uma malha de colágeno desmineralizado que pode colapsar e encolher devido à perda de suporte inorgânico (WALSHAW; McCOMB, 1995). O processo de lavar e secar com ar a dentina, após o pré-tratamento ácido, pode conduzir a este colapso formando um resíduo protéico de fibras colágenas, que diminui a resistência de união dos sistemas adesivos convencionais (KANCA III, 1996).

Durante a secagem com ar, a água que ocupa os espaços previamente preenchidos por cristais de hidroxiapatita é perdida pela evaporação, resultando em decréscimo do volume ocupado pela rede de colágeno. A técnica da adesão úmida, nos sistemas convencionais, impede o colapso desta matriz orgânica, pois a água é hábil em reter a armação colagenosa e manter a porosidade intertubular, essencial para permitir a difusão dos monômeros resinosos (KANCA III, 1996; PERDIGÃO et al., 1999).

Nos sistemas autocondicionantes, como o *primer* autocondicionante não é lavado após sua aplicação, a parte ácida é neutralizada em algum ponto pelos íons cálcio e fosfato, liberados durante a desmineralização. Portanto, esta desmineralização é autolimitante, na medida em que um aumento na concentração destes íons tende a limitar a dissolução da apatita mais profundamente (GORDAN et al., 1997).

Em todos os sistemas, a infiltração da superfície dentinária pelo *primer* é necessária para facilitar a penetração da resina adesiva. Isto deverá resultar no selamento e encapsulamento das fibras colágenas, e remanescentes dos cristais de hidroxiapatita, nas camadas superficiais de dentina. Nos casos em que o condicionador ácido é lavado, um *primer* contendo um ou mais monômeros de resinas hidrofílicas é aplicado (NAKABAYASHI; PASLHEY, 2000).

Moléculas de HEMA, presentes em várias composições de *primers*, contêm dois grupos funcionais: o grupo hidrofílico com afinidade pelas superfícies dentinárias, e os grupos hidrofóbicos com afinidade para resina (GORDAN et al., 1997). O *primer* molha e penetra na malha de colágeno, elevando-o para o seu nível original, incrementando a energia livre de superfície e, conseqüentemente, a capacidade de umedecimento do substrato dentinário.

No último passo para o processo de união resina/dentina, uma resina fluida é aplicada sobre a dentina, copolimerizando com o *primer* para formar uma camada intermisturada de colágeno-resina, denominada camada híbrida. Esta camada foi primeiramente descrita por Nakabayashi; Nakamura; Yasuda (1991) e é tida como sendo o mecanismo de união fundamental da maioria dos sistemas adesivos correntes. Além de propiciar uma adequada retenção mecânica à restauração de resina composta, provavelmente também é provida de um coeficiente de elasticidade que contribui para a manutenção da união (LOPES et al., 2002).

O ataque ácido reduz o módulo de elasticidade da dentina. Alguns monômeros como o uretano dimetacrilato (UDMA) podem dar ao adesivo uma elasticidade intermediária, diminuindo a carga de estresse local na interface. Devido aos monômeros não serem solúveis em água, há interesse na inclusão deles em solventes orgânicos (GREGOIRE; AKON; MILLAS, 2002).

Para diminuir a contração de polimerização e aumentar as propriedades mecânicas, alguns fabricantes incluem nanopartículas na composição dos adesivos. Estudos têm mostrado que tais partículas podem ocupar os espaços microscópicos na camada híbrida e também penetrar para dentro do túbulo e participar na formação do *tag* (GREGOIRE; AKON; MILLAS, 2002). O *tag* é uma infiltração de resina para dentro do túbulo que forma uma digitação intratubular e melhora a ancoragem mecânica, ajudando a união. A ancoragem mecânica é maior, quando a resina está em contato com as paredes do túbulo numa grande área (PERDIGÃO et al., 1996). Além deste papel, os *tags* resinosos ajudam a assegurar a biocompatibilidade da resina pela limitação da exposição pulpar e dos movimentos dos fluidos (BOUILLAGUET et al., 2001; GREGOIRE; AKON; MILLAS, 2002).

A morfologia dos *tags* resulta de sua interação com os elementos orgânicos da dentina intratubular após a desmineralização, e é influenciada pela composição da resina. De um ponto de vista mecânico, os *tags* terão menor mobilidade se estiverem em contato com as paredes dos túbulos, aumentando a força friccional e melhorando a retenção. Para prevenir a microinfiltração, os *tags* devem estar em contato direto com a camada híbrida, e não deverá haver limite entre a resina que forma esta camada, e sua continuação para dentro do túbulo (GREGOIRE; AKON; MILLAS, 2002).

2.2.4 Fatores que interferem na adesão dos sistemas adesivos à dentina

É importante para o pesquisador conhecer e avaliar todos os fatores que interferem e modificam o processo de adesão. Muitas destas variáveis devem ser controladas e discutidas após a obtenção dos resultados, para que estes expressem, da melhor maneira, o comportamento de um material (PECORA et al., 2002). Assim sendo, alguns fatores que podem interferir diretamente no processo de adesão foram selecionados e revisados.

2.2.4.1 Rugosidade superficial e esfregaço dentinário

A forma como uma superfície dental é desgastada ou cortada, produz diferentes rugosidades superficiais e depósitos remanescentes. Tais depósitos, também chamados de lama ou esfregaço dentinário, compreendem debris orgânicos e inorgânicos dos tecidos dentais, como pequenas partículas de colágeno mineralizado, cristais de hidroxiapatita, sangue, saliva e microorganismos. Estas camadas existem independente do tipo de instrumentação, ou da maneira pela qual os instrumentos cortantes são utilizados (GWINNETT, 1984), porém, a qualidade e a quantidade deste esfregaço dentinário são influenciados pelas condições de operação, onde as pontas diamantadas de granulação grosseira, usadas secas, produzem depósitos mais espessos. O esfregaço dentinário não está firmemente aderido, nem é contínuo sobre o substrato. Não contribui, portanto, no processo de união com o material restaurador, sendo por isso, freqüentemente, removido ou modificado (GWINNETT, 1984).

Os efeitos da rugosidade da superfície dentinária na resistência de união à dentina são controversos. Muitos dos estudos, *in vitro*, são realizados em espécimes que tiveram sua superfície dentinária aplainada progressivamente, sob irrigação, até granulação 600 com lixas de papel, mesmo com pouca evidência de que esta seja uma superfície ideal, ou que proporcione certa previsibilidade (NIKAIDO et al., 2002).

Buscando verificar os efeitos da rugosidade superficial dentinária, sobre a resistência de união à dentina de um agente adesivo, McInnes et al. (1990) realizaram um experimento comparando 5 grupos (n = 15) formados por superfícies de dentina oclusal planificadas com lixas d'água de diversas granulações: 60; 320; 600; 600 com óxido de alumínio; e 320 com broca carbide # 245. Os resultados mais altos alcançados no teste de resistência de união sob tensões de cisalhamento (RUC) à dentina, utilizando um sistema adesivo que modifica o esfregaço dentinário, foram obtidos com o uso de lixa 600 mais óxido de alumínio (p<0,01).

Os resultados deste estudo não correlacionaram positivamente a rugosidade superficial com o aumento na resistência de união.

Com relação aos efeitos do esfregaço dentinário, Gwinnett e Kanca III (1992) compararam em um estudo, *in vitro*, dois sistemas de união que modificaram ou preservaram o esfregaço dentinário, com dois sistemas que o removiam. Os melhores resultados, com o teste de RUC à dentina, foram obtidos com a utilização de sistemas adesivos que removiam o esfregaço dentinário. Nestes sistemas, a utilização de *primers* e de agentes de união resultou na difusão dos monômeros adesivos para dentro dos túbulos, e aparentemente dentro da dentina intertubular, formando uma camada híbrida ácido-resistente. A secagem da dentina com algodão, ao invés de ar, contribuiu para o aumento da RUC.

Um ano após, Gwinnett (1993) avaliou a contribuição da infiltração de resina/hibridização para a união dentinária, de um sistema adesivo de condicionamento ácido prévio. Os valores da RUC mais elevados foram obtidos após a remoção do esfregaço dentinário. O autor sugeriu que a infiltração de resina para dentro do tecido, tanto em esmalte quanto em dentina, pôde contribuir em aproximadamente um terço da RUC, do sistema adesivo utilizado no experimento.

Tay et al. (2000) realizaram um estudo ultra-estrutural da influência da acidez dos *primers* autocondicionantes e da espessura do esfregaço dentinário, na união à dentina intacta. Concluíram que os *primers* autocondicionantes criaram uma fina camada que incorporou o esfregaço dentinário. A suspeita que o esfregaço dentinário pode interferir com a difusão dos *primers* autocondicionantes, para dentro da camada de dentina intacta subjacente, não foi confirmada.

Com o propósito de investigar os efeitos do esfregaço dentinário sobre a resistência de união à tração (RUT) à dentina humana, utilizando sistemas adesivos autocondicionantes (AC), Koibuchi; Yasuda; Nakabayashi (2001) realizaram um experimento, *in vitro*, em dentes

humanos hígidos. Os resultados mostraram uma diminuição significativa dos valores da RUT, para os espécimes confeccionados sobre dentina polida com lixas de granulação 180, do que com lixas de granulação 600. O esfregaço dentinário mais espesso influenciou negativamente na atuação do sistema adesivo.

No mesmo ano, Ogata et al. (2001) realizaram um experimento para verificar os efeitos do preparo cavitário com diferentes brocas carbide e pontas diamantadas, sobre a resistência de união da dentina tratada com sistemas adesivos autocondicionantes. Semelhantemente ao trabalho anterior, estes autores verificaram uma queda acentuada dos valores de resistência de união, quando brocas de granulação mais grosseira, ou pontas diamantadas, foram utilizadas, comparativamente aos resultados obtidos com lixas de granulação 600. O esfregaço dentinário deixado pela ponta diamantada foi mais espesso do que o deixado pela lixa 600. Os valores de resistência de união foram do maior para o menor: lixa 600 > broca metálica 600 > broca metálica 703 > ponta diamantada (granulação de 100µm). Os autores sugeriram que a seleção do tipo de instrumento cortante, utilizado no preparo da cavidade, pode ser importante no aumento da união à dentina, quando da aplicação de sistemas autocondicionantes.

2.2.4.2 Umidade da dentina

A umidade é um fator prioritário, na obtenção de adesões dentinárias, de sistemas adesivos convencionais (KANCA III, 1992). Tem sido demonstrado que após o ataque ácido, lavagem e secagem, e posterior aplicação do *primer* na dentina, uma camada densa de fibras colágenas pode estar recobrendo as superfícies dentinárias, tornando mais difícil a penetração da resina adesiva. Da mesma forma, um substrato dentinário muito úmido, pode conter uma grande quantidade de água residual, o que também dificulta a penetração da resina (PASHLEY; CARVALHO, 1997; NAKABAYASHI; TAKARADA, 1992).

Sistemas adesivos com *primers* que usam acetona como solvente, podem requerer um substrato dentinário úmido para produzir adequada união. A acetona persegue e desloca a água de dentro dos canais teciduais e microporosidades, para dentro dos quais a resina penetra e forma um relacionamento físico, extremamente fechado, com a microestrutura tecidual (GWINETT; KANCA III, 1992). Estes produtos podem ser extremamente sensíveis à quantidade de água sobre a superfície dentinária, e mesmo uma quantidade pequena de secagem pode ter uma influência significativa na redução da resistência de união. Maiores tempos de secagem, e menores distâncias da seringa ao substrato dentinário, podem afetar negativamente a resistência de união (KANCA III, 1996). Por outro lado, se a dentina ficar muito molhada, também afetará adversamente os resultados de adesão nos sistemas convencionais (NAKABAYASHI; PASHLEY, 2000).

2.2.4.3 Idade e profundidade da dentina

Um fator que pode afetar a adesão é a diminuição da condução hidráulica (permeabilidade) da dentina com o passar do tempo. Em pacientes jovens, maior condução é observada devido à fina dentina intratubular e pouca deposição da camada de cristais, os quais se depositam continuamente e podem produzir oclusão dos túbulos com o aumento da idade do dente (TAGAMI et al., 1993).

Burrow et al. (1994) investigaram os efeitos da idade e profundidade da dentina na RUT de quatro adesivos comerciais. Verificaram que espécimes unidos à dentina profunda mostraram somente diminuição desprezível da resistência, e concluíram que a profundidade de dentina teve pouca influência na resistência de união. Porém, a profundidade tem sido descrita como uma variável que influencia, devido ao maior número de túbulos por unidade de área e pelo aumento no diâmetro destes, o que fez com que os autores conjecturassem que as condições dos espécimes de dentina esclerótica, os quais careciam de fluido pulpar, podem

ter contribuído para a não diferença. Além disso, sugeriram que sistemas adesivos mais recentes, como os autocondicionantes, podem ser menos influenciados pela profundidade da dentina, e que a resistência de união deve estar mais relacionada à qualidade da camada de dentina impregnada.

Com o objetivo de avaliar a influência da distância da polpa na resistência de união da dentina em diferentes localizações, Konishi et al. (2002) realizaram um experimento, *in vitro*, em molares humanos hígidos. Os autores verificaram a hipótese de que não haveria diferença, na resistência de união sob cisalhamento, entre as localizações bucal, central e lingual do dente, avaliadas em três diferentes profundidades, externa, média e pulpar. Fatias da dentina coronária dos espécimes foram preparadas, de localizações a partir do centro ou abaixo das cúspides dos dentes. Estes espécimes foram testados no modo de cisalhamento, nas várias distâncias da polpa, em uma máquina Instron 4444, com uma velocidade de cruzeta de 5mm/min. Os valores médios verificados ficaram entre 52,7MPa próximo da polpa, e 76,7MPa próximo da junção esmalte-dentina. Nenhuma diferença foi encontrada entre as localizações bucal, central ou lingual, contudo a resistência limite da dentina, a forças de cisalhamento próximas da polpa, foi significativamente mais baixa. Com base nestes resultados, os autores sugeriram que as propriedades da dentina coronária variam com a distância da polpa, e que podem afetar a adesão e outros aspectos da dentística restauradora.

2.2.4.4 Esclerose dentinária

Mudanças fisiológicas e patológicas pós-eruptivas resultam no processo de esclerose dentinária com o passar do tempo, originando obliteração dos túbulos dentinários, e uma dentina intertubular mais mineralizada do que a dentina normal (DUKE; LINDEMUTH, 1991). Isto pode resultar em uma camada ácido resistente, comprometendo os processos de

condicionamento, principalmente quando sistemas adesivos autocondicionantes forem utilizados (BURROW et al., 1994; KWONG et al., 2002).

Kwong et al. (2002) realizaram um experimento, *in vitro*, avaliando a resistência de união sob tensões de microtração (RU μ T) em dentina normal ou esclerótica, de um sistema autocondicionante, Clearfil Liner Bond 2V (Kuraray Co. Ltd., Osaka, Japan), com ou sem o uso de condicionamento prévio com ácido fosfórico a 40%. Foram realizadas restaurações em lesões cervicais não cariosas, e lesões cervicais artificiais em dentina saudável, avaliando as localizações oclusal, apical e gengival. De acordo com as condições testadas, a resistência de união à dentina saudável foi significativamente maior do que à dentina esclerótica ($p < 0,05$). Na dentina esclerótica, apenas o grupo que utilizou condicionamento com ácido fosfórico na localização gengival, foi significativamente superior ao grupo de mesma localização sem condicionamento ácido prévio. Análise fractográfica revelou que o *primer* autocondicionante não pôde atacar abaixo da camada superficial hipermineralizada da dentina esclerótica. Com o uso de ácido fosfórico, a camada híbrida foi vista quando as camadas escleróticas superficiais eram finas. Remoções incompletas da aparência esclerótica foram evidentes em ambos os grupos. Os autores sugeriram que a remoção da camada superficial de dentina esclerótica ou o condicionamento com ácidos fortes, ou ambos, podem ser benéficos para a obtenção de resistências de união mais fortes à dentina.

Ainda neste trabalho, Kwong et al. (2002) discutiram sobre alguns fatores que podem ter influenciado o decréscimo na resistência de união na dentina esclerótica tais como: inabilidade do *primer* autocondicionante ultrapassar a superfície ultramineralizada da lesão, particularmente quando a espessura desta camada era superior a 0,5 μ m (não havia formação de camada híbrida); inabilidade de remover a camada esclerótica superficial que oblitera os túbulos dentinários, e conseqüentemente, a falta de uma formação efetiva do *tag* resinoso; o

envolvimento bacteriano dentro da camada adesiva pode introduzir defeitos, que enfraqueceriam a resistência de união a tração da resina adesiva polimerizada.

2.2.4.5 Dentina afetada por cárie

Nakajima et al. (1999) avaliaram a resistência de união de *primers* autocondicionantes em dentina normal ou afetada por cárie. Dois dos sistemas adesivos (Clearfil Liner Bond 2 e Clearfil Liner Bond 2V) produziram alta resistência de união em dentina normal, mas foram significativamente mais baixos em dentina afetada por cárie. A camada híbrida formada teve a metade da espessura em dentina normal, com relação à dentina afetada por cárie, em todos os autocondicionantes testados. Segundo os autores, isto pode ser devido ao fato da dentina intertubular afetada por cárie, ser mais permeável à aplicação do *primer* do que a dentina normal, pelo fato de ser menos mineralizada e mais porosa. Mesmo observando que a camada híbrida na dentina afetada foi mais espessa, a resistência de união de ambas as versões do Clearfil Liner Bond 2, foram mais baixas do que aquelas da dentina normal, indicando não haver uma correlação entre espessura de camada híbrida e resistência de união da resina.

2.2.4.6 Fatores ambientais (temperatura/umidade)

Besnault e Attal (2002) observaram o comportamento de dois sistemas adesivos, Clearfil SE Bond (SE) e Scotchbond Multi Purpose Plus (SBMP), quando utilizados sob condições extremas do meio ambiente: alta umidade (95%) e temperatura elevada (35°C). Observaram que estas condições podem afetar a adesão de restaurações de resina composta ao substrato dentinário, aumentando significativamente o índice de microinfiltração em dentina. Segundo os autores, nestas condições extremas, pode ocorrer a diluição dos componentes do *primer* devido à condensação de vapor na superfície dentinária. Maiores temperaturas e

umidade relativa do ar podem reduzir a evaporação de água do *primer* do SBMP. A proporção de evaporação da água de misturas de HEMA/água foi inversamente proporcional às condições relativas de umidade do meio ambiente. Quanto mais alta a umidade, mais baixos os percentuais de evaporação de água residual do *primer* do adesivo (no caso do SBMP) o que pode induzir uma dispersão das moléculas de HEMA e limitar a propagação da reação de polimerização. Embora o comportamento de ambos os sistemas adesivos tenha sido pior em condições extremas, do que em condições ambientais, o sistema Clearfil SE Bond pareceu ser menos influenciado, principalmente em dentina.

2.2.4.7 Composição do *primer*

Nakabayashi e Takarada (1992) avaliaram os efeitos do HEMA no tratamento da dentina bovina, previamente à aplicação da resina adesiva. As superfícies dentinárias foram aplainadas com lixas de granulação 600 e desmineralizadas com soluções de 10% de ácido cítrico/ 3% de cloreto férrico, ou apenas 10% de ácido cítrico. Verificaram que houve um aumento na resistência de união com a aplicação do HEMA, e que este aumento foi dependente do tempo de aplicação. A análise sob MEV revelou que, com a aplicação do HEMA após os dois tipos de condicionamento, houve a formação de uma zona de transição de dentina reforçada por resina, chamada de camada híbrida. Estes resultados mostraram que a aplicação do HEMA, no substrato dentinário, aumenta a difusão dos monômeros e o embricamento com os componentes da dentina, facilitando a formação da camada híbrida.

Perdigão et al. (1999) compararam, *in vitro*, a RCU de novos sistemas adesivos convencionais de frasco único. Verificaram que o sistema adesivo One Coat Bond, apesar de não ter nenhum solvente orgânico (apenas 5% de água) obteve bons resultados de resistência de união tanto em esmalte, quanto em dentina (28,4 e 20,6Mpa, respectivamente). Os autores salientaram que a recomendação dos fabricantes de esfregar a superfície dentinária por 20s

durante a aplicação do adesivo, é necessária para propiciar a penetração da mistura de monômeros para dentro da dentina desmineralizada.

Perdigão e Frankenberger (2001) verificaram os efeitos de solventes e tempos de reumedecimento na adesão à dentina com testes de RU μ T. Sessenta molares humanos foram divididos em 4 grupos, com sistemas adesivos contendo diferentes solventes na composição do primer: (I) EBS-Multi (a base de água); (II) Excite (a base de álcool); (III) Prime & Bond NT (a base de acetona); (IV) Single Bond (a base de água e álcool). Foram avaliados em cinco condições de umidade dentinária diferentes. Na condição úmida, os resultados variaram entre 26,2MPa no grupo 3, e 29,5MPa no grupo IV. Na condição seca (secagem da dentina por 15s) os resultados foram piores com os grupos III, II e IV (7,9; 8,3 e 12,7Mpa, respectivamente). O sistema adesivo EBS-Multi, com solvente a base de água, obteve média de 24,1MPa mesmo na condição seca, e manteve altas as médias de RU μ T quando alguma umidade estava presente. Os sistemas adesivos dos grupos II, III e IV, somente alcançaram as médias obtidas com a dentina úmida, quando a dentina foi reumedecida por 30s. Os autores concluíram que a resistência de união, em casos de reumedecimento, dependeu do tipo de solvente presente no sistema adesivo e do tempo de reumedecimento da dentina.

2.3 Pesquisas com sistemas adesivos autocondicionantes

As pesquisas envolvendo os sistemas adesivos autocondicionantes foram divididas por assunto e cronologicamente, a fim de facilitar a compreensão do texto e auxiliar na localização das informações.

2.3.1 Concentração do *primer* ácido

Os sistemas adesivos autocondicionantes se diferenciam dos demais, pela possibilidade de realizar o condicionamento do esmalte e dentina, através da utilização de maiores concentrações de monômeros ácidos, sem a necessidade de lavar e secar (NAKABAYASHI; PASHLEY, 2000).

Em um dos primeiros experimentos com *primer* autocondicionante, Watanabe; Nakabayashi; Pashley (1994) observaram a união à dentina desgastada pela utilização de um *primer* contendo 2-ácido fosfórico metacrilóiloxietil fenil (Phenyl-P). Neste estudo foram utilizadas soluções com maiores concentrações de Phenyl-P em 30% de HEMA, como condicionadores da dentina, a fim de melhorar a união de resinas adesivas ao esfregaço dentinário. A máxima resistência de união foi obtida com a concentração de 20% de Phenyl-P em 30% de HEMA. Quando aplicado sobre a superfície dentinária, este sistema resinoso desmineralizou o esfregaço dentinário e incorporou-o dentro da resina adesiva, a qual penetrou pouco, criando uma camada híbrida que continha o esfregaço dentinário original. Os autores concluíram que este sistema autocondicionante oferece algumas vantagens sobre os sistemas de união convencionais, por permitir que uma única solução sirva como condicionador e como um *primer*.

Hayakawa; Kikutake; Nemoto (1998) investigaram a efetividade do tratamento com *primers* autocondicionantes, na adesão da resina composta à dentina e ao esmalte, variando a concentração do Phenyl-P (P) e 10-ácido fosfórico metacrilóiloxi-decametileno, MDP (M), e o tempo de aplicação utilizado. Os autores verificaram que a resistência de união à dentina foi significativamente maior após maiores concentrações dos *primers*. Para a concentração de 30P e 30M, um tempo de 15s alcançou bons resultados. Já para a concentração de 20P e 30M, o tempo de 30s foi melhor. O tempo de 60s, em geral, diminuiu os valores obtidos com o teste de RUT. Sob MEV, foi observado que o esfregaço dentinário foi parcialmente dissolvido pelo

tratamento com os *primers* acídicos, e a camada híbrida formada teve uma espessura entre 1 e 1,5µm. Os autores concluíram que um *primer* contendo Phenyl-P ou MDP alcança bons resultados, sendo um material promissor para restaurações com resina composta.

Miyasaka e Nakabayashi (1999) realizaram um experimento, *in vitro*, utilizando um sistema autocondicionante combinado com um condicionamento prévio, de ácido etilenodiaminotetracético (EDTA) em dentina bovina. Estes autores observaram sob MEV, que a profundidade de desmineralização da dentina dependeria do tempo de condicionamento e da concentração ácida do *primer* de Phenyl-P/HEMA utilizado. Maiores concentrações de Phenyl-P, e o aumento do tempo de aplicação do *primer* de 10 a 60s, aumentaram a espessura de dentina hibridizada de 1 a 3µm, porém diminuíram a resistência de união à tração. Isto confirmou a hipótese de que não há correlação entre a espessura de dentina hibridizada e a RUT.

2.3.2 Resistência de união

Barkmeier; Los; Triolo (1995) avaliaram um sistema adesivo autocondicionante, *in vitro*. No teste de RUC, foram preparadas, em molares humanos, 25 superfícies em esmalte e em dentina, com lixas de granulação 600. O sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2 foi usado em conjunto com a resina composta Clearfil APX. Após 24 h de estocagem a 37 graus Celsius (°C), os espécimes foram submetidos ao teste de RUC, usando uma máquina de testes universal Instron com uma velocidade de cruzeta de 5mm/min. A resistência de união ao esmalte foi significativamente maior do que a resistência à dentina ($28,2 \pm 4,9$ e $19,4 \pm 3,1$ MPa, respectivamente). A avaliação sob MEV mostrou a penetração do adesivo em ambas as superfícies testadas, sendo a espessura aproximada do filme de adesivo entre 8 e 10µm (solução autocondicionante e adesivo). Os autores concluíram que o sistema adesivo utilizado

produziu altos valores de resistência de união para esmalte e dentina, exibindo pouca microinfiltração e sendo de fácil manipulação.

Burrow et al. (1996) compararam a força de união sob tensões de tração (RUT), entre a dentina coronal e radicular de dentes bovinos. Utilizaram neste experimento 4 sistemas adesivos, dois com ataque ácido prévio (All Bond 2 e Super Bond D-Liner), e dois autocondicionantes (Clearfil Liner Bond II e Probond). No teste de RUT, valores mais baixos para dentina coronária foram encontrados com o adesivo All Bond 2, enquanto que com o adesivo Clearfil Liner Bond II, os valores para a dentina radicular foram menores ($p < 0,01$). Pro-Bond e Super-Bond D Liner não tiveram diferenças estatísticas ($p > 0,05$). Sob MEV, a camada híbrida pôde ser observada em todos os sistemas adesivos estudados, com nenhuma diferença aparente entre coroa e raiz. No caso do Pro-Bond, quando o esfregaço dentinário não foi removido, pareceu que o *primer* infiltrou e causou sua hibridização. Os autores descreveram a fratura do espécime após o teste de RUT, na base ou no topo da camada híbrida. Quando a fratura ocorre na base da camada híbrida, provavelmente, é por ser este o elo mais frágil da interface entre o dente e a resina adesiva. Isto ocorreu para o All-Bond 2, e talvez tenha sido ocasionado pelo ataque do ácido fosfórico e penetração insuficiente da resina adesiva, na dentina desmineralizada. Os autores sugeriram que as diferenças na força de união estejam relacionadas com os diferentes mecanismos de adesão de cada material, bem como as possíveis variações nos substratos dentinários da coroa e da raiz.

A fim de avaliar a força de união de sistemas adesivos autocondicionantes, e observar a interface dentina-resina sob MEV, Yoshiyama et al. (1998) utilizaram vários dentes humanos cortados e preparados para estudo de região por região. Os autores aplicaram os sistemas Clearfil Liner Bond 2 (LB2, Kuraray) ou Fluoro Bond (FB, Shofu) sobre as diversas regiões do dente (esmalte, dentina coronária, dentina cervical, dentina do um terço médio da raiz e dentina do um terço apical da raiz) e cobertos com resina composta. Os dentes

foram cortados e expostos ao teste de RUT. As duas marcas de sistemas adesivos obtiveram maiores valores de RUT em dentina coronária, cervical e da parte média da raiz, e piores na dentina da parte apical da raiz e esmalte. Sob MEV, os autores observaram que a espessura da camada híbrida foi semelhante nos dois sistemas (cerca de $1\mu\text{m}$), sendo também menor na dentina da parte cervical e no esmalte. A diferença na aparência da camada híbrida pôde ser explicada pelo fato da dentina da raiz ser mais esclerótica, e assim, menos solúvel em ácido, diminuindo a espessura da camada. Estes resultados mostraram que estes sistemas adesivos produzem boa adesão à dentina coronária, cervical e média da raiz, mas a união ao esmalte e dentina apical pode ser melhorada.

Prati et al. (1998) avaliaram a RUC e a morfologia interfacial dentina-resina de alguns sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes. Os sistemas autocondicionantes avaliados exibiram os mais altos valores de resistência de união, apesar da pouca espessa camada de dentina infiltrada por resina observada sob MEV. Os autores verificaram que não houve uma correlação da resistência de união com a espessura e a morfologia da camada híbrida.

Com o propósito de investigar os efeitos do esfregaço dentinário sobre a resistência de união à tração (RUT) à dentina humana, utilizando sistemas adesivos autocondicionantes, Koibuchi; Yasuda; Nakabayashi (2001) realizaram um experimento, *in vitro*. Dentes humanos foram lixados com lixas de granulação 180 ou 600. Um sistema adesivo autocondicionante, Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray, Osaka, Japan), foi aplicado, e cada superfície dentinária foi restaurada com resina composta. Espécimes confeccionados em forma de mini-halteres (3,0mm x 2,0mm) foram estocados em água a 37°C por 24h antes do teste de RUT ser executado a uma velocidade de cruzeta de 1,0mm/min. Os resultados mostraram uma diminuição significativa dos valores de RUT para os espécimes confeccionados sobre dentina

polida com lixas de granulação 180. O esfregaço dentinário mais espesso influenciou negativamente no desempenho do sistema adesivo.

Toledano et al. (2001) avaliaram a RUC de compostos resinosos à dentina e ao esmalte usando três sistemas adesivos, dois dos quais autocondicionantes. A capacidade de umedecimento dos *primers* destes sistemas adesivos foi avaliada em dentina superficial e profunda. Na avaliação da adesão dentinária, os autores utilizaram 60 dentes hígidos extraídos de humanos, que tiveram suas superfícies dentinárias aplainadas com lixas de granulação 600, imediatamente após a junção cimento-esmalte, ou próximo da polpa. Receberam a aplicação do adesivo/resina composta como segue: Grupo I, Clearfil SE Bond/Clearfil APX (CSEB); Grupo II, Etch & Prime/Degufill (E&P); Grupo III, Scotchbond Multi-Purpose Plus/Z 100 (SBMP). A restauração foi executada dentro de um molde (dispositivo de Watanabe), que estabelecia uma área de adesão circular com diâmetro de 4mm. Os resultados mostraram não haver diferença significativa entre os ângulos de contato na dentina superficial ou profunda. Os sistemas CSEB e E&P apresentaram ângulos de contato maiores do que o SBMP. CSEB obteve as maiores médias de RUC em esmalte (19,6MPa, \pm 6,2), em dentina superficial (15,4MPa, \pm 5,9) ou profunda (17,9MPa, \pm 6,2), quando comparado aos outros sistemas adesivos. Os autores sugeriram que o uso dos sistemas autocondicionantes pode ser uma alternativa ao uso do pré-tratamento com ácido fosfórico, reduzindo os passos e o tempo necessário para os procedimentos de união.

No mesmo ano Hagge e Lindemuth (2001) avaliaram a RUC de resinas compostas utilizadas para confecção de núcleos de preenchimento, unidas à dentina com 9 sistemas adesivos diferentes, 3 destes, autocondicionantes. Cilindros de compósito para núcleo de preenchimento (2,38mm diâmetro) foram unidos à dentina úmida de acordo com as especificações dos fabricantes. Os espécimes foram estocados em água a 37°C por uma semana, termociclados (5°C a 55°C, 30s em cada banho, 1000 ciclos), e retornaram a

estocagem em água por uma noite. Foram testados em uma máquina de testes universal com velocidade de cruzeta de 1,0mm/min, sendo os resultados registrados em MegaPascal. Os autores verificaram que os sistemas adesivos dentinários, em ordem de média decrescente de resistência de união foram: Optibond Fl > One Step, All-Bond 2, Clearfil SE, Amalgambond Plus > Single Bond, Optibond Solo PLus, Tenure > Scotchbond MP. Concluíram que nenhuma relação previsível pode ser encontrada entre a formulação geral dos adesivos dentinários e os valores de resistência de união ao cisalhamento. Os autores sugeriram que os clínicos avaliem o sistema adesivo a ser utilizado com resinas autopolimerizáveis ou de presa dual, ficando atentos a possíveis incompatibilidades existentes entre os materiais, decorrentes de suas particularidades químicas, que podem levar a falhas prematuras na restauração.

Takahashi et al. (2002) realizaram um estudo, *in vitro*, com o propósito de avaliar a relação entre a $RU_{\mu T}$ e as propriedades mecânicas dos adesivos resinosos. Superfícies coronárias planas de dentes humanos foram tratadas com quatro sistemas adesivos autocondicionantes (Clearfil SE Bond, Unifil Bond, Tokuso Mac-Bond II e Imperva Fluoro Bond) e uma resina composta. Após 24 h de estocagem em água a 37°C, os espécimes foram cortados e submetidos ao teste de $RU_{\mu T}$ com uma velocidade de cruzeta de 1mm/min. Os sistemas adesivos testados tiveram valores similares de resistência de união à dentina que correlacionou-se com a resistência final a microtração da resina adesiva. Porém, nenhuma correlação foi observada entre a nanodureza ou o módulo de Young, também verificados neste experimento. Os autores discutiram o fato de que, as três propriedades mecânicas estudadas, talvez possam indicar a capacidade potencial das resinas adesivas em resistir aos estresses após completa polimerização.

Bouillaguet et al. (2001) realizaram um experimento avaliando a força de adesão de resina composta à dentina usando sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes. Foram utilizadas superfícies radiculares planificadas de dentes bovinos, reconstruídas com

resina composta e preparadas para o teste de RU μ T. Os valores (em MPa) de resistência de união obtidos foram os seguintes: Scotchbond Multi Purpose ($30,3 \pm 9,4$), Optibond FL ($22,4 \pm 4,3$), Scotchbond 1 ($18,9 \pm 3,0$), Prime e Bond NT ($18,3 \pm 6,9$), Asba S. A. C. ($14,4 \pm 2,9$), Excite ($13,8 \pm 3,7$) e Prompt L-Pop ($9,1 \pm 3,3$). O sistema adesivo convencional Scotchbond Multi Purpose obteve as maiores forças de adesão. As forças baixas de adesão relatadas com o uso do Prompt L-Pop podem indicar que, o material de componente simples, não pode ainda preencher todos os requisitos para a produção de camadas adesivas efetivas.

Arruda (2002) avaliou a RUC à dentina, *in vitro*, de três sistemas adesivos, dois autocondicionantes (One Up Bond F e Clearfil SE Bond) e um de condicionamento ácido prévio (Single Bond). Pré-molares hígidos de humanos foram seccionados no sentido mesio-distal, montados em cilindros de resina acrílica e aplainados com lixas de granulação decrescente (220, 400 e 600). Os sistemas adesivos e respectivas resinas compostas foram aplicados sobre os espécimes formando três diferentes grupos (n=15). Os excessos do adesivo foram removidos, após fotoativação, com o auxílio de lâminas de bisturi. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento em uma máquina de Ensaio Universal - Instron (Modelo 4444), com uma velocidade de cruzeta de 1mm/min. Os resultados foram analisados estatisticamente (ANOVA e "t" de Benferroni). Os valores médios de resistência ao cisalhamento foram de 23,07Mpa para o sistema adesivo Single Bond, 20,80MPa para o sistema adesivo One UP Bond F e de 35,68MPa para o sistema adesivo Clearfil SE Bond. O autor concluiu que o sistema adesivo Clearfil SE Bond apresentou média de resistência ao cisalhamento superior as médias obtidas pelos sistemas One UP Bond F e Single Bond, sendo que estes não foram diferentes entre si.

Com o objetivo de avaliar, *in vitro*, a durabilidade e modos de fratura da interface dente-resina em dentina humana, Nikaido et al.(2002) realizaram um estudo com testes de RU μ T, após períodos de termociclagem e cargas cíclicas de fadiga. No grupo A, a dentina

coronal foi desgastada com lixa de granulação 600, sendo o sistema adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond-2V aplicado, e a coroa reconstruída com resina composta Clearfil AP-X. No grupo B, cavidades classe I foram preparadas com pontas diamantadas, e restauradas com os mesmos produtos. Os autores observaram uma diminuição da resistência de união dente-resina, após a realização dos testes, apenas no grupo B. Os autores concluíram que o preparo da superfície, o fator C, o substrato e as características do esfregaço dentinário influenciaram fortemente a resistência de união, após testes de termociclagem e fadiga.

Tay et al. (2002) realizaram um experimento em dentina humana hígida, *in vitro*, com a finalidade de verificar a hipótese de que a $RU_{\mu T}$, de sistemas adesivos autocondicionantes de passo único, são adversamente afetadas pelo retardo na fotoativação da resina composta, e que tal fenômeno somente ocorre na presença de água do lado do substrato na interface de união. Os resultados mostraram que quando unidos à dentina hidratada, a ativação retardada da polimerização da resina composta não teve nenhum efeito no adesivo do grupo controle (convencional de múltiplos passos), mas a $RU_{\mu T}$ dos adesivos autocondicionantes de passo único foi significativamente menor ($p < 0,05$). Este efeito adverso não foi observado nos experimentos em substratos dentinários desidratados ou de resina composta. As modificações morfológicas, observadas sob MEV e em Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET), foram verificadas apenas na interface entre resina composta e interface adesiva. Os autores sugeriram que os adesivos autocondicionantes de passo único agem como membranas semipermeáveis, que permitem à água difundir da dentina hidratada aderida, para uma zona intermediária entre o adesivo e a resina composta não polimerizada. A passagem de gotículas de água ao longo da superfície da camada de adesivo polimerizado e a emulsão dos componentes resinosos não polimerizados, provavelmente explicam o

comprometimento da resistência de união dos adesivos de passo único, quando do retardo da polimerização da resina composta.

2.3.3 Selamento marginal

Gordan et al. (1997) avaliaram o selamento marginal proporcionado com o uso de dois sistemas adesivos autocondicionantes em dentes humanos, *in vitro*, com ou sem condicionamento ácido prévio, em cavidades classe V restauradas com resina composta. Os resultados mostraram que os sistemas adesivos autocondicionantes (Clearfil Liner Bond 2 e Denthesive II) tiveram resultados similares quanto à capacidade de selamento marginal, tanto em esmalte quanto em dentina, quando comparados com o grupo controle (Scotchbond Multipurpose). A utilização de condicionamento ácido prévio não proporcionou resultados diferentes quanto ao selamento marginal.

Torres e Araújo (2000) realizaram uma pesquisa, *in vitro*, comparando através da análise de microinfiltração marginal, o desempenho de dois sistemas adesivos de frasco único (Single Bond e One Step) e dois sistemas autocondicionantes (Clearfil Liner Bond 2 e Etch & Prime 3,0). Os resultados apresentados pelos autores mostraram que, apesar dos sistemas de frasco único terem tido escores menores de infiltração do que os autocondicionantes, diferença estatística foi observada apenas entre o Single Bond e o sistema Etch & Prime, que mostrou piores resultados e maior grau de infiltração marginal.

2.3.4 Estudos *in vivo*

Sano et al. (1999) realizaram um estudo, *in vivo*, para avaliar a durabilidade da união dentina-resina na cavidade oral, e para testar a hipótese de que a interface adesiva poderia mostrar mudanças morfológicas, *in vivo*, com o passar do tempo. Cavidades dentinárias rasas

cervicais foram preparadas em 12 dentes de macaco, e restauradas com Clearfil Liner Bond II e resina composta Clearfil Photo Posterior. Os dentes foram extraídos em três momentos: imediatamente, 180 ou 360 dias após as restaurações. Um dia após as extrações, os espécimes de microtração foram confeccionados e submetidos ao teste de RU μ T com uma velocidade de cruzeta de 1mm/min. As superfícies de falhas da união foram observadas com um microscópio eletrônico do tipo *Field-emission* (FE-SEM). A medição da força adesiva ficou estável em aproximadamente 19MPa em todos os períodos avaliados. As observações das falhas superficiais, sob MEV, revelaram porosidades por cima da camada híbrida e na parte interna da resina adesiva, que aumentaram com o passar do tempo.

Milia; Lallai; Godoy (1999) realizaram um experimento, *in vivo*, em terceiros molares humanos programados para extração, com o objetivo de avaliar aspectos ultra-estruturais, em microscopia eletrônica de transmissão (MET), após o uso de condicionamento da cavidade com ácido fosfórico, ou com um *primer* autocondicionante, Clearfil Liner Bond 2 (LB2), ou ambos. Os dentes tiveram cavidades Classe I preparadas com brocas esféricas em alta-rotação, numa profundidade de 2mm na superfície oclusal. As cavidades foram restauradas com resina composta após o condicionamento com ácido fosfórico e LB2 no grupo A, uso do LB2 no grupo B, ou sobre a lama intacta no grupo C (controle). Os resultados mostraram que o uso do *primer* autocondicionante impediu mudanças morfológicas significativas no substrato que pudessem interferir com o mecanismo de adesão. Condições morfológicas adversas foram observadas quando houve um excesso de água sobre a superfície dentinária.

2.3.5 Sensibilidade técnica

Além da economia de tempo e de passos clínicos, os sistemas autocondicionantes não são tão sensíveis à técnica de aplicação, como os sistemas adesivos convencionais (GORDAN et al., 1997).

Schulze et al. (2003) verificaram a sensibilidade à técnica de um adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond (CL) e de um sistema de prévio ataque ácido, Single Bond (SB). Neste estudo os autores avaliaram os efeitos da hidratação destes adesivos em três condições: 1) dentina super molhada; 2) dentina seca; e 3) dentina visivelmente úmida;. Os resultados mostraram que o sistema adesivo CL apresentou altos valores de resistência de união sob todas as condições testadas ($31,9\text{MPa} \pm 9,6$; $35,8\text{MPa} \pm 5,1$; $31,1 \pm 10,3$, respectivamente). O sistema SB apresentou melhores resultados ($24,4\text{MPa} \pm 4,9$) em dentina úmida e resultados estatisticamente inferiores nas outras duas condições. Os autores sugeriram que o sistema CL deve ser menos sensível a técnica do que o SB.

2.4 Análise e mensuração das adesões dentinárias

A análise das adesões dentinárias é mais bem estabelecida em estudos, *in vitro*, do que, *in vivo*. Nas análises, *in vivo*, é possível testar a efetividade de sistemas de união dentinária, pelo controle e acompanhamento de pacientes em longo prazo, no qual estes sistemas são usados, por exemplo, para unir materiais resinosos à dentina em restaurações de cavidades Classe V. Contudo, a maioria destes estudos estará testando a efetividade da união a ambos, esmalte e dentina. Portanto, é nos testes, *in vitro*, que podemos determinar

corretamente a resistência de união atual de um dado sistema, ao substrato dentinário (AL-SALEHI; BURKE, 1997).

2.4.1 Os testes de resistência de união

Os testes laboratoriais tentam simular forças oclusais aplicadas à restauração, as quais devem ser uma combinação de forças de cisalhamento, tração, compressão e flexural. Por isso mesmo, é fácil entender porque nenhum teste por si só, pode satisfatoriamente prever o comportamento intra-oral de um sistema adesivo (AL-SALEHI; BURKE, 1997).

Os testes usados mais freqüentemente para examinar a resistência de união de resinas compostas à dentina são os testes de resistência de união sob tensões de tração, cisalhamento e microtração (RUEGGBERG, 1991)

Procedimentos convencionais de testes de resistência ao cisalhamento e de resistência à tração utilizam áreas de união com diâmetro entre 3 e 5mm. Devido ao tamanho da área de união, quando a dentina é usada como substrato dentinário em combinação com os adesivos desenvolvidos recentemente, com leituras de valores de resistência de união superiores a 15MPa, estes testes, segundo Eick et al. (1997 apud FRANKENBERGER et al., 2002), freqüentemente produzem estresses não uniformes, resultando em rompimento da dentina.

Uma outra crítica feita atualmente, com relação a estes testes, é que o modo de fratura do adesivo está num plano pré-determinado, que não coincide necessariamente com o plano criado pelo adesivo. Por esta razão, a dispersão nos resultados registrados, que pode alcançar 40%, apesar de ser mais baixa nos testes de cisalhamento do que nos testes de tração, é mais alta do que nos testes de microtração (AL-SALEHI; BURKE, 1997).

Os testes de microtração, por serem realizados em áreas pequenas de adesão, de cerca de 1mm^2 , promovem menores tensões na interface dente/restauração, resultando em

valores mais elevados de resistência de união, e as falhas observadas são geralmente adesivas. Porém, o fato de serem realizados, muitas vezes, a partir de restaurações em superfícies planas, reduz problemas decorrentes do fator cavidade (fator C), o que pode resultar em menores alterações quando os espécimes são expostos a testes de termociclagem e tensões de fadiga, simulando valores mais elevados, do que aqueles que ocorreriam em restaurações de Classe I (NIKAIIDO et al., 2002).

Em uma revisão de literatura, Rueggberg (1991) descreveu inúmeras variáveis que devem ser consideradas nos testes dos materiais adesivos à estrutura dental. O autor, com base nesta revisão, sugeriu que o substrato ideal para união deveria ser a dentina humana vital, seguida da dentina humana extraída (estudos, *in vitro*). O tempo de armazenagem pós-extração, idealmente, deve ser de no máximo 6 meses e de preferência em timol aquoso. Após o preparo do espécime e depois da aplicação do material restaurador, a armazenagem em água e estufa a 37°C parece bem indicada.

Após uma outra revisão, Al-Salehi e Burke (1997) sugeriram que os experimentos de RUC fossem realizados da seguinte forma: em dentes humanos, molares ou pré-molares e estocados em solução salina 37°C; em superfícies dentinárias preparadas por pontas diamantadas; com uma velocidade de carga de 5mm/min; sob condições fisiológicas simuladas da pressão hidrostática pulpar; após 5min, 24h, e em intervalos regulares até 1 ano; após 500 ciclos de termociclagem entre 5°C e 55°C. Além disso, as seguintes variáveis, segundo estes autores, deveriam ser registradas: número de ciclagens térmicas; espessura do filme de adesivo; profundidade da dentina; condição da superfície dentinária; se um ou mais operadores fizeram o trabalho experimental; o modo de falha e os valores de resistência de união.

2.4.2 O teste de resistência de união ao cisalhamento (RUC)

A resistência de união ao cisalhamento de um material pode relacionar-se com sua habilidade em prevenir a microinfiltração. Retief; Mandras; Russell (1994) realizaram um experimento no qual verificaram a RUC de vários sistemas adesivos convencionais, e buscaram relacionar os valores de resistência de união mensurados, com a ocorrência de microinfiltração marginal. Os autores correlacionaram um valor mínimo, de resistência de união, entre 21 e 24MPa, como sendo necessário para eliminar a microinfiltração na interface dentina/adesivo/resina. Além disso, observaram a ocorrência de um grande número de falhas coesivas em dentina. Salientaram que os valores de resistência de união relacionados com estas falhas, não refletem a verdadeira resistência de união da dentina subjacente, pois o pré-tratamento com ácido, realizado antes da aplicação dos sistemas adesivos, enfraquece a dentina superficial resultando em fratura dentro desta.

A delimitação do sistema adesivo também pode interferir nos resultados de união. Em um estudo de RUC à dentina decídua, Rodrigues (2000) utilizou lâminas de bisturi na remoção dos excessos de adesivo, logo após a fotoativação da resina composta confeccionada através de uma matriz de teflon (Ultradent) de 2,2mm de diâmetro na base. Esta mesma metodologia foi utilizada por Arruda (2002) Segundo estes autores, o adesivo deixado além da área de adesão da resina composta, poderá resultar em valores de resistência de união que não correspondam ao real desempenho dos sistemas adesivos analisados.

O tempo de espera após a realização das restaurações pode alterar os resultados obtidos com o teste de RUC. Price e Hall (1999) compararam, *in vitro*, a RUC após 10min ou após 24h da realização das restaurações, com o uso de 6 sistemas adesivos convencionais. Os autores verificaram que após 10min, os valores reportados de RUC foram significativamente menores do que após 24h. Realizaram a análise das falhas ocorridas após o teste em microscópio de luz (40X) e sob MEV, e observaram que a análise em microscópio de luz

pode apenas dar uma visão macroscópica da superfície dentinária. Quando avaliadas sob MEV, falhas aparentemente apenas adesiva ou apenas coesiva, foram de fato uma combinação destas.

Uma outra variável que pode influenciar os resultados com testes de RUC é a velocidade de cruzeta na qual são realizados (HARA; PIMENTA; RODRIGUES, 2001). A ISO recomenda que nos testes de RUC, sejam aplicadas cargas com uma velocidade de cruzeta entre 0,45 e 1,05mm/min (ISO-TR 11405). Porém, muitos estudos utilizam velocidades maiores de até 5mm/min (AL-SALEHI; BURKE, 1997).

Hara; Pimenta; Rodrigues (2001) verificaram em um experimento em dentina bovina, *in vitro*, que diferentes velocidades de cruzeta podem influenciar a RUC e o tipo de fratura que ocorre no substrato dentinário. Sugeriram que sejam preferidas velocidades mais baixas, entre 0,5 e 0,75mm/min, pois velocidades superiores podem induzir distribuição anormal de estresses durante a realização dos testes, resultando em maior número de falhas coesiva no substrato dentinário, ou na resina composta.

O tipo de dispositivo utilizado, também afeta os resultados finais dos testes de RUC. Pecora et al. (2002) compararam os valores de resistência de união obtidos por dois dispositivos diferentes, na avaliação de 3 adesivos de passo único e de seus homólogos multipassos. Foram utilizados 120 dentes extraídos, que tiveram suas superfícies oclusais desgastadas até expor a dentina, e na seqüência, polidos com discos de granulação 600. Os espécimes foram montados em cilindros plásticos preenchidos com resina acrílica, deixando a superfície dentinária exposta até o nível da resina. A dentina foi atacada por 15s com ácido fosfórico 35% em gel, lavada e depois seca por 5s. Três sistemas adesivos de passo único (Optibond Solo Plus, 3M Single Bond, e Excite) e 3 de múltiplos passos (Optibond FL, 3M Multipurpose Plus, e Syntac) foram utilizados neste estudo e cada adesivo foi usado em 20 superfícies. O *primer* e o agente de união foram aplicados conforme as instruções dos

respectivos fabricantes. Uma matriz cilíndrica com 2,379mm de diâmetro e 4mm de altura foi posicionada sobre a dentina exposta e o agente de união foi fotoativado. Resina composta Tetric Ceram (Ivoclar) foi inserida dentro do molde em incrementos de 2mm, polimerizados por 40s. Para a realização do teste de cisalhamento (Instron, 4444, velocidade de cruzeta de 0,5mm/min) foram utilizados dois diferentes dispositivos, tipo faca ou padrão e o dispositivo em forma de meia lua da Ultradent. Os resultados mostraram que os valores de resistência de união foram maiores com o dispositivo da Ultradent, em relação ao dispositivo tipo faca. O sistema adesivo Optibond Solo Plus teve como resultados $26,85 \pm 8,76$ MPa para o dispositivo da Ultradent, e $17,50 \pm 7,17$ MPa para o dispositivo tipo faca. Segundo discutido por estes autores, o dispositivo de teste da Ultradent, por contornar o cilindro de resina composta, agiria como um dispositivo de carga de meia lua, o que ocasiona uma distribuição mais uniforme de estresses, enquanto reduz a concentração de forças adjacentes à interface. Como a força é aplicada sobre uma maior área superficial, a união do espécime está hábil a resistir a um maior carregamento, resultando em valores de resistência de união mais elevados. O dispositivo tipo faca, por outro lado, age semelhantemente à aplicação de força em um ponto simples, onde uma mais alta concentração é exercida sobre uma pequena área, resultando na necessidade de menos estresse total para a falha da união. Os resultados evidenciaram diferenças na distribuição de forças entre os dispositivos testados. Os autores concluíram que o uso do dispositivo de teste da Ultradent proporcionou valores de resistência de união ao cisalhamento com estimativa mais acurada da resistência adesiva.

2.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura tem se mostrado um importante instrumento de estudo e de avaliação dos sistemas adesivos dentinários. Muitos experimentos utilizam o MEV para realizar observações de seus resultados e análise da interface resina/dentina.

Miyasaka e Nakabayashi (1999) quando avaliaram as falhas ocorridas após experimento em dentina bovina, com teste de RUT, observaram que as falhas adesivas geralmente estavam relacionadas a valores de resistência de união mais baixos. Geralmente estas falhas tiveram o ponto mais fraco da união, na interface entre a resina polimerizada e a dentina hibridizada, ou no topo da dentina hibridizada. Discutiram que falhas que ocorreram na resina polimerizada, podem significar melhor qualidade de hibridização e nenhum ponto fraco na união em ambos os substratos dentinário e interfacial.

Sano et al. (1999) a partir de um experimento, *in vivo*, avaliaram o tipo de falha ocorrida após o teste de RU μ T e verificaram que na observação visual dos modos de falha (20X,) a maioria das falhas foram adesivas ou mistas (adesiva e coesiva no material restaurador, ou na dentina). Porém, a visualização sob MEV dos padrões de falha revelou que nenhum espécime apresentou falha puramente adesiva ou interfacial. As falhas classificadas por critérios visuais, na realidade incorporavam falhas mais complexas, que às vezes incluíam resina adesiva e o topo, meio ou fundo da camada híbrida.

Tay et al. (2000) verificaram a influência da espessura do esfregaço dentinário na formação da camada híbrida, utilizando sistemas adesivos autocondicionantes. Discos de dentina humana foram desgastados com lixas de papel de granulação 60, 180 ou 600, ou criofraturados, recebendo a aplicação do sistema Clearfil SE Bond. O exame em MEV foi inadequado para definir a exata natureza das falhas interfaciais. A verificação em MET mostrou que a aplicação do sistema Clearfil SE Bond, na dentina dos quatro grupos com diferentes rugosidades superficiais, produziu camadas de lama hibridizada de diferentes

espessuras. Contudo a espessura da hibridização verdadeira na dentina intacta subjacente, permaneceu consistente para os grupos analisados (entre 0,4 e 0,5 μ m de espessura).

Num estudo sob MEV, Bouillaguet et al. (2001) avaliaram a interface adesiva e o tipo de falha ocorrida após teste de RUT, de nove sistemas adesivos. Observaram formação de camada híbrida de aproximadamente 2 a 5 μ m de espessura nos adesivos convencionais de múltiplos passos ou passo único. Nos adesivos autocondicionantes foi observada camada híbrida granular pobremente infiltrada, com o uso do Prompt L-Pop.

Koibuchi; Yasuda; Nakabayashi (2001) avaliaram as superfícies dos espécimes fraturados após teste de RUT, tanto em resina quanto em dentina, e verificaram que as falhas de união, no grupo com esfregaço dentinário mais espesso, ocorreram principalmente no topo e na base da camada híbrida, e entre a base do esfregaço hibridizado e o topo da camada híbrida de dentina intacta. Isto demonstra a dificuldade de reforçar suficientemente o esfregaço dentinário, no mesmo nível da dentina intacta hibridizada, para que suas propriedades mecânicas sejam similares.

Macari et al. (2002) realizaram um estudo cujo objetivo foi avaliar, através de MEV, a interface de 3 sistemas adesivos, 2 sistemas de múltiplos passos, Scotchbond Multi-Purpose (SBMP) e Optibond (OPB) e um sistema autocondicionante, Denthesive Bond II. Os sistemas adesivos e suas respectivas resinas compostas foram aplicados no terço cervical do canal radicular de incisivos e caninos permanentes humanos, de acordo com as instruções do fabricante. As amostras foram incluídas em resina acrílica, cortadas transversalmente ao canal radicular e perpendicularmente à interface resina-dentina, e analisadas através de MEV. Os sistemas adesivos SBPM e Optibond OPB apresentaram algumas características similares, camada híbrida homogênea e penetração de resina na dentina intertubular e intratubular. Entretanto, os *tags* de dentina apresentaram diferenças morfológicas. O sistema adesivo SBPM apresentou *tags* mais longos e em maior quantidade, do que o sistema OPB. O sistema

adesivo Dentesive Bond II não mostrou as mesmas características em sua interface. Os túbulos dentinários não foram abertos e o esfregaço dentinário não foi removido, devido à ausência do condicionamento ácido prévio da dentina, prejudicando a formação da camada híbrida. A análise da camada híbrida, em microscópio eletrônico de varredura, revelou diferentes padrões de hibridização, sugerindo que a união entre a dentina, o sistema adesivo e a resina composta, é influenciada por diversos fatores.

Nikaido et al. (2002) ao observarem sob MEV o tipo de falha ocorrido após teste de RU μ T à dentina humana, verificaram uma associação entre falhas coesivas e valores de resistência de união mais elevados. Os espécimes que exibiram falhas no topo ou na base da camada híbrida, tiveram os valores de resistência de união mais baixos. Acredita-se que a camada hibridizada seja o elo mais frágil para o alcance de uma união durável em longo prazo.

Ainda no mesmo ano, Gregoire; Akon; Millas (2002) examinaram a zona de interdifusão dentina-resina, em dentes humanos extraídos, tratados com uma variedade de agentes de união dentinários baseados em diferentes sistemas solventes. Os autores verificaram, em microscopia óptica e sob MEV, diferenças morfológicas dependendo do tratamento da dentina e da composição do adesivo. Os sistemas contendo acetona foram associados à uma contínua camada híbrida livre de *gaps* e que estava intimamente relacionada com a dentina. Os *tags*, em forma de cone reverso, aderiram bem às paredes dos túbulos e foram freqüentemente unidos por ramificações laterais. Nos sistemas com solventes a base de água, além de uma camada híbrida mais fina e com algumas falhas, uma falta de contato foi visível entre os *tags* resinosos e as paredes dos túbulos, com alguns túbulos selados incompletamente.

3 PROPOSIÇÃO

Diante do exposto, os objetivos do presente trabalho foram:

- 1) Avaliar, *in vitro*, a resistência de união à dentina dos sistemas adesivos Clearfil SE Bond, Optibond Solo Plus SE, Tyrian™ SE associado ao uso do adesivo One Step Plus, Adper™ Prompt™ SE e Optibond Solo Plus, o qual foi usado como controle, após 24 h da aplicação da resina composta.
- 2) Verificar, após o teste de resistência de união sob tensões de cisalhamento, o tipo de falha ocorrida na interface resina/sistema adesivo/dentina e sua relação com os valores de RUC.
- 3) Analisar, sob MEV, a interação dos sistemas adesivos com a dentina condicionada e a formação da camada híbrida na interface resina/dentina.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Para esta pesquisa foram selecionados 45 terceiros molares humanos, superiores ou inferiores, hígidos, extraídos e que estiveram armazenados em solução de timol 0,1% em soro fisiológico 0,9%, pH=7, por um tempo de 3 a 6 meses. Cada dente utilizado teve o consentimento livre e esclarecido do respectivo doador (ANEXO 1). Para o teste de cisalhamento foram selecionados 40 dentes, e os 5 dentes restantes foram utilizados para posterior análise em MEV da interface resina/sistema adesivo/dentina.

4.1 Preparo dos espécimes para o teste de RUC

Os dentes selecionados foram cortados no sentido méso-distal, de maneira a possibilitar o aproveitamento das faces vestibular e palatal, ou lingual, de cada dente, resultando em 80 faces. Para a realização deste procedimento foi utilizado um disco de lixa diamantada de dupla face (Nº KG 7020, KG Sorensen Ind. Com. Ltda, Alphaville, SP, Brasil), montado em um micromotor e peça de mão. Antes disso, as faces selecionadas haviam sido previamente desgastadas com o auxílio de pontas diamantadas (Nº KG 1956, KG Sorensen Ind. Com. Ltda, Barueri, SP, Brasil) em alta rotação e sob irrigação até expor a dentina superficial e aplainá-la ligeiramente. Após as raízes serem seccionadas na altura da junção cimento esmalte, cada espécime foi embutido em resina acrílica transparente

(Dencrilon, Dencril, Com. Ltda., Caieiras, SP, Brasil) dentro de cilindros de plásticos com diâmetro de três quartos de polegada e 2,0cm de altura, de modo que a face desgastada ficasse exposta, voltada para cima e paralela à superfície do cilindro. Quando o acrílico já se encontrava totalmente polimerizado, cada espécime teve sua superfície regularizada com lixas de carbeto de silício de 400, 600, 800 e 1200 granulações, em uma máquina de polimento sob refrigeração. Este procedimento teve por finalidade expor a dentina superficial (FIG. 1) e padronizar a formação do esfregaço dentinário. Com o auxílio de uma lupa estereoscópica (10x), foi observada a lisura da superfície, certificando a não permanência de esmalte remanescente ou resina acrílica sobre a superfície dentinária preparada.

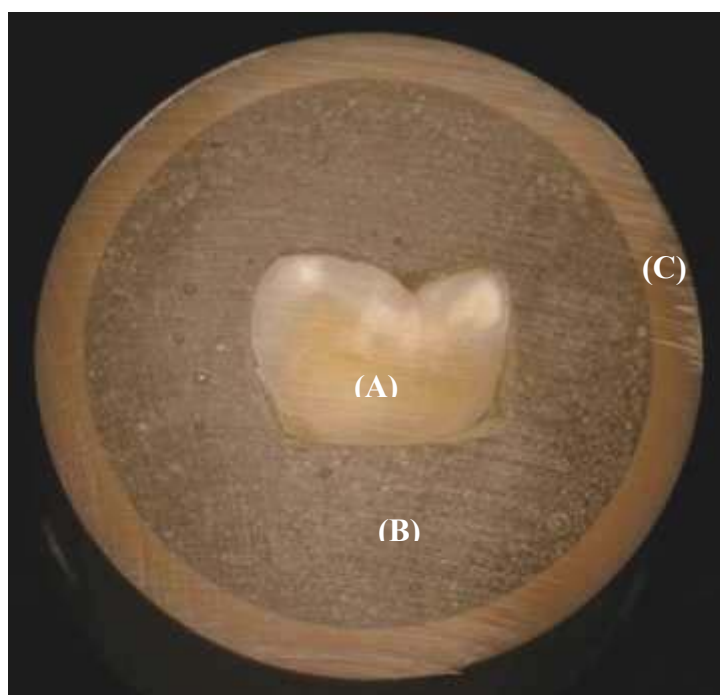


Figura 1 - Amostra de um espécime utilizado no experimento. Dente cortado (A), incluído em resina acrílica (B) e desgastado até a exposição da superfície dentinária. (C) Cilindro de PVC.

Toda a amostra (80 espécimes) foi lavada em água corrente, seca com ar comprimido livre de óleo e dividida aleatoriamente em 5 grupos, 15 espécimes para cada grupo, sendo que

os cinco espécimes restantes ficaram de reserva. Cada grupo recebeu a aplicação de um determinado sistema adesivo (ver composição no APÊNDICE 1) como descrito a seguir:

– **Grupo I:** Sistema adesivo Clearfil SE Bond e resina composta Clearfil APX.

Seguindo as orientações do fabricante, o *primer* do sistema adesivo Clearfil SE Bond foi aplicado sobre a dentina por 20s, com o auxílio de um pincel (fornecido junto com o sistema adesivo), o qual ficava sendo aplicado seguidamente sobre a superfície durante o tempo estabelecido. Após a aplicação de um leve jato de ar filtrado (3s), com o auxílio de um novo pincel foi aplicada uma camada de adesivo (*Bond*) sobre a dentina condicionada. O adesivo foi refinado com um novo jato de ar, e polimerizado com um aparelho fotoativador (LE. Demetron, Demetron Research Corp., USA) durante 10s. A intensidade de luz foi freqüentemente observada com o auxílio de um radiômetro (Curing Radiometer Model 100 – Demetron Research Corp.) e manteve-se em $600\text{mw}/\text{cm}^2$. A seguir uma matriz cilíndrica de teflon (UPI Bonding Molds – Ultradent Products Inc., South Jordan, Utah, EUA), com orifício de 2,2mm de diâmetro, foi posicionada perpendicularmente à superfície dentinária (FIG. 2). A resina composta (Clearfil APX) foi inserida firmemente com o auxílio de um condensador (Tactile Tone Gix # 3, Thompson, Dental MFG, Co., USA; FIG. 2) em dois incrementos de aproximadamente 1,5mm de espessura, sendo que cada incremento foi fotoativado por 40s. Após 15min de intervalo, a matriz foi cuidadosamente removida e os excessos de adesivo, presentes ao redor do cilindro de resina composta, eliminados com o auxílio de uma lâmina de bisturi. A cada 4 espécimes confeccionados, a intensidade de luz foi revisada e a lâmina de bisturi, para remoção dos excessos, substituída.

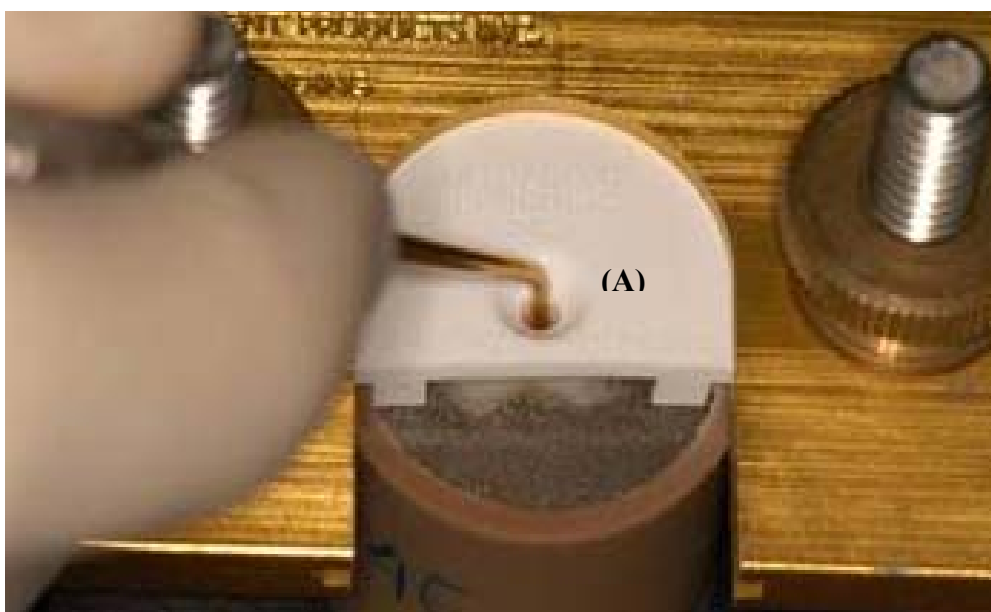


Figura 2 - Confeção do corpo-de-prova. Inserção de resina composta através da matriz de teflon (A) com condensador antiaderente.

- **Grupo II** – Sistema adesivo *Optibond Solo Plus SE* e resina composta *Point 4*. O autocondicionante *Optibond Solo Plus SE* foi aplicado sobre a superfície dentinária por 15s. Com o auxílio de um jato de ar, o solvente foi volatilizado e na seqüência, o adesivo *Optibond Solo Plus* foi aplicado em duas camadas, por um tempo total de 30s. Após ser refinado, o adesivo foi polimerizado por 20s. A resina composta *Point 4* foi inserida na matriz e polimerizada da mesma maneira do grupo I. A remoção da matriz e dos excessos de adesivo foram igualmente executados.
- **Grupo III** – Sistema adesivo *Adper™ Prompt™* e resina composta *Z250*. Neste grupo, seguindo as orientações do fabricante, a superfície dentinária foi seca. Uma gota da solução A foi misturada por 5s com uma gota da solução B, tomando-se o cuidado para manter os frascos destas soluções corretamente perpendiculares ao recipiente de mistura, o que proporcionou a correta dosagem do adesivo. Com o auxílio de um pincel, a mistura foi aplicada sobre a superfície

de teste e esfregada, com pressão moderada, por 15s. Um delicado jato de ar foi usado para secar e refinar a camada de adesivo. Se a superfície não parecesse lisa e brilhante, uma nova camada de adesivo foi aplicada e seca com ar como descrito. O adesivo foi fotoativado por 10s e a resina composta Z250 foi aplicada de forma similar aos outros grupos.

- **Grupo IV** – *Sistema adesivo Tyrian™ SPE associado ao adesivo One Step Plus e resina composta Pyramid.* Este grupo recebeu a aplicação do primer autocondicionante Tyrian™ SPE associado ao uso do adesivo One Step Plus. Da mesma forma que nos grupos anteriores, as instruções do fabricante foram obedecidas. Primeiramente a superfície dentinária foi seca com jatos de ar. O frasco de unidose do adesivo foi agitado por alguns segundos, misturando bem os componentes. Após pressão do frasco e ativação do conteúdo, o primer foi aplicado na superfície dentinária, com o auxílio de um pincel *microbrush*, por aproximadamente 30s. Após este tempo ocorreu uma mudança de cor (do rosa para o transparente) na superfície dentinária e o excesso foi removido com o auxílio de bolinhas de algodão. O adesivo One Step Plus foi então aplicado, refinado com um leve jato de ar e polimerizado por 20s. A restauração com resina composta Pyramid e os demais passos da confecção do corpo-de-prova foram realizados como descrito anteriormente.
- **Grupo V** – *Sistema adesivo Optibond Solo Plus e resina composta Point 4.* A superfície dentinária foi condicionada com ácido (Magic Acid, Vigodent S/A Ind e Com., Bonsucesso, RJ, Brasil) por 15s e lavada com água corrente por 30s. Com o auxílio de uma bolinha de algodão o excesso de umidade foi absorvido. O adesivo foi aplicado duas vezes durante 30s sobre a superfície dentinária úmida, refinado com um leve jato de ar, e polimerizado por 10s. De maneira idêntica aos

grupos anteriores, a resina Point 4 foi inserida na matriz, polimerizada, e os excessos de adesivo removidos.

Todos os espécimes ficaram armazenados, previamente à realização dos testes, por 24h em água destilada a 37°C. Na seqüência, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento, empregando-se uma máquina de Ensaio Universal - Instron (modelo 4444, Instron Corp., Canton, Mass., EUA), com uma velocidade de cruzeta de 1,0mm/min, utilizando uma lâmina paralela à superfície dentinária. Esta lâmina apresentava uma forma cônica que se encaixava na interface dente/restauração contornando o corpo-de-prova. No momento do teste de cisalhamento, uma força compressiva foi executada até a quebra ou o deslocamento da resina aderida ao corpo-de-prova (FIG. 3). A carga em Quilograma-Newtons (KN), indicada no momento de falha, foi transformada em Newtons e utilizada para calcular a resistência, através da divisão deste valor pela área da superfície de teste (base do orifício da matriz de teflon). Os valores resultantes foram expressos em MPa.

Os resultados obtidos foram analisados por testes estatísticos de análise de variância (ANOVA), e pelos testes não-paramétricos de Kruskall Wallis e Wilcoxon.

Os espécimes fraturados foram inicialmente analisados, após o teste de RUC, com lupa estereoscópica (aumento de 10X) para observar o tipo de falha ocorrida na interface dentina/resina e classificados em três tipos de falha. Quando mais de 5% da interface dentinária ficou recoberta por material restaurador (resina composta), a falha foi considerada **coesiva na resina**. Já quando ocorreu fratura da dentina, a falha foi denominada **coesiva na dentina**. Por último, quando praticamente não havia resina composta remanescente sobre a dentina, apenas adesivo ou a superfície dentinária exposta, foi chamada de **falha interfacial/adesiva**. Por este critério, a falha coesiva no adesivo foi também considerada interfacial/adesiva. Posteriormente, alguns espécimes representativos de cada tipo de falha observada, foram examinados em MEV.

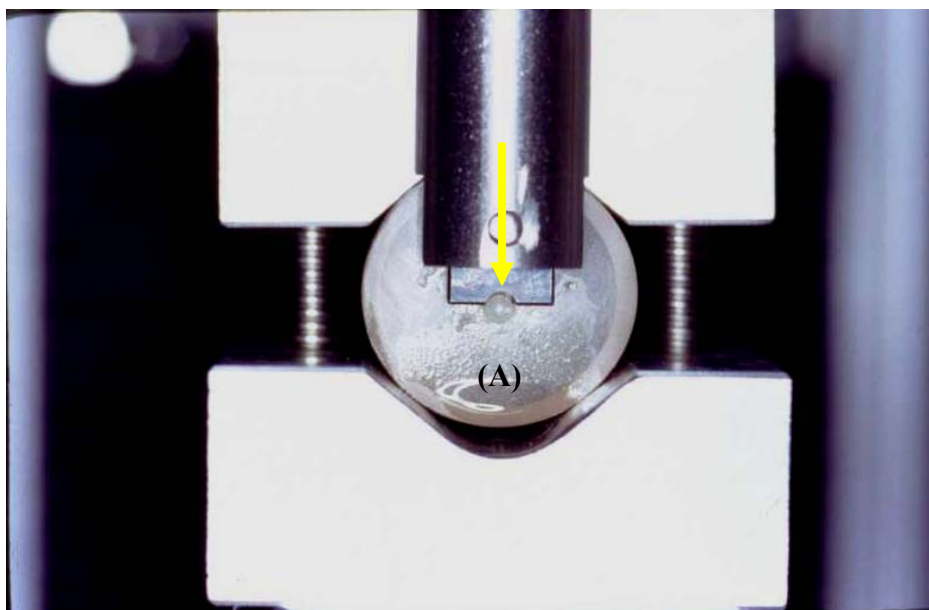


Figura 3 - Corpo-de-prova (A) sendo submetido ao teste de cisalhamento. A lâmina de aço em meia lua (seta amarela) foi usinada especialmente e adapta-se à restauração de resina.

4.2 Preparo para MEV

Com os 5 dentes restantes foram confeccionadas interfaces dentina/resina para observação sob MEV, através de fatias de dentina. Para cada adesivo testado foi selecionada uma fatia da face oclusal e outra da face proximal. Estas superfícies dentinárias receberam aplicações dos sistemas adesivos de acordo com o descrito para cada grupo e foram restauradas com uma camada da respectiva resina composta, de aproximadamente 1,5mm de espessura. Cada disco de dentina foi cortado ao meio, no sentido longitudinal, expondo a interface dentina/adesivo/resina composta, e deixado em solução de glutaraldeído 2,5%, tamponado com solução de cacodilato de sódio 0,1Mol/litro (pH=7,4) (Dermus, Florianópolis, SC, Brasil) por 12h a 4°C. Na seqüência, as metades foram submetidas a três lavagens com solução de cacodilato de sódio 0,1Mol/litro em pH=7,4 (por 20min cada) e desidratadas em graduação crescente de álcool (Dermus, Florianópolis, SC, Brasil) 25°, 50°, 75°, 95° (por

20min de imersão em cada solução) e 100° por 1h. Após este período, os espécimes foram deixados em solução de Hexametildisilazano (HMDS, Ted Pella, Redding, CA, USA) por 10min completando o processo de desidratação e fixação. Estando secos, os mesmos foram montados em blocos de resina epóxica, com a interface voltada para baixo e, após a polimerização, desgastados até a completa exposição da interface. Em seguida foram polidos com lixas d'água de granulação decrescente (400, 600, 800 até 1200) e pastas de polimento de óxido de alumínio com granulação de 1,0 e 0,3 μ m. Foram colocados em ultra-som com álcool 100° durante 5min, submetidos à desmineralização com o uso de ácido clorídrico 6mol/litro por 30s (Dermus, Florianópolis, SC, Brasil) e desproteção com solução de hipoclorito de sódio 2% por 10min (Dermus, Florianópolis, SC, Brasil).

Além das interfaces, alguns corpos-de-prova de cada grupo foram selecionados, após o teste de cisalhamento, para ilustração do tipo de falha ocorrido.

Todos as interfaces e corpos-de-prova foram previamente secos, colocados em uma câmara de vácuo e recobertos com uma camada de ouro de aproximadamente 300Å° (Bal-Tec SCD 005, Bal-tec Co., USA). A análise foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (Phillips SEM XL30, Philips, Eindhoven, Netherlands) operando entre 15KV e 20KV, no Laboratório de Materiais do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina.

Através das observações feitas em microscópio eletrônico de varredura, no modo de escaneamento de elétrons (SE) ou no modo de elétrons retro-difundidos (BSE), foram analisadas as interações dos sistemas adesivos com a dentina condicionada e a formação de camada híbrida na interface dentina-resina. Foram tomadas fotomicrografias de áreas representativas desta interação, a fim de ilustrar os resultados obtidos com os sistemas adesivos testados.

Todos os resultados foram discutidos e confrontados com a literatura existente.

5 RESULTADOS

5.1 Resultados do teste de RUC

Os resultados dos testes de resistência de união sob cisalhamento à dentina, obtidos com os diversos grupos experimentais, estão expostos nas TAB. 1 a 5.

Tabela 1 – GRUPO I – Adesivo Clearfil SE Bond + Clearfil APX

Espécime	Carga em KN	Carga em N	Tensão em MPa
1	0,169	169	44,47
2	0,165	165	43,42
3	0,079	79	20,79
4	0,1183	118,3	31,13
5	0,1156	115,6	30,42
6	0,0984	98,4	25,89
7	0,188	188	49,47
8	0,1291	129,1	33,97
9	0,0865	86,5	22,76
10	0,0802	80,2	21,10
11	0,0405	40,5	10,65
12	0,1922	192,2	50,58
13	0,0935	93,5	24,60
14	0,1384	138,4	36,42
15	0,2006	200,6	52,79
Soma total			498,5

Estadística de posição e dispersão

Clearfil SE Bond + Clearfil APX	
Média	33,23
Desvio padrão	12,67
Mediana	31,12
Variância da amostra	160,70
Mínimo	10,65
Máximo	52,78
Soma	498,5
Contagem	15

Tabela 2 – GRUPO II - Optibond Solo Plus SE + Resina Composta Point 4

Espécime	Carga em KN	Carga em N	Tensão em MPa
1	0,1341	134,1	35,29
2	0,1754	175,4	46,16
3	0,0934	93,4	24,58
4	0,1871	187,1	49,24
5	0,0867	86,7	22,81
6	0,1225	122,5	32,24
7	0,1328	132,8	34,95
8	0,1535	153,5	40,39
9	0,0922	92,2	24,26
10	0,1263	126,3	33,24
11	0,14	140	36,84
12	0,1663	166,3	43,76
13	0,1001	100,1	26,34
14	0,0646	64,6	17,00
15	0,0724	72,4	19,05
Soma total			486,16

Estadística de posição e dispersão

Optibond Solo Plus SE + Point 4	
Média	32,41
Desvio padrão	9,90
Mediana	33,24
Variância da amostra	98,05
Mínimo	17,00
Máximo	49,24
Soma	486,16
Contagem	15

Tabela 3 – GRUPO III - Adesivo Adper™ Prompt™ + Resina Composta Z 250

Espécime	Carga em KN	Carga em N	Tensão em MPa
1	0,0778	77,8	20,47
2	0,0665	66,5	17,50
3	0,0498	49,8	13,10
4	0,0731	73,1	19,24
5	0,0799	79,9	21,03
6	0,0548	54,8	14,42
7	0,044	44	11,58
8	0,0637	63,7	16,76
9	0,078	78	20,53
10	0,0752	75,2	19,79
11	0,073	73	19,21
12	0,0666	66,6	17,53
13	0,0285	28,5	7,50
14	0,0901	90,1	23,71
15	0,0766	76,6	20,16
Soma total			262,53

Estatística de posição e dispersão

Adper Prompt™ + Z 250	
Média	17,50
Desvio padrão	4,24
Mediana	19,21
Variância da amostra	17,98
Mínimo	7,50
Máximo	23,71
Soma	262,53
Contagem	15

Tabela 4 – GRUPO 4 - Adesivo Tyrian™ SPE + One Step Plus + Resina Composta Pyramid

Espécime	Carga em KN	Carga em N	Tensão em MPa
1	0,0533	53,3	14,03
2	0,0859	85,9	22,60
3	0,0389	38,9	10,24
4	0,0924	92,4	24,31
5	0,1133	113,3	29,81
6	0,0773	77,3	20,34
7	0,0925	92,5	24,34
8	0,0932	93,2	24,53
9	0,0465	46,5	12,24
10	0,0729	72,9	19,18
11	0,0732	73,2	19,26
12	0,1186	118,6	31,21
13	0,0947	94,7	24,92
14	0,0853	85,3	22,45
15	0,0803	80,3	21,13
Soma total			320,60

Estadística de posição e dispersão

Tyrian™ SPE + one step plus	
Média	21,37
Desvio padrão	5,87
Mediana	22,45
Variância da amostra	34,46
Mínimo	10,24
Máximo	29,81
Soma	320,60
Contagem	15

Tabela 5 – GRUPO V – CONTROLE - Adesivo Optibond Solo Plus + Resina Composta Point 4

Espécime	Carga em KN	Carga em N	Tensão em MPa
1	0,1492	149,2	39,26
2	0,1301	130,1	34,24
3	0,1141	114,1	30,03
4	0,1213	121,3	31,92
5	0,1064	106,4	28,00
6	0,1245	124,5	32,76
7	0,0807	80,7	21,24
8	0,1149	114,9	30,24
9	0,1064	106,4	28,00
10	0,1299	129,9	34,18
11	0,1223	122,3	32,18
12	0,1049	104,9	27,60
13	0,1249	124,9	32,87
14	0,1061	106,1	27,92
15	0,1133	113,3	29,81
Soma total			460,26

Estadística de posição e dispersão

Optibond Solo Plus + Point 4	
Média	30,68
Desvio padrão	4,08
Mediana	30,24
Variância da amostra	16,66
Mínimo	21,23
Máximo	39,26
Soma	460,26
Contagem	15

Os valores médios dos resultados obtidos nos testes de RUC dos diferentes sistemas adesivos testados aparecem na TAB. 6 e GRÁF. 1.

Tabela 6 – Valores médios da resistência de união sob tensão de cisalhamento (MPa) nos diferentes grupos experimentais

Grupo	Resistência Média (MPa)	Desvio-Padrão (±)	N
I- Clearfil SE Bond	33,23	12,67	15
II- Optibond SE	32,41	9,90	15
III- Adper Prompt SE	17,50	4,24	15
IV- Tyrian SE + One Step Plus	21,37	5,87	15
V- Optibond Solo Plus	30,68	4,08	15

Observando a distribuição dos dados de resistência ao cisalhamento em cada um dos grupos experimentais (I, II, III, IV e V) verificou-se que esta distribuição foi normal. Por outro lado, aplicando o teste de homogeneidade de variância, constatou-se a rejeição da hipótese de igualdade, com um erro padrão (p) menor (<) do que 0,0001.

Como foram satisfeitas as suposições de normalidade, mas não foram satisfeitas as suposições de igualdade de variância, foi aplicado o teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis (TAB.7) que mostrou haver diferença estatística significativa entre os grupos experimentais ($p < 0,0001$).

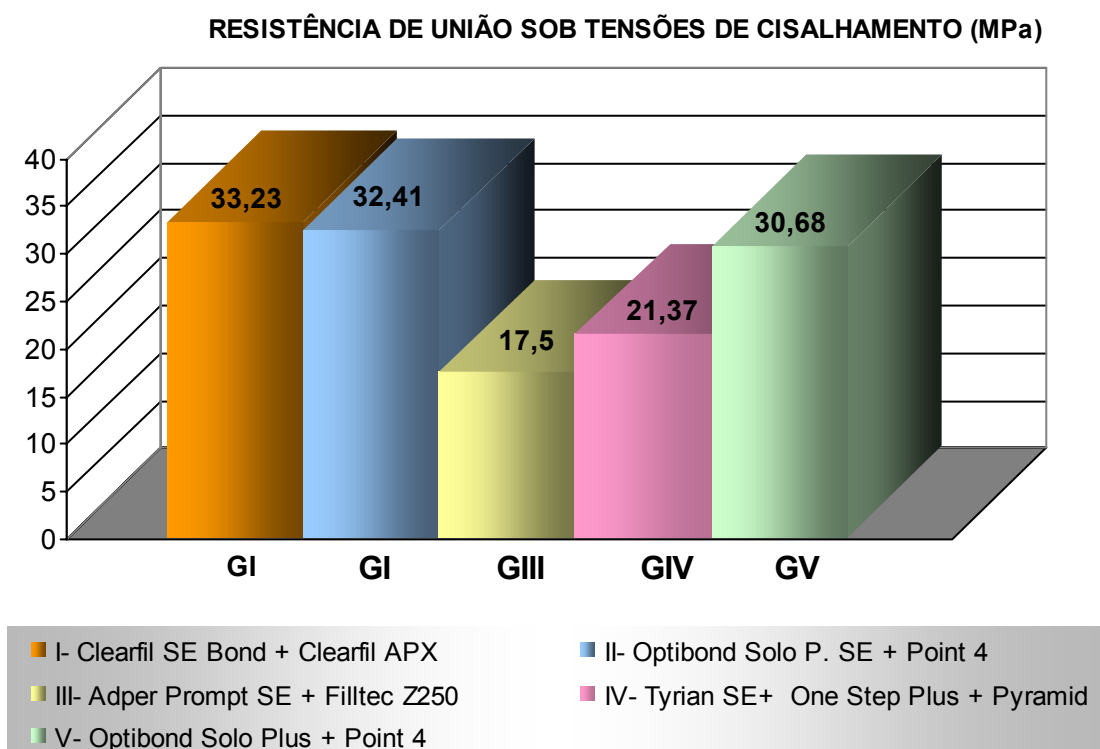


Gráfico 1: Comparação entre a média de RUC dos materiais restauradores à dentina.

Tabela 7 – Teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis aplicado para os grupos observados, após teste de RUC.

GRUPOS	n	Soma dos escores	Expectativa Sob H0	Desvio-padrão Sob H0	Média dos escores
I	15	743,00	570,00	75,49	49,53
II	15	747,00	570,00	75,49	49,80
III	15	218,00	570,00	75,49	14,53
IV	15	390,50	570,00	75,49	26,03
V	15	751,50	570,00	75,49	50,10

Aplicando o teste de Kruskal-Wallis para comparar os diversos grupos, obteve-se um valor estatístico de qui-quadrado de 35,13 e um valor de $p < 0,0001$, ou seja, a um nível de 5% de significância, os grupos foram significativamente diferentes.

Com base nestes resultados, foi aplicado o teste de Wilcoxon para duas amostras (comparação dos grupos, dois a dois). Os resultados deste teste estão mais bem detalhados na TAB. 8.

Tabela 8 – Comparações entre os grupos (dois a dois) pelo teste de Wilcoxon.

Comparação	Estatística	Valor de p*
Grupo 1 e 2	236,00	0,4509
Grupo 1 e 3	327,00	0,0003
Grupo 1 e 4	300,00	0,0047
Grupo 1 e 5	240,00	0,3868
Grupo 2 e 3	326,00	0,0003
Grupo 2 e 4	304,00	0,0032
Grupo 2 e 5	248,00	0,2693
Grupo 3 e 4	180,00	0,0197
Grupo 3 e 5	121,00	< 0,0001
Grupo 4 e 5	139,50	0,0003

* Valores de p inferiores a 0,05 significam existir diferença entre os grupos.

A FIG. 4, ilustra o resultado da comparação pelo teste de Wilcoxon, após teste de RUC, dos diversos grupos experimentais (grupos ligados entre si não são diferentes significativamente).

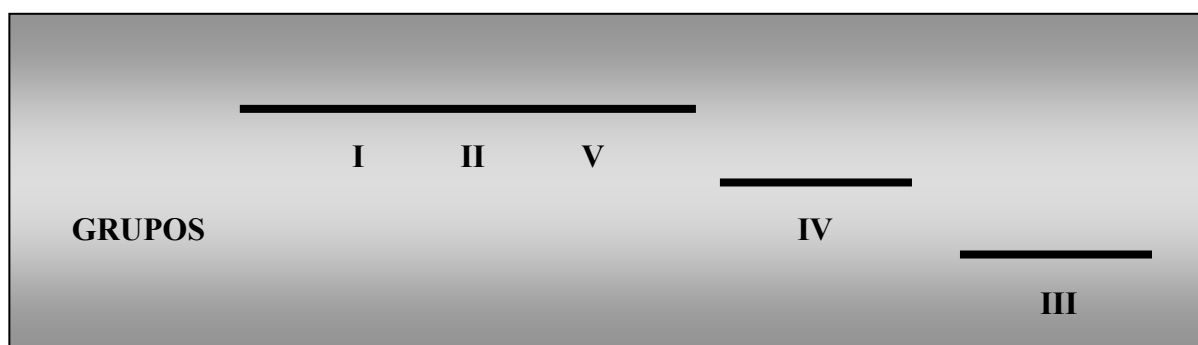


Figura 4 – Visualização dos resultados observados pelo teste de Wilcoxon (soma de postos, comparação dois a dois) após teste de RUC, entre diversos grupos experimentais.

Com estes resultados observa-se que os Grupos I, II e V (Clearfil SE Bond, Optibond Solo Plus SE e Optibond Solo Plus respectivamente) proporcionaram resultados semelhantes. Já os Grupos III e IV (Adper™ Prompt™, e Tyrian™ SPE + One Step Plus) foram diferentes dos demais e entre si, com o Grupo III do sistema adesivo Adper™ Prompt™, proporcionando resultados inferiores a todos os outros.

A TAB. 9 mostra o tipo de falha observada em cada grupo testado, após exame em lupa estereoscópica (aumento de 10X). Tais observações podem ser mais bem visualizadas nos GRAF. 2 a 7, onde se observam as respectivas frequências em cada grupo.

Tabela 9 – Tipo de falha observada, após a realização do teste de cisalhamento, nos diversos grupos experimentais (análise em lupa estereoscópica – aumento de 10 vezes)

GRUPO	TIPO DE FALHA			
	Interfacial/adesiva	Coesiva/resina	Coesiva/dentina	Total
I	3	12	0	15
II	3	8	4	15
III	12	3	0	15
IV	8	7	0	15
V	0	10	5	15

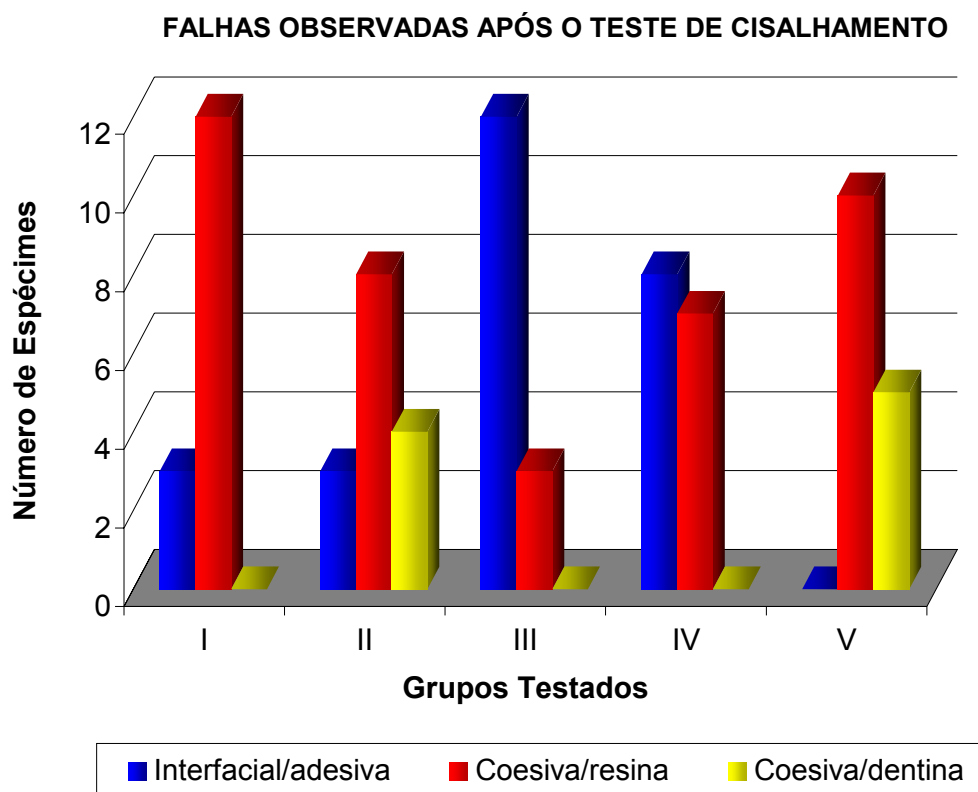


Gráfico 2 – Falhas observadas após o teste de cisalhamento nos diversos grupos experimentais.

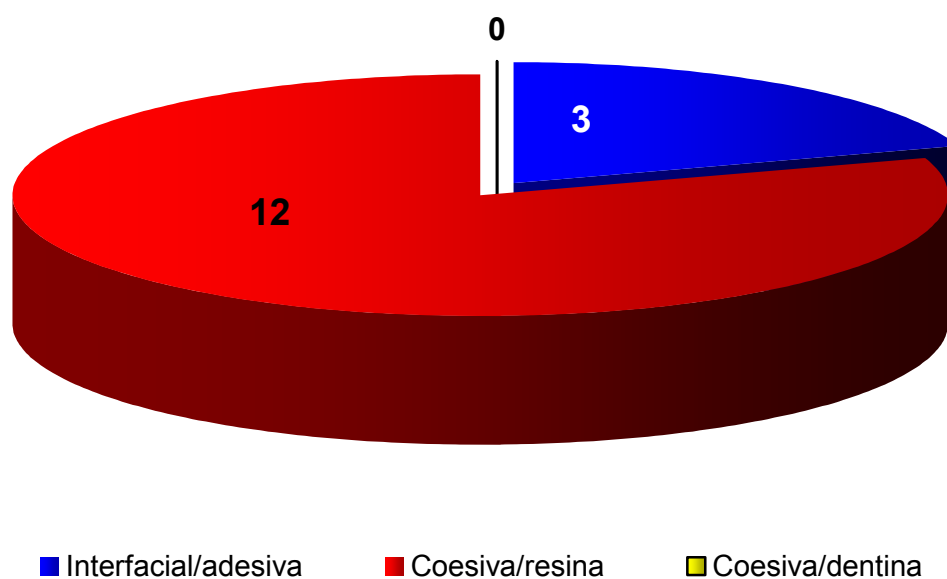


Gráfico 3 – Frequência dos diferentes tipos de falhas ocorridas no Grupo I (Clearfil SE Bond + Clearfil APX).

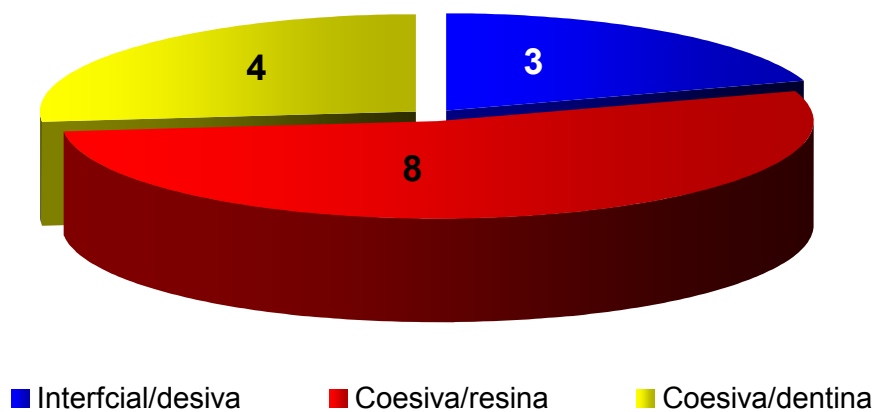


Gráfico 4 – Frequência dos diferentes tipos de falhas ocorridas no Grupo II (Optibond Solo Plus SE + Resina Point 4).

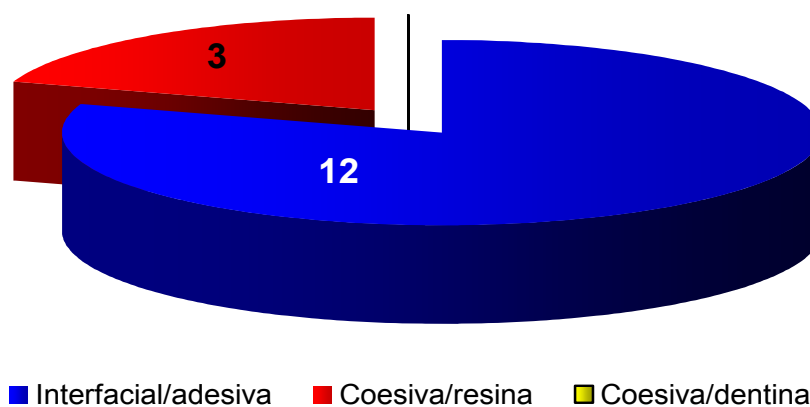


Gráfico 5 – Frequência dos diferentes tipos de falhas ocorridas no Grupo III (Adper Prompt SE + Resina composta Z 250).

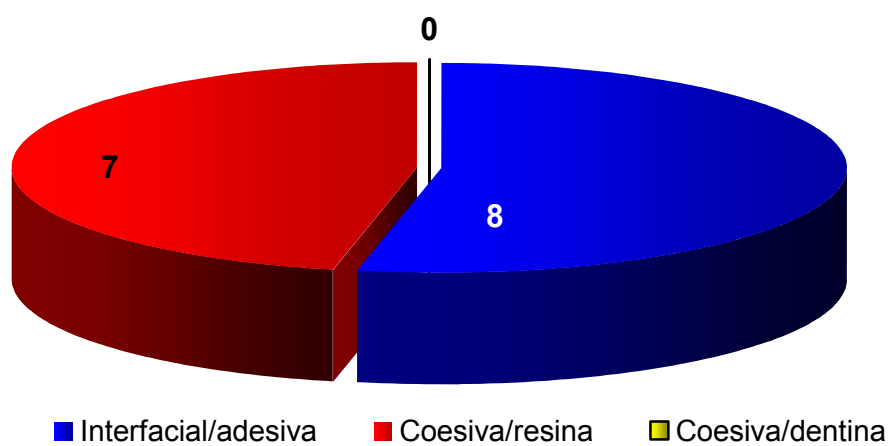


Gráfico 6 – Frequência dos diferentes tipos de falhas ocorridas no Grupo IV (Tyrian + One Step Plus + Resina Composta Pyramid).

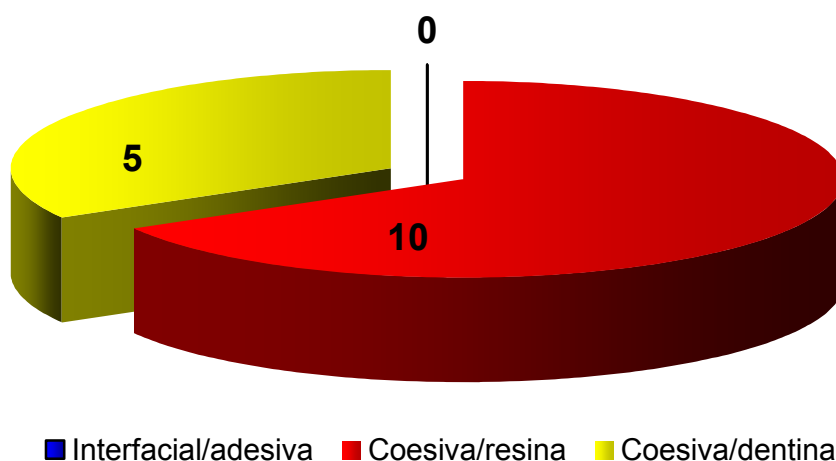


Gráfico 7 – Frequência dos diferentes tipos de falhas ocorridas no Grupo V (Optibond Solo Plus + Resina Composta Z250).

Cada falha observada foi relacionada com o valor de resistência de união mensurado, no momento da fratura do espécime correspondente. Um resumo dos valores de resistência de união relacionados às falhas adesiva, Coesiva na dentina e Coesiva na resina, está exposto na TAB. 10.

Tabela 10 – Valores médios de resistência de união, quando ocorreram falhas adesiva, coesiva na dentina e coesiva na resina (em MPa).

	Interfacial/adesiva n= 26	Coesiva na dentina n= 9	Coesiva na resina n= 40
Média	17,42	37,81	30,87
Mediana	19,12	36,84	30,03
Desvio padrão (±)	4,43	7,36	8,29

A análise dos dados contidos na TAB. 10, mostrou não ser uma distribuição normal. Portanto, novamente foi aplicado o teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis (TAB. 11), onde

se observou que o valor do qui-quadrado foi de 48,47, e o valor de $p < 0,0001$. Ocorreu diferença significativa entre os escores determinados para os tipos de falhas observadas.

Tabela 11 – Resultados do teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis, aplicado para os grupos experimentais, quanto ao tipo de falha observada após o teste de RUC.

TIPO DE FALHA	N	Soma dos escores	Expectativa Sob H0	Desvio-padrão Sob H0	Média dos escores
Interfacial/adesiva	26	381,00	988,0	89,82	14,65
Coesiva na dentina	09	552,50	342,0	61,33	61,38
Coesiva na resina	40	1916,50	1520,0	94,16	47,91

Os resultados com o teste de Wilcoxon para os tipos de falhas observadas estão expostos na TAB. 12.

Tabela 12 – Comparação pelo teste de Wilcoxon, de cada falha observada após fratura dos espécimes.

Comparação	Estatística	Valor de p
Falha interfacial/adesiva X Coesiva na dentina	279,00	< 0,0001
Falha interfacial/adesiva X Coesiva na resina	381,00	< 0,0001
Falha coesiva na dentina X Coesiva na resina	318,50	0,0101

A FIG. 5, ilustra o resultado da comparação realizada entre os tipos de falhas observadas. Barras em níveis diferentes indicam diferença significativa.

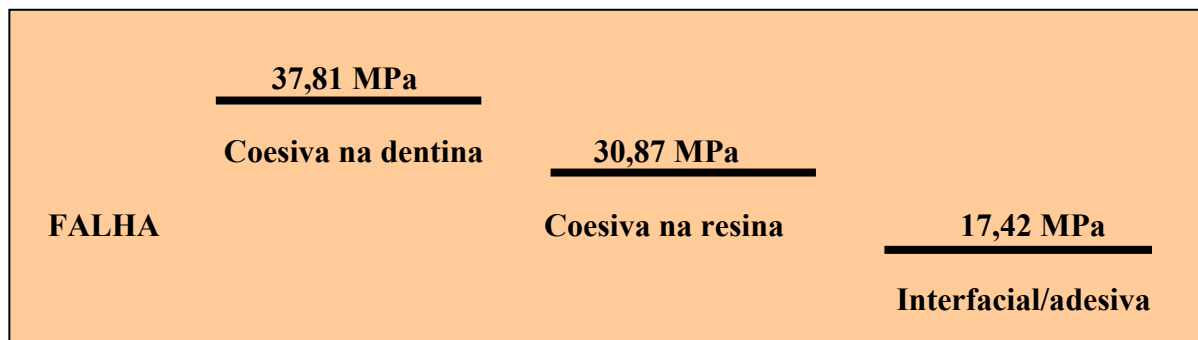


Figura 5 – Visualização dos resultados obtidos com a comparação entre as falhas observadas, pelo teste de Wilcoxon (soma de postos, comparação dois a dois). Observa-se que a falha coesiva na dentina foi relacionada a valores mais elevados de RUC, seguido da falha coesiva na resina, e por último, da falha do tipo interfacial/adesiva.

5.2 Resultados sob MEV

5.2.1 Análise do tipo de falha ocorrida

A análise dos espécimes fraturados foi realizada inicialmente com o auxílio de uma lupa estereoscópica em um aumento de 10 vezes. Os espécimes mais representativos de cada grupo foram então examinados sob MEV para ilustração das falhas mais freqüentes.

GRUPO I – Adesivo Clearfil SE Bond + Resina Composta Clearfil APX

No exame em lupa estereoscópica, 12 dos 15 espécimes apresentaram falhas coesivas na resina com fratura da resina composta. Nestes casos, a quantidade de resina fraturada foi relativamente pouca e restrita a pequenas áreas da superfície de adesão (entre 5% e 15%). Os outros 3 espécimes sofreram falha interfacial/adesiva com a ruptura de praticamente todo o adesivo da dentina (máximo 20% das superfícies de teste permaneceram recobertas). Isto aconteceu inclusive nos espécimes que sofreram falhas coesivas na resina.

As FIG. 6 a 9 mostram o estudo feito sob MEV de um espécime deste grupo, que apresentou falha coesiva em resina.

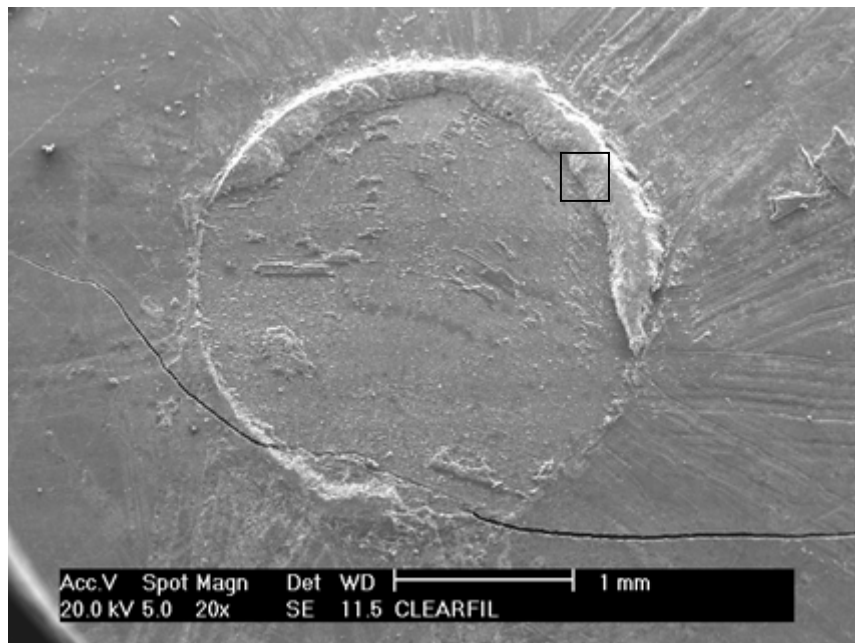


Figura 6 – Imagem de fotomicrografia, amostra do GRUPO I – Falha coesiva na resina visualizada sob MEV com um aumento de 20 vezes (20X). Pode-se observar claramente Falha coesiva na resina, com presença de resina composta fraturada no bordo superior da área de adesão.

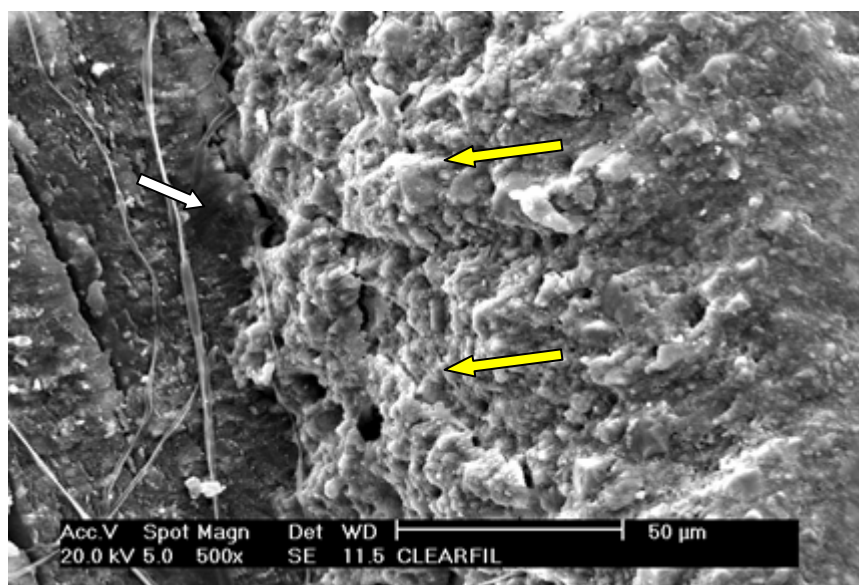


Figura 7 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO I – Falha coesiva na resina (aumento de 500 X da área demarcada na figura 6). Imagem mostrando a resina composta Clearfil APX (setas amarelas) fraturada sobre a superfície dentinária exposta (seta branca). Os filamentos que aparecem no canto esquerdo são artefatos.

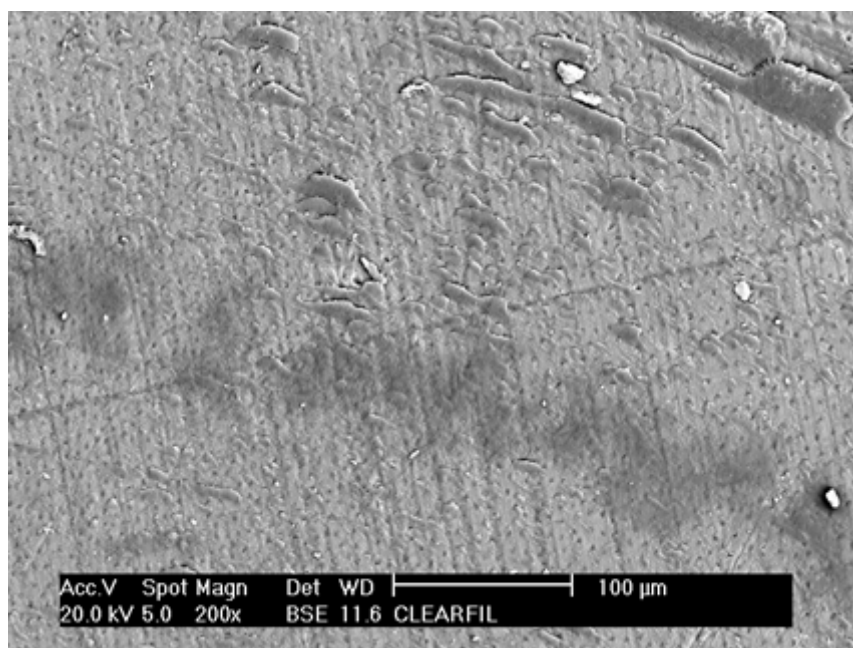


Figura 8 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 6 em aumento de 200 vezes. Observam-se pequenas áreas de adesivo fraturado, que permaneceram sobre a dentina (parte superior central e direita do espécime).

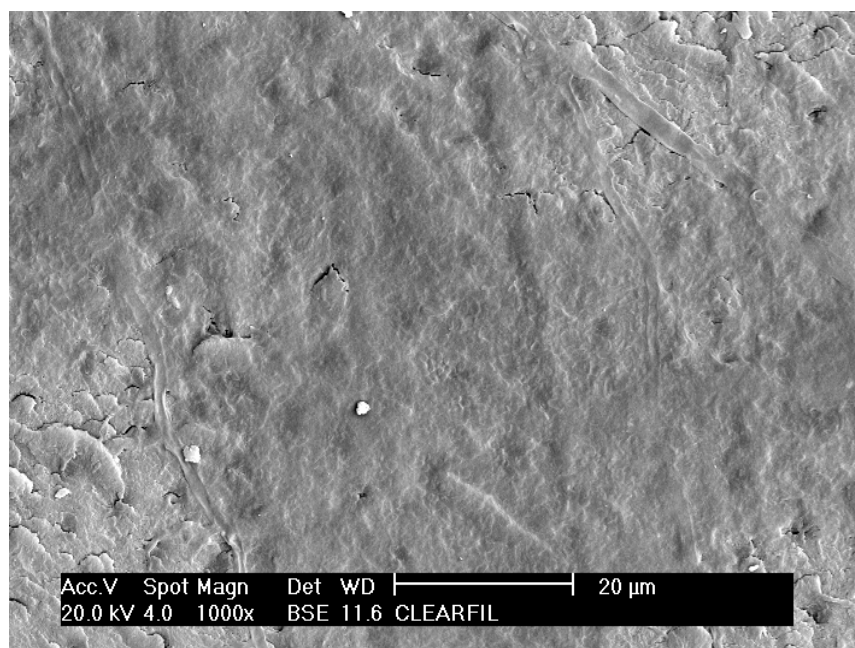


Figura 9 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 6 em aumento de 1000 X. A superfície permaneceu recoberta com esfregaço dentinário, modificado e infiltrado pelo sistema adesivo. Podem-se observar apenas sombras dos túbulos dentinários, que aparentemente estão preenchidos. A falha da união entre a dentina e o adesivo provavelmente ocorreu no topo da camada híbrida.

GRUPO II – Adesivo Optibond Solo Plus SE + Resina Composta Point 4

Neste grupo, 8 espécimes tiveram falhas coesivas em resina, 4 tiveram falhas coesivas em dentina e os outros 3 sofreram falha interfacial/adesiva. As FIG. 10 e 11 referem-se a um espécime representativo do grupo (Falha coesiva em resina).

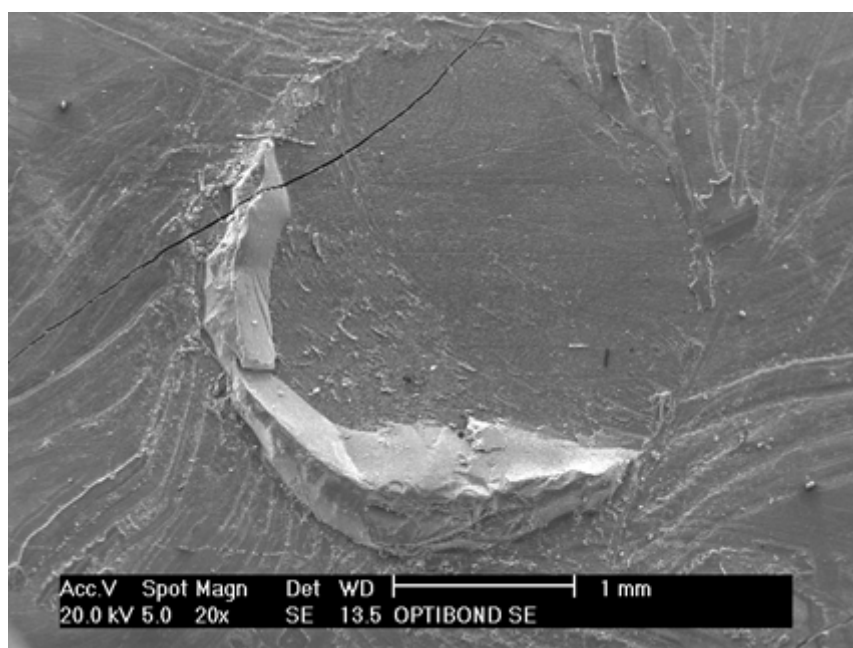


Figura 10 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO II – Falha coesiva na resina (20 X). Observa-se no canto inferior esquerdo, resina composta fraturada sobre a superfície de adesão.

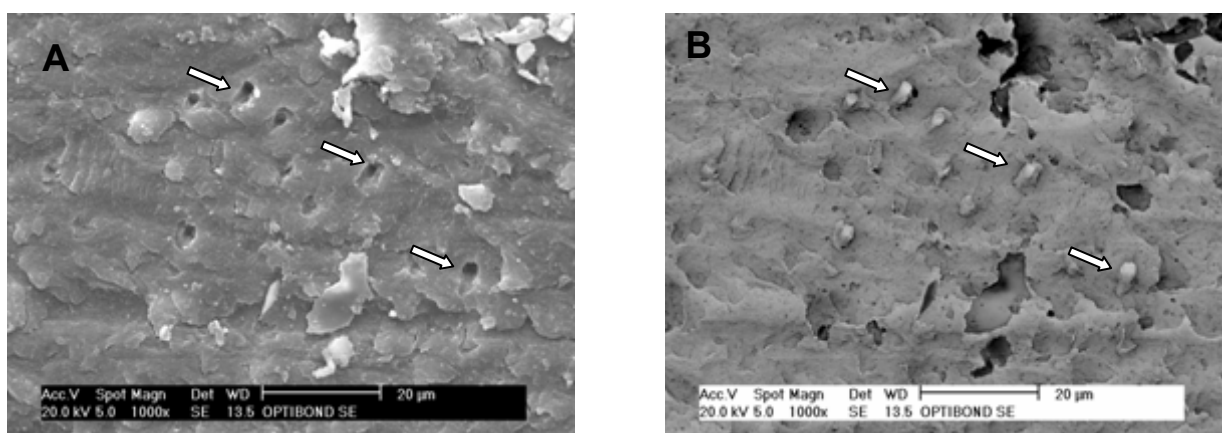


Figura 11 - Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO II – Falha interfacial/adesiva (1000 X). (A) Observam-se alguns túbulos dentinários vazios (setas brancas). (B) Visualização com as cores invertidas (imagem negativa). Nota-se o rompimento de alguns *tags* resinosos (setas brancas) juntamente com a camada adesiva que fraturou, se deslocando do espécime.

GRUPO III – Adesivo Adper Prompt + Resina Composta Z 250

Neste grupo, houveram 12 falhas consideradas interfacial/adesiva (FIG. 12 e 13) sendo que, na maior parte destes espécimes, o adesivo permaneceu sobre a dentina e, aparentemente, a resina composta se desprende do adesivo. Em apenas 3 espécimes ocorreram falhas coesivas em resina (FIG. 14), com fraturas de material em pequenas áreas (entre 5% e 10% da superfície de adesão).

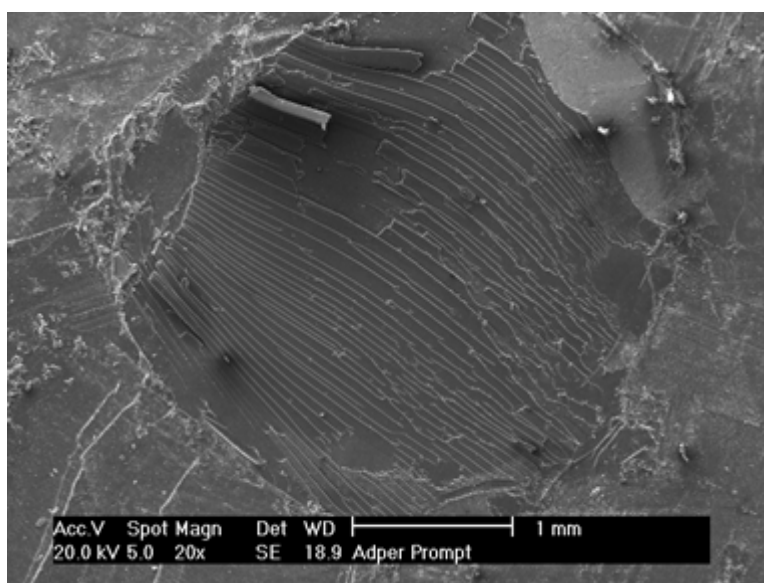


Figura 12 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO III – Falha interfacial/adesiva (20 X). A camada de adesivo permaneceu na superfície dentinária.

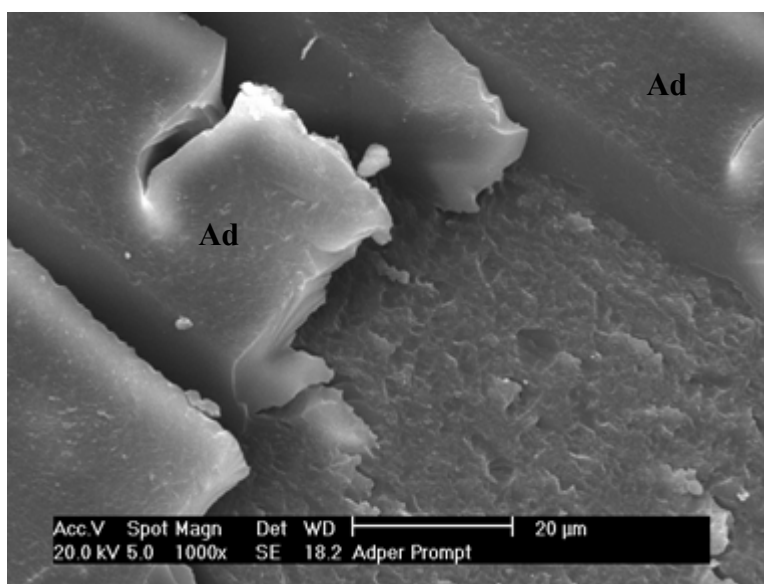


Figura 13 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO III – Falha interfacial/adesiva (1000 X). Observa-se que parte do adesivo (Ad) fraturou e parte permaneceu sobre o espécime.

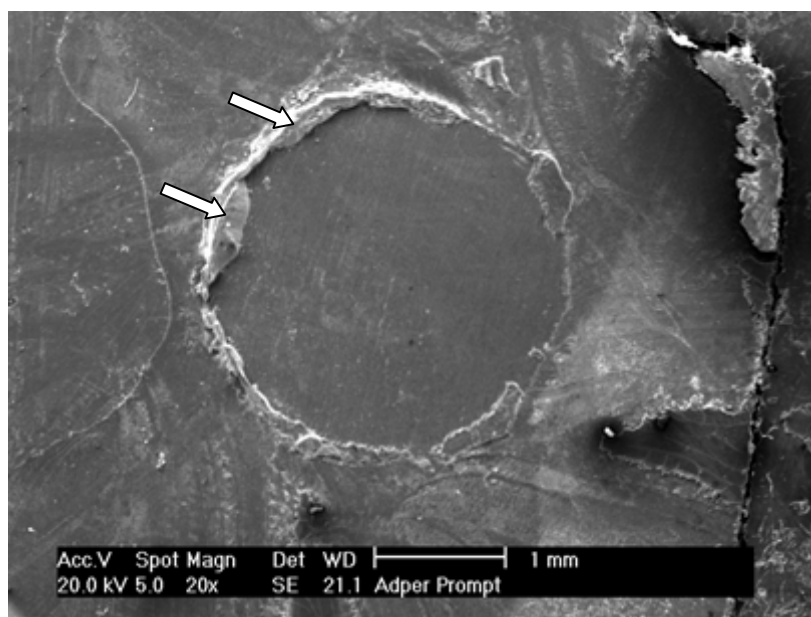


Figura 14 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO III – Falha coesiva na resina (20 X) Tipo de falha coesiva na resina (setas brancas) ocorrida em três dos quinze espécimes do GRUPO III. A permanência de resina composta sobre a superfície dentinária foi pequena (cerca de 5% da área de teste).

GRUPO IV – Adesivo TYRIAN SE + Adesivo One-Step Plus + Resina Composta Pyramid

Neste grupo, em 8 dos 15 espécimes testados (FIG.15 a 17) o adesivo permaneceu sobre a dentina em áreas bastante representativas. Os outros 7 espécimes tiveram Falha coesiva na resina semelhantemente ao ilustrado no Grupo I.

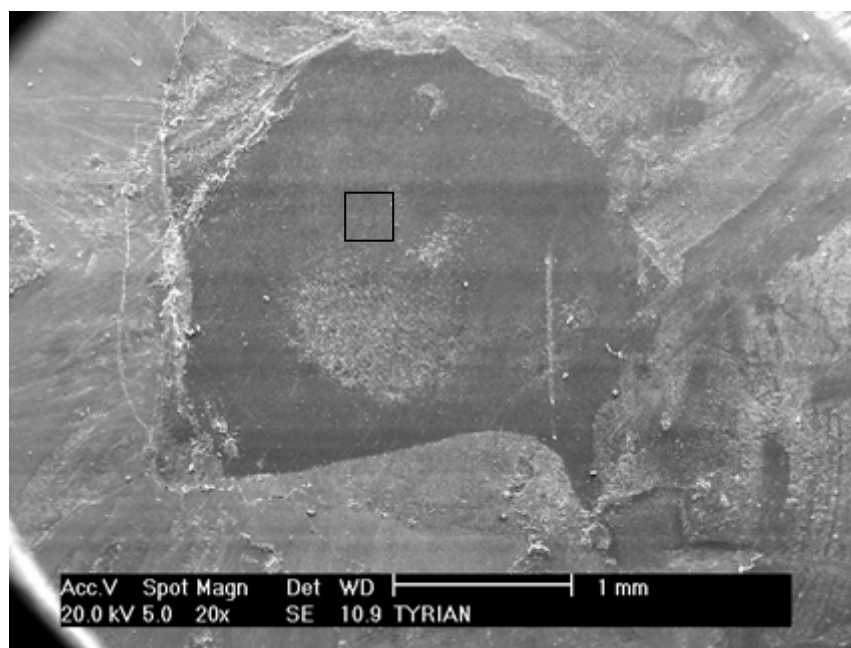


Figura 15 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO IV – Falha interfacial/adesiva (20 \times).

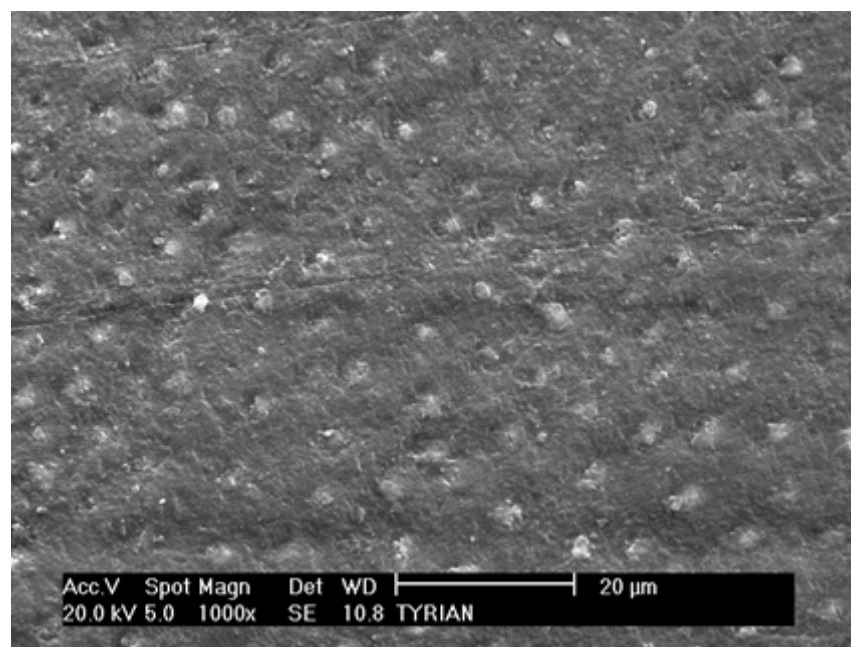


Figura 16 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte demarcada da amostra da FIG. 15 (1000 X).
Podem se notar as aberturas dos túbulos dentinários preenchidos com material resinoso.

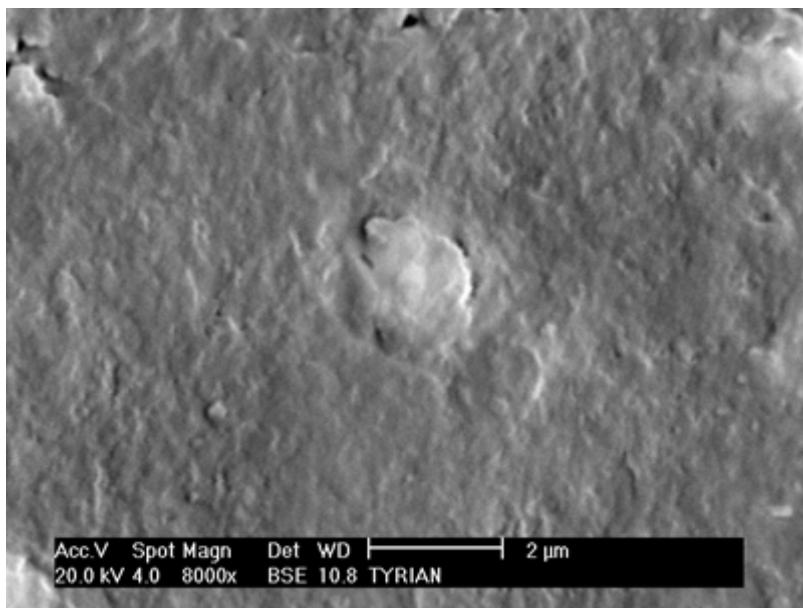


Figura 17 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 15 (8000 X).
Observa-se a abertura de um túbulo dentinário preenchida com material resinoso.

GRUPO V – Adesivo Optibond Solo PLus + Resina Composta Point 4

Dos 15 espécimes testados, 10 tiveram falhas coesivas em resina e 5 falhas coesivas em dentina. As figuras a seguir referem-se a uma amostra representativa de falha coesiva em dentina (FIG. 18 a 20).

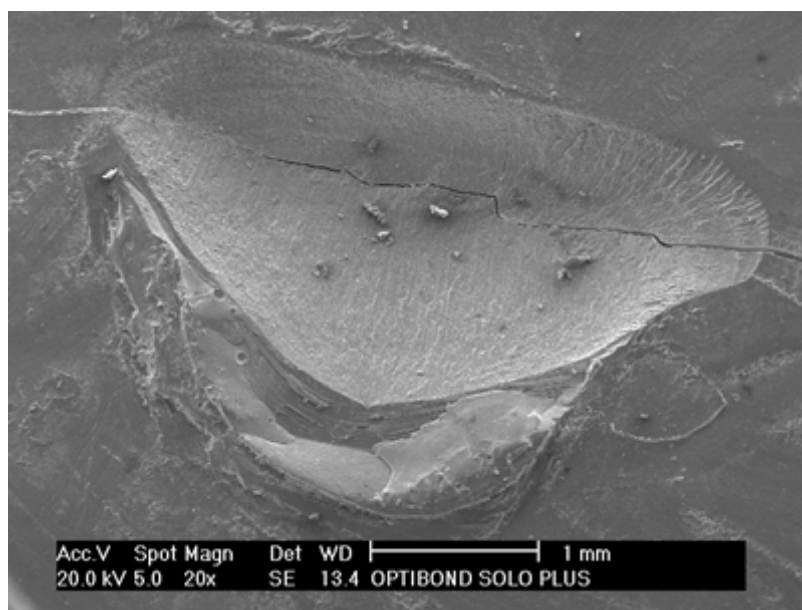


Figura 18 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO V – Falha coesiva em dentina (20X). Ocorreu a fratura da dentina em toda a superfície da área do teste. De todos os grupos testados, esta fratura foi a de maior extensão.

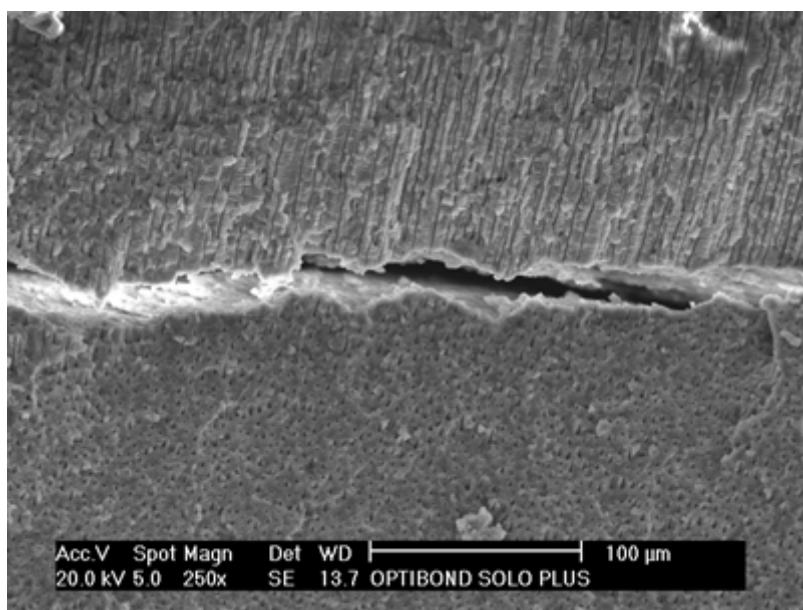


Figura 19 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO V – Falha coesiva na dentina (250 X). Podem-se observar os túbulos dentinários fraturados no sentido longitudinal (metade superior) e transversal (metade inferior).

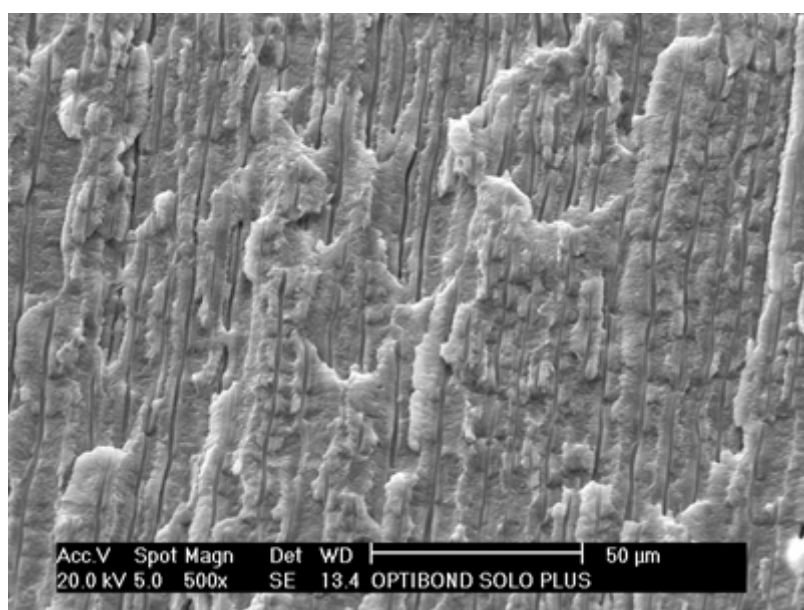


Figura 20 – Imagem de fotomicrografia (MEV), amostra do GRUPO V – Falha coesiva na dentina (500 X). Dentina fraturada com túbulos no sentido longitudinal.

5.2.2 Análise da interface adesiva

A análise da interface adesiva foi realizada com o auxílio de MEV e abordou os seguintes aspectos: 1) formação e uniformidade da camada híbrida; b) espessura da camada

do adesivo e da camada híbrida; 2) morfologia dos *tags* resinosos e sua integração com a dentina intratubular; 3) interface resina/adesivo.

Como o teste de resistência ao cisalhamento foi realizado nas faces vestibular e lingual dos elementos dentais, foram confeccionados espécimes para análise das interfaces adesivas também nestas faces, além daqueles restaurados com dentina da face oclusal (mais habitualmente utilizados neste tipo de análise).

Observou-se que os espécimes, confeccionados a partir de discos de dentina das faces vestibular e lingual, apresentavam secções longitudinais de seus túbulos dentinários, posicionados obliquamente em relação ao longo eixo do dente, sendo mais difícil a visualização da camada híbrida e de *tags* resinosos. Já os *tags* formados a partir de restaurações realizadas em dentina oclusal ficavam dispostos, em geral, mais perpendiculares à camada híbrida, facilitando a visualização e mensuração (FIG. 21 e 22).

Portanto, para a análise da interface adesiva nos diversos grupos experimentais, foram utilizadas as interfaces feitas a partir de dentina oclusal.

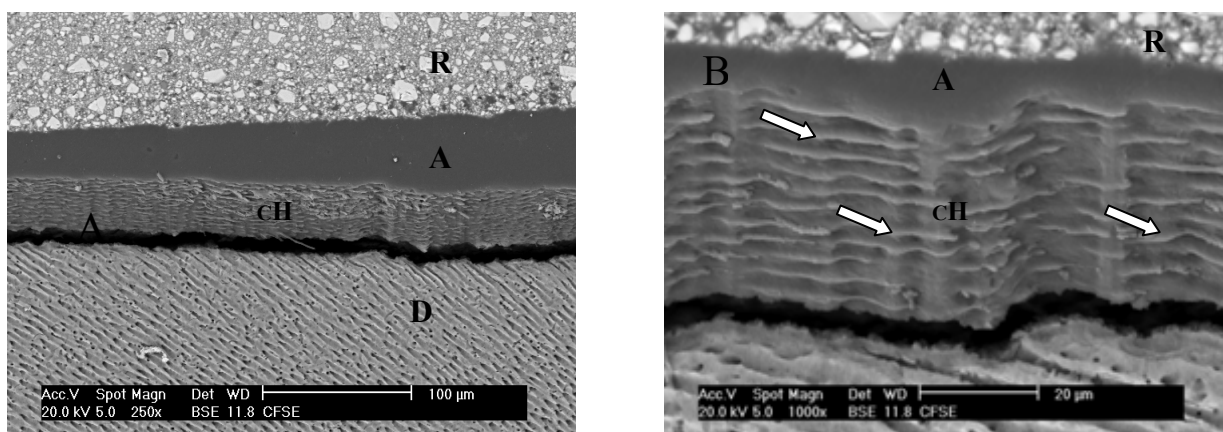


Figura 21– Imagem de fotomicrografia (MEV modo BSE) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina vestibular em aumento de 250 X (A) e 1000 X (B). (A) Espécime tratado com o sistema adesivo (Ad) Clearfil SE Bond e restaurado com resina composta Clearfil APX (R) em corte de dentina (D) da face vestibular. Podem-se observar os túbulos dentinários cortados longitudinalmente, e a base da camada híbrida (CH) vista por baixo. A faixa escura no meio da amostra é um artefato. (B) Mesma amostra vista em maior aumento. Nota-se que o adesivo infiltrou na dentina seguindo o padrão longitudinal (setas).

GRUPO I - Sistema Adesivo Clearfil SE Bond + Resina Composta Clearfil APX

A interface do sistema adesivo Clearfil SE Bond pode ser observada nas FIG. 22 a 24.

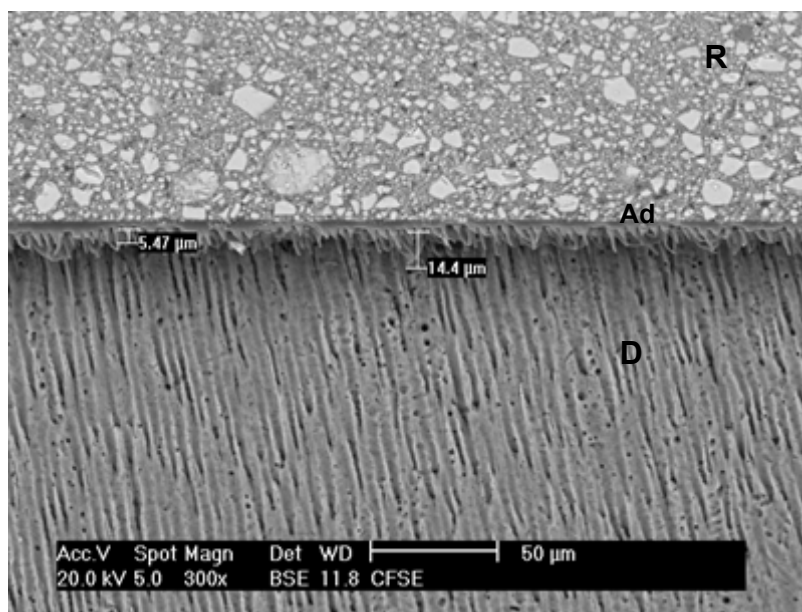


Figura 22 – GRUPO I – Imagem de fotomicrografia (MEV) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina oclusal (300X). Espécime tratado com o sistema adesivo (Ad) Clearfil SE Bond e restaurado com resina composta Clearfil APX (R) em corte de dentina (D) da face oclusal. Os túbulos dentinários podem ser vistos dispostos perpendicularmente à restauração. Houve formação de *tags* de resina bastante regulares, apesar de não muito longos (entre 5 a 15 μ m).

A análise da interface dente/restauração revelou a uniformidade da camada adesiva (FIG. 22). Apesar do adesivo ter formado uma camada não muito espessa, de aproximadamente 3 μ m (FIG. 23), esta pareceu bem integrada com a resina composta e a camada híbrida. Da mesma forma a camada híbrida formada, apesar de delgada (1 μ m em média, FIG. 23, B), estava bastante regular.

Os *tags* formados não foram muito longos (entre 5 e 15 μ m aproximadamente), porém pareceram estar hibridizados com a dentina intratubular. Muitos *tags* possuíam uma forma afunilada, com base maior próxima da camada híbrida (FIG. 24). Além disso, outra característica foi a mudança abrupta da forma dos *tags* resinosos (FIG. 24).

Não foi observada a presença de falhas entre resina e adesivo, ou ainda, a existência de *gaps* entre a resina e o adesivo ou adesivo e camada híbrida.

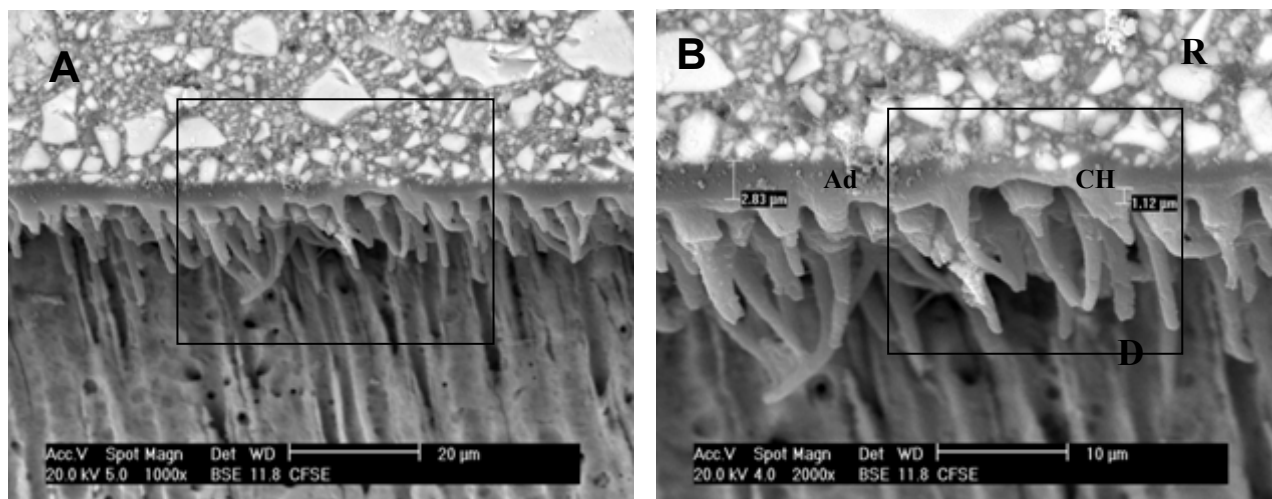


Figura 23 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 22 (A, 1000 X e B, 2000 X). Observam-se a presença de *tags* em toda a extensão da camada adesiva e formação de camada híbrida delgada (1,12 µm) mas uniforme. A camada de adesivo parece, apesar de pouco espessa (2,83 µm), estar bem aderida à resina composta e camada híbrida.

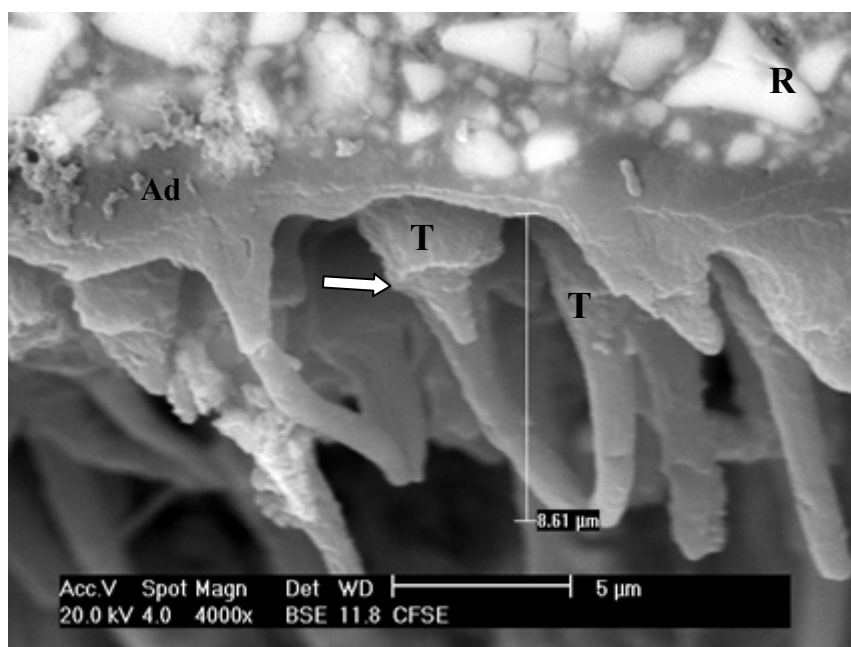


Figura 24 – Imagem de fotomicrografia (MEV), aumento de 4000 X da área central da FIG. 23, B. Pode-se observar a anatomia dos *tags*, com base maior próximo da camada híbrida e comprimento aproximado de 8,61 µm. A mudança abrupta do diâmetro dos *tags* (seta) foi outra característica frequentemente observada. R= Resina, T= Tag, Ad= Adesivo

GRUPO II- Sistema Adesivo Optibond Solo Plus SE + Optibond Solo Plus + Resina Composta Point 4

Este sistema adesivo utiliza um primer autocondicionante, que é aplicado ativamente por 15s, previamente ao adesivo Optibond Solo Plus. As FIG. 25 a 27 ilustram a análise realizada da interface adesiva.

A análise da interface dente/restauração revelou uniformidade da camada adesiva (FIG. 25 e 26) cuja espessura variou em média de 10 a 13 μ m. A camada híbrida pareceu estar bem integrada com a resina e o adesivo, e embora pouco espessa (entre 1 e 1,5 μ m), mostrou-se bastante regular e livre de falhas ao longo da interface analisada (FIG. 26 e 27). Verificou-se uma pobre formação de *tags*, que além de não serem em grande número, foram curtos (entre 3 e 8 μ m) e pouco calibrosos (FIG. 26). Apenas a parte próxima da camada híbrida (cerca de 1 e 2 μ m) pareceu estar integrada com a dentina intratubular. Os *tags* apresentavam formas bastante irregulares e distintas entre si (FIG.27).

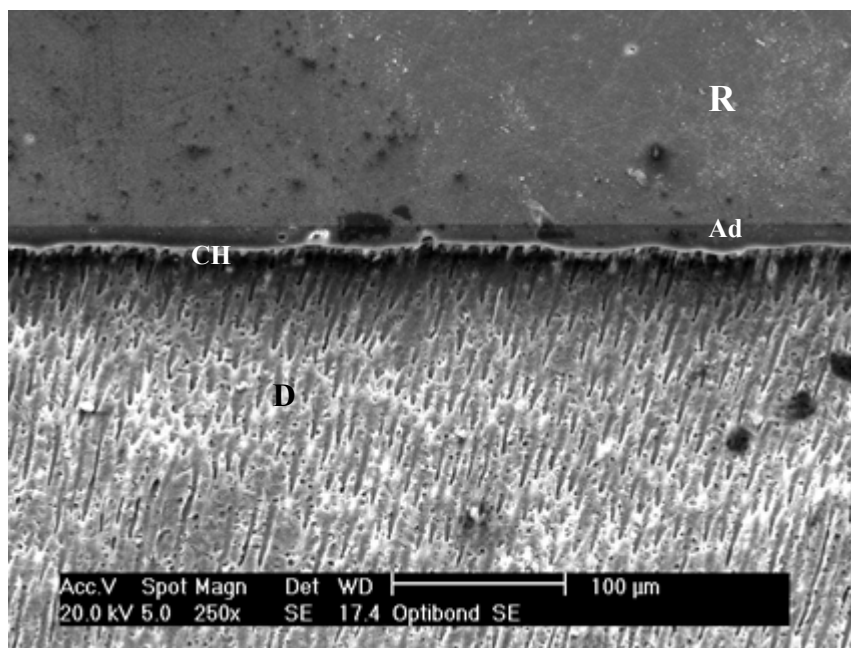


Figura 25 – GRUPO II – Imagem de fotomicrografia (MEV) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina oclusal (250 X). Espécime tratado com o sistema adesivo (Ad) Optibond Solo Plus SE e restaurado com resina composta Point 4 (R) em corte de dentina (D) da face oclusal. Os túbulos dentinários podem ser vistos dispostos perpendicularmente à restauração. Houve formação de uma camada híbrida (CH) contínua e uniforme, porém observam-se tags curtos e irregulares.

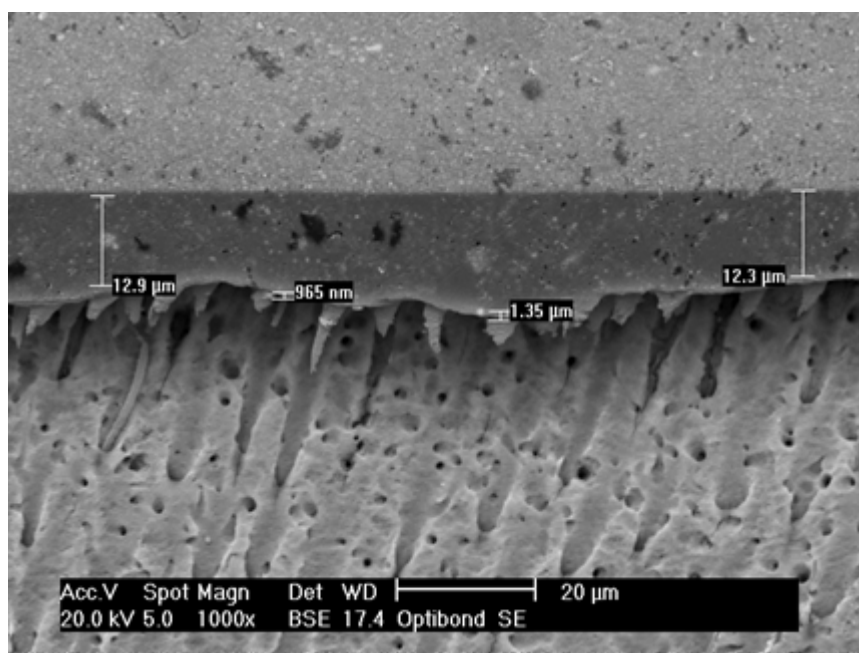


Figura 26 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 25 no modo SE (1000 X). Observam-se a presença de tags curtos e irregulares e formação de camada híbrida delgada (1 μm a 1,35 μm) e uniforme. A camada de adesivo (com carga) é relativamente espessa (12,3 a 12,9 μm) e parece estar bem aderida à resina composta e à camada híbrida.

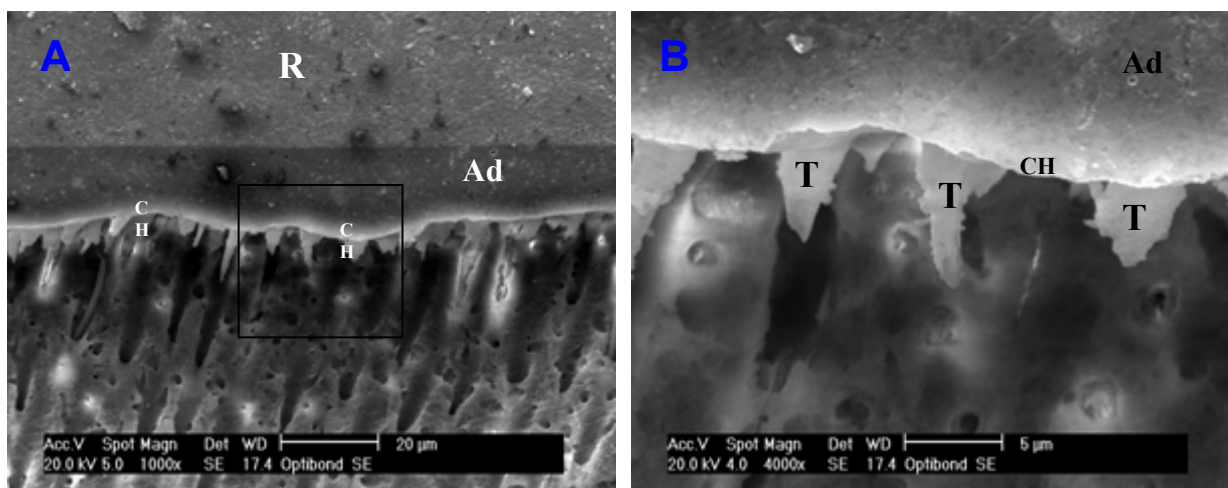


Figura 27 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 25 no modo SE (A, 1000 X e B, 4000 X). B) Aumento de 4000 X da área demarcada em A. Pode-se observar a anatomia dos tags, bastante irregulares e curtos. Apesar disto, parecem ter hibridizado com a dentina intratubular nas regiões mais próximas da camada híbrida. R= Resina, T= Tag, Ad= Adesivo.

Da mesma forma que no grupo anterior, não foi observada a presença de falhas entre resina e adesivo, ou ainda, a existência de *gaps* entre a resina e o adesivo ou adesivo e camada híbrida.

GRUPO III- Sistema Adesivo Adper™ Prompt™ + Resina Composta Z 250

Este sistema adesivo também é um adesivo autocondicionante de passo único, em que o *primer* condicionante e o adesivo são misturados e aplicados sobre a superfície dentinária ao mesmo tempo. As FIG. 28 a 30 ilustram a interface adesiva resultante.

A análise da interface dente/restauração mostrou a formação de uma camada adesiva bastante espessa, de aproximadamente 90 a 100 μ m (FIG. 28), bem integrada com a resina composta e a camada híbrida. A camada híbrida formada teve uma espessura média entre 2 e 4 μ m (FIG. 28 e 29), e foi bastante regular.

Os *tags* formados mostraram-se curtos (entre 3 e 10 μ m aproximadamente), irregulares e esparsos (FIG. 29). Houve poucos indícios de hibridização com a dentina intratubular. Muitas vezes os *tags* formados foram finos desde sua base próxima da camada híbrida e alguns poucos apresentaram forma afunilada (FIG. 30).

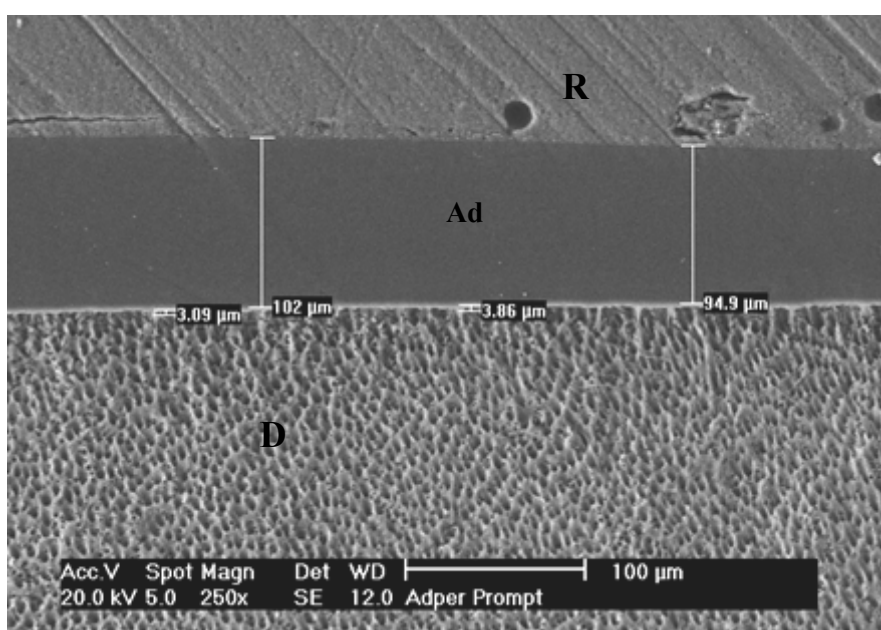


Figura 28 – GRUPO III – Imagem de fotomicrografia (MEV) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina oclusal (250 X). Espécime tratado com o sistema adesivo (Ad) Adper™ Prompt™ e restaurado com resina composta Z 250 (R) em corte de dentina (D) da face oclusal (250 X). Os túbulos dentinários podem ser vistos dispostos perpendicularmente à restauração.

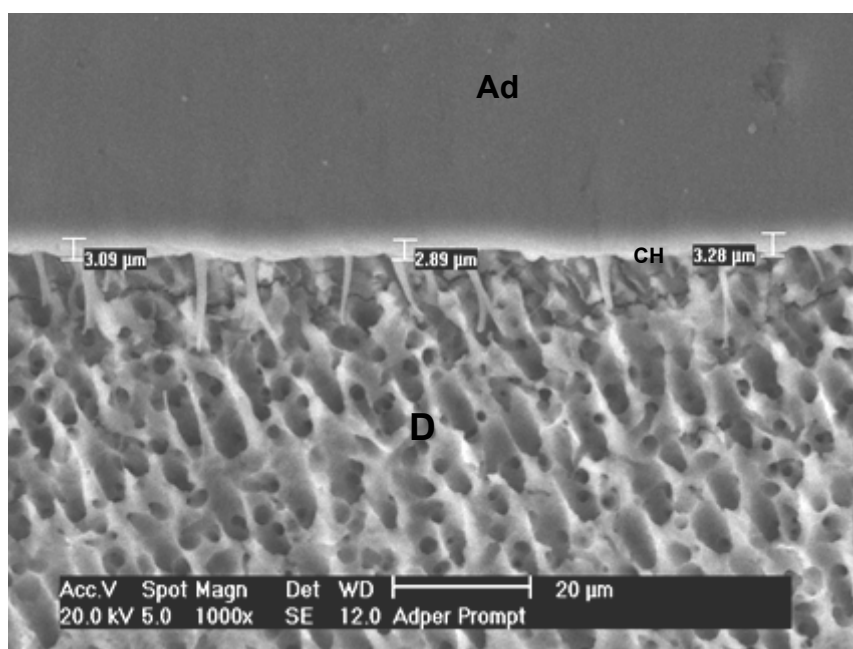


Figura 29 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 28 no modo SE (1000 X). Observa-se a camada híbrida uniforme (espessura média entre 2 a 4 μ m) e a formação de poucos *tags* de resina. CH= Camada Híbrida,, Ad= Adesivo, D= Dentina.

Não foi observada a presença de falhas entre resina e adesivo, ou ainda, a existência de *gaps* entre a resina e o adesivo ou adesivo e camada híbrida.

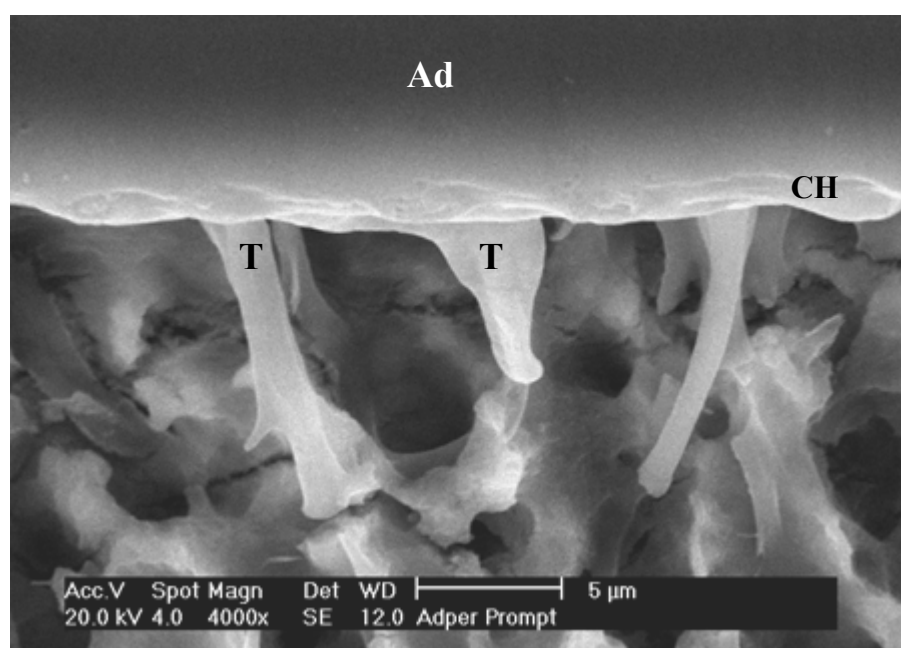


Figura 30 – Imagem de fotomicrografia (MEV), parte central da amostra da FIG. 28 no modo SE (4000 X). Aumento de 4000 X da amostra anterior. Observam-se *tags* curtos e irregulares. Aparentam poucos indícios de hibridização, mesmo próximo de suas bases. CH = Camada híbrida, T = *Tag*, Ad = Adesivo.

GRUPO IV - Sistema Adesivo Tyrian + Adesivo One Step Plus + Resina Composta Pyramid.

Após a aplicação ativa do sistema adesivo autocondicionante Tyrian, a superfície dentinária recebeu a aplicação do adesivo One Step Plus que foi então fotoativado antes da inserção e polimerização da resina composta Pyramid. O resultado desta interação está evidenciado nas FIG. 31 a 33.

A análise da interface dente/restauração mostrou a formação de uma camada adesiva bastante espessa, de aproximadamente 70 a 80 μ m (FIG. 31), bem integrada com a resina composta e a camada híbrida. A camada híbrida formada teve uma espessura média entre 4 e 6 μ m (FIG. 32). Pode-se notar que a camada adesiva foi basicamente formada pelo adesivo One Step Plus, visto que aparece a carga deste adesivo em toda a extensão. Já a camada híbrida e os prolongamentos de resina (*tags*) originaram-se, em grande parte, do adesivo Tyrian (sem carga). Foi nítida a separação entre ambos (FIG. 32 e 33).

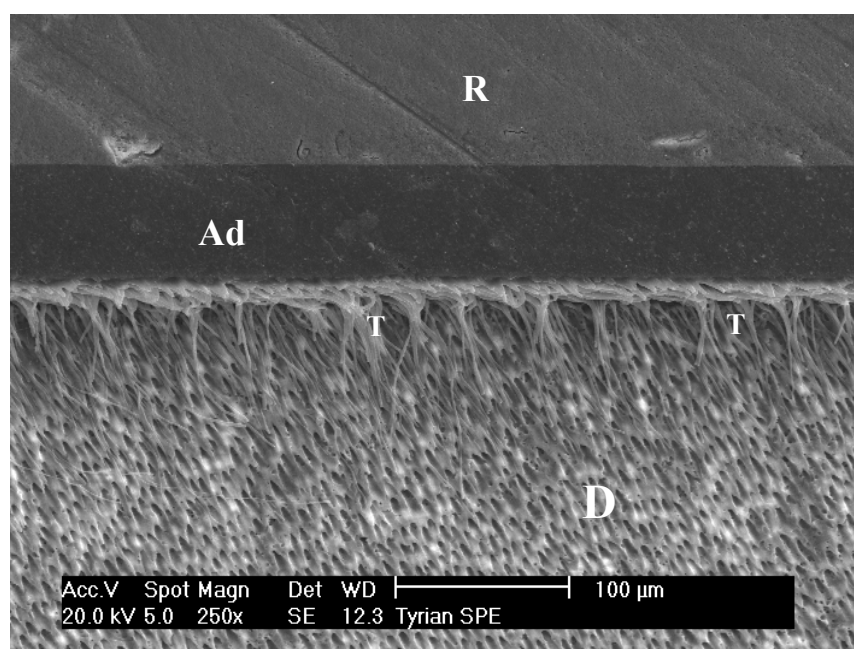


Figura 31 – GRUPO IV – Imagem de fotomicrografia (MEV) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina oclusal (250 X). Amostra tratada com o sistema adesivo (Ad) Tyrian + Adesivo One Step Plus e restaurado com resina composta Pyramid (R) em corte de dentina (D) da face oclusal. Os túbulos dentinários podem ser vistos dispostos ligeiramente oblíquos à restauração. Houve formação de uma camada adesiva (Ad) contínua e uniforme. Nota-se grande quantidade de *tags* (T) resinosos.

Os *tags* formados mostraram-se numerosos e longos (entre 20 e 80 μ m aproximadamente). Contudo apenas a porção próxima da camada híbrida pareceu hibridizada. Em geral os *tags*, apesar de longos, foram finos e frágeis. Como a desmineralização das amostras, durante o preparo para MEV, permitiu a observação de uma profundidade razoável da interface, foi possível notar o rompimento dos *tags* nas camadas iniciais no limite próximo de suas bases (FIG. 33). Da mesma forma que nos grupos anteriores, não foi observada a presença de falhas entre resina e adesivo, ou ainda, a existência de *gaps* entre a resina e o adesivo ou adesivo e camada híbrida.

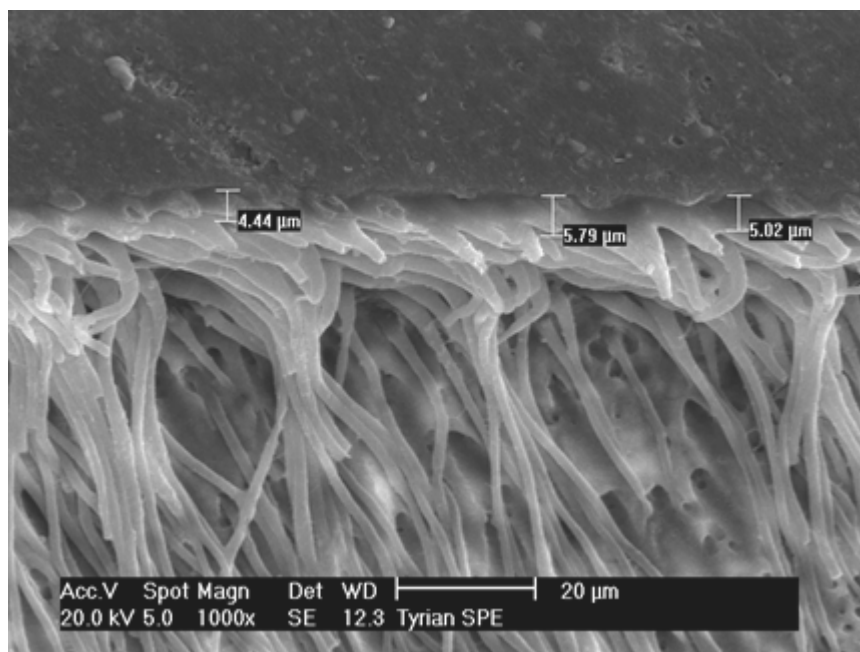


Figura 32 – Imagem de fotomicrografia (MEV), área central da FIG. 31 em maior aumento (1000 X, modo SE). Observa-se a camada híbrida uniforme (espessura média entre 4 a 6 μ m) e a formação de muitos *tags* de resina, longos e finos a partir de 3 μ m de sua base. Notam-se fraturas destes *tags* nas camadas mais externas da amostra (setas brancas). CH = Camada Híbrida,, Ad = Adesivo, T = *Tag*

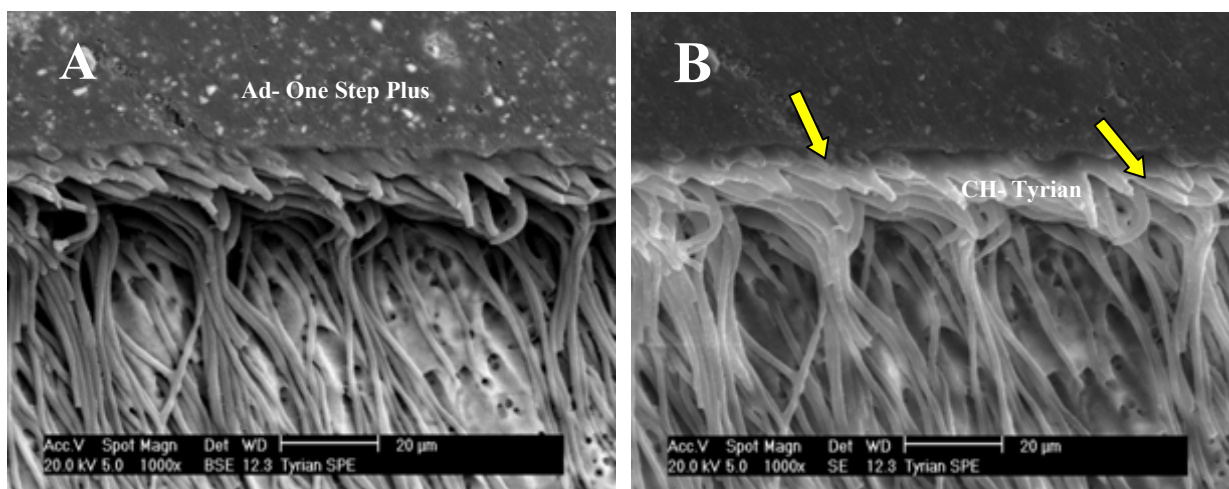


Figura 33 – Imagem de fotomicrografia (MEV), área central da FIG. 31 em aumento 1000 X, (A, modo SE e B, modo BSE). A) Mesma amostra da FIG. 32, imagem em BSE e aumento de 1000 X. Ficou nítido a distinção entre os adesivos Tyrian e One Step Plus, graças à presença de carga neste último. B) Imagem em SE e aumento de 1000 X. Observa-se a divisão entre os dois adesivos e o predomínio do adesivo Tyrian na formação da camada híbrida e *tags* resinosos. Ad = Camada adesiva, CH = Camada híbrida.

GRUPO V- Sistema Adesivo Optibond Solo Plus + Resina Composta Point 4

Este sistema adesivo utiliza condicionamento total de esmalte e dentina, previamente a aplicação do *primer* e agentes adesivos que estão acondicionados em um único frasco. Os resultados obtidos com a análise sob MEV podem ser observados nas FIG. 34 e 35.

Em todas os espécimes, em dentina oclusal, foi possível visualizar a formação de um grande número de *tags* bastante próximos (FIG. 35), o que identifica a utilização de amostras em dentina profunda (com maior número de túbulos dentinários).

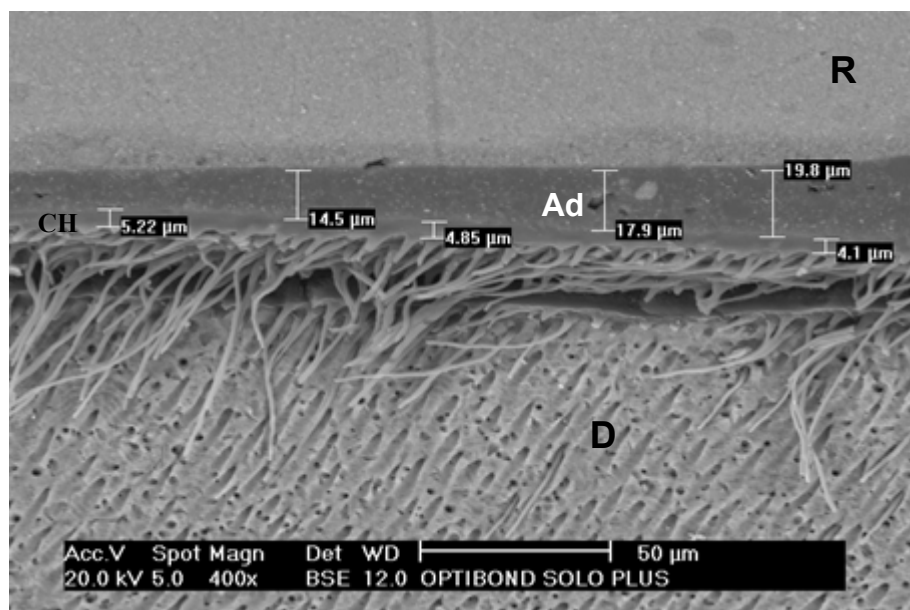


Figura 34 – GRUPO V – Imagem de fotomicrografia (MEV) de interface adesiva confeccionada a partir de dentina oclusal (400 X). Amostra restaurada em dentina (D) oclusal, com aplicação do sistema adesivo Optibond Solo Plus (Ad) + resina composta (R) Point 4. Nota-se a formação de uma uniforme camada híbrida (CH) e grande quantidade de *tags*, evidenciando o fato da união desta amostra ter sido feita em dentina mais profunda.

Houve a formação de uma nítida camada híbrida, com espessura que variou entre 3 e 7 μm . A camada adesiva estava homogeneamente integrada com a resina composta e a camada híbrida, sem verificação de espaços ou fendas (*gaps*).

Os *tags* foram bastante longos com a base próxima da camada híbrida mais calibrosa e em forma de funil (FIG. 35, B).

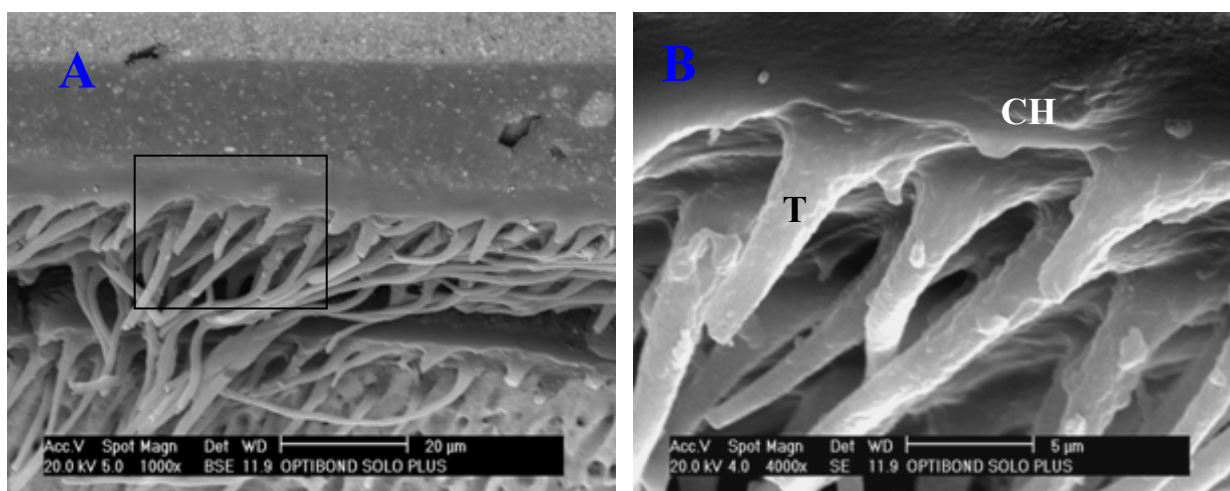


Figura 35 – Imagem de fotomicrografia (MEV), área central da FIG. 34 em aumento 1000 X (A, modo SE) e 4000 X (B, modo BSE). A) Mesma amostra anterior (imagem em BSE, 1000 X). B) Ampliação da área demarcada em A (imagem em SE, 4000 X). Os *tags* (T) têm a base mais calibrosa próxima da camada híbrida (CH) e em forma de funil. Nesta área (base) eles parecem bem hibridizados.

6 DISCUSSÃO

Este experimento buscou verificar, *in vitro*, a resistência de união sob tensões de cisalhamento à dentina, de quatro sistemas adesivos autocondicionantes, e um sistema adesivo de condicionamento ácido prévio, utilizado como controle. Cada sistema adesivo foi empregado juntamente com uma resina composta do mesmo fabricante, e seguiu criteriosamente as instruções de manipulação e aplicação especificadas para cada material.

A discussão deste trabalho foi realizada em três etapas. Na primeira delas foi discutida a metodologia empregada. Em seguida, foram discutidos os resultados obtidos com o teste de RUC, e com a verificação das falhas ocorridas após fratura dos corpos-de-prova. Por último, foram analisadas as interfaces resina composta/adesivo/dentina, observadas sob MEV, de cada sistema adesivo.

6.1 Quanto à metodologia

O objetivo principal deste trabalho foi verificar a resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes à dentina. Portanto, optou-se por realizar o experimento, *in vitro*. Além de demandar menor consumo de tempo e de reduzir custos, este tipo de experimento possibilita uma comparação efetiva entre os materiais testados, pois facilita os procedimentos

de padronização. Desta forma, permitem uma mensuração mais precisa da adesão ao substrato dentinário (AL-SAHEHI; BURKE, 1997).

Foram selecionados dentes humanos, que haviam sido recém-extraídos e mantidos em solução de timol aquoso, por um período máximo de 6 meses antes da realização do experimento, seguindo as sugestões de Rueggberg (1991). Utilizou-se, na presente pesquisa, apenas terceiros molares, superiores e inferiores, hígidos, de pacientes com idade entre 15 e 25 anos. Portanto, o substrato dental foi padronizado e formado por dentina jovem, sem modificações decorrentes da idade, de cáries ou de outras alterações pulpares, que pudessem interferir nos processos de adesão dos sistemas adesivos à dentina, conforme descrito na literatura (DUKE; LINDEMUTH, 1991; TAGAMI et al., 1993; BURROW et al., 1994; NAKAJIMA, et al., 1999; KWONG et al., 2002).

A superfície dentinária foi exposta, com o desgaste das faces vestibular e lingual de cada dente, possibilitando a utilização das duas faces. Segundo Konishi et al. (2002), não parece haver diferença na resistência ao cisalhamento obtida entre estas localizações. O desgaste foi realizado com pontas cilíndricas diamantadas, até uma profundidade de cerca de 0,5 a 1mm abaixo do limite amelo-dentinário. Nesta profundidade, aparentemente, a dentina é mais resistente a tensões de cisalhamento, quando comparada com localizações mais profundas (KONISHI et al., 2002). Há uma maior quantidade de dentina intertubular, a quantidade e o diâmetro dos túbulos é menor, e a dentina é menos úmida (GARBEROGLIO; BRANNSTRÖM, 1976). Estas condições talvez tenham favorecido, neste experimento, a obtenção de valores de RUC mais elevados, do que se a adesão tivesse sido efetuada em dentina próxima da polpa.

Após o embutimento dos dentes em resina acrílica, com as faces voltadas para cima, a superfície dentinária foi desgastada com lixas d'água de granulação decrescente, com o intuito de aplainar e de padronizar a formação do esfregaço dentinário. Como uma maior espessura

do esfregaço dentinário influencia negativamente na resistência de união dos sistemas adesivos à dentina (KOIBUSHI; YASUDA; NAKABAYASHI, 2001), neste experimento optou-se por utilizar, sob irrigação, lixas de granulação mais finas (400 a 1200) para que produzissem depósitos menos espessos (GWINNETT, 1984). Este procedimento pode ter influenciado na obtenção de valores mais elevados de resistência de união, quando da utilização dos sistemas autocondicionantes. No caso do sistema adesivo convencional, a espessura de esfregaço não influencia, visto que este é totalmente removido pelo ataque ácido prévio.

Cada sistema adesivo foi empregado em conjunto com uma resina composta fotoativada, fornecida pelo respectivo fabricante, de acordo com a metodologia de vários experimentos (BARKMEIER; LOS; TRIOLO, 1995; TOLEDANO et al., 2001; NIKAIDO et al., 2002). Isto teve a finalidade de evitar possíveis incompatibilidades químicas, como as que ocorrem entre materiais fotoativados, com relação a materiais autoativados ou de cura dual (HAGGE; LINDEMUTH, 2001).

O teste de RUC foi escolhido para mensurar a resistência de união dos diversos sistemas adesivos à dentina. Apesar de ser um bom teste de adesão, sabe-se que, devido a uma maior área de união, acarreta concentração de estresses e resulta em maior percentual de falhas coesivas na dentina, conforme o estudo de Eick et al. (1997, apud FRANKENBERGER et al., 2002). Além disso, pode induzir a ocorrência de uma maior dispersão dos resultados (AL-SALEHI; BURKE, 1997). O teste verifica a adesão entre dois materiais diferentes, através da aplicação de uma força compressiva paralela à interface dos mesmos. Quanto maior a RUC de um determinado material à dentina, melhor será a adesão mecânica existente entre ambos. Clinicamente, uma adesão mais consistente está diretamente relacionada a uma maior longevidade do material restaurador e menores chances de microinfiltração (RETIEF;

MANDRAS; RUSSELL, 1994) e seus problemas oriundos, tais como sensibilidade, descoloração e cáries recorrentes (VAN MEERBEEK et al., 1998).

Neste experimento, a área de adesão do sistema adesivo/resina composta foi bem delimitada pelo uso de uma matriz de polietileno da Ultradent, com 2,2mm de diâmetro na base e 4mm de altura. Isto determinou, na confecção do corpo-de-prova, uma área total de contato com a dentina de aproximadamente 3,8mm². Esta área é relativamente menor do que a descrita na maioria dos experimentos de RUC (TOLEDANO et al., 2001; HAGGE; LINDEMUTH, 2001; PECORA et al., 2002), o que pode ter elevado os valores de resistência de união obtidos.

Cada sistema adesivo foi aplicado seguindo as recomendações de seus respectivos fabricantes e polimerizado sobre a superfície dentinária pelo tempo adequado. O fotoativador LED (Demetron) manteve uma emissão constante de 600mw/cm². A matriz da Ultradent foi posicionada, deixando a área a ser restaurada cerca de 1 a 2mm abaixo da junção amelodentinária, e centralizada na superfície dentinária exposta. A delimitação do sistema adesivo foi realizada após o assentamento e polimerização da resina composta. Os excessos do adesivo, que ficaram além do cilindro de resina composta, foram gentilmente removidos com o auxílio de lâminas de bisturi, de dentro para fora. Este procedimento foi realizado de acordo com outros experimentos (RODRIGUES, 2000; ARRUDA, 2002). A delimitação do adesivo, neste momento, pareceu mais adequada por permitir que toda a área de adesão ficasse recoberta uniformemente. A colocação da matriz sobre a resina adesiva ainda não polimerizada, ou ainda a utilização de fitas perfuradas sobre a estrutura dental, poderiam determinar irregularidades ou imperfeições na camada adesiva, que poderiam interferir nos resultados de resistência de união.

Price e Hall (1999) observaram que os resultados obtidos com teste de RUC após 10min, foram significativamente menores do que os obtidos após 24h. Optou-se, nesta

pesquisa, por realizar o experimento após 24h, deixando os espécimes imersos em água destilada a 37°C como recomendado por Rueggberg (1991) e realizado em outros experimentos (BARKMEIER; LOS; TRIOLO, 1995; KOIBUSHI; YASUDA; NAKABAYASHI, 2001).

No momento do teste foi utilizado um dispositivo da Ultradent, para a aplicação de força compressiva na interface adesiva. Segundo Pecora et al. (2002), este dispositivo contorna o cilindro de resina composta, age como um dispositivo de carga de meia lua, distribui mais uniformemente os estresses, e reduz a concentração de forças adjacentes à interface. Isto pode ter possibilitado, no presente trabalho, valores de resistência de união mais elevados, do que se tivesse sido utilizado o dispositivo em forma de faca, cuja força é aplicada em um único ponto, diminuindo o estresse necessário para a falha de união.

A velocidade de cruzeta de 1mm/min, selecionada para a realização do teste, está de acordo com as especificações da ISO-TR 11405, que determina uma velocidade entre 0,45 e 1,05mm/min, e com a velocidade utilizada em outros experimentos semelhantes (HAGGE; LINDEMUTH, 2001; ARRUDA, 2002).

Hara; Pimenta; Rodrigues (2001) recomendaram a utilização de velocidades de cruzeta entre 0,5 e 0,75mm/min. Segundo estes autores, a velocidade de cruzeta pode influenciar nos resultados de RUC. Velocidades mais elevadas poderiam induzir uma distribuição anormal de forças no momento dos testes, resultando em maior número de falhas coesivas na dentina ou na resina composta. É possível que a utilização da velocidade de 1mm/min, possa ter tido alguma influência na distribuição de falhas observadas neste experimento. Porém, novos estudos são necessários para verificar o efeito de diferentes velocidades de cruzeta, com relação a estes novos sistemas adesivos autocondicionantes.

6.2 Quanto aos resultados

O presente estudo testou 4 sistemas adesivos autocondicionantes, Clearfil SE Bond, Optibond Solo Plus SE, Adper™ Prompt™ e Tyrian™, comparando seus resultados com um sistema adesivo de condicionamento ácido prévio de quinta geração, Optibond Solo Plus.

O teste de Kruskal-Wallis mostrou existir diferença estatística entre os grupos ($p < 0,0001$). A comparação dos grupos dois a dois, pelo teste de Wilcoxon, mostrou que os sistemas adesivos, Clearfil SE Bond, Optibond Solo Plus SE e Optibond Solo Plus, obtiveram resultados semelhantes, sendo superiores aos sistemas Tyrian™ SPE e Adper™ Prompt™. Estes dois últimos sistemas foram também significativamente diferentes entre si, com o sistema Adper™ Prompt™ obtendo os resultados de resistência de união mais baixos.

Não foi possível relacionar a composição química dos diferentes sistemas adesivos observados neste experimento, com os valores alcançados de resistência de união ao cisalhamento (ver APÊNDICE 1). Estas observações estão de acordo com as conclusões de Hagge e Lindemuth (2001), que não verificaram nenhuma relação previsível entre a formulação geral de vários sistemas adesivos, convencionais e autocondicionantes, e os valores de RUC destes sistemas à dentina.

Schulze et al. (2003) obtiveram resultados bastante próximos, aos obtidos pela presente pesquisa, quando testaram a RUC do sistema Clearfil SE Bond, à dentina super molhada ou úmida ($31,9\text{MPa} \pm 9,6$ e $31,1\text{MPa} \pm 10,3$, respectivamente). Na condição de dentina seca, a dispersão dos resultados foi de aproximadamente a metade do ocorrido nas outras duas situações, e o valor de RUC aumentou ($35,8\text{MPa} \pm 5,1$). Este sistema adesivo foi

considerado menos sensível a técnica, quando comparado com o sistema convencional de passo único, Single Bond.

No presente experimento, realizou-se a aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond sem secar bem a dentina, visto que nas recomendações do fabricante, não havia instruções claras quanto ao fator umidade. Apesar de no estudo de Schulze et al. (2003) não ter havido diferença significativa entre as três condições de dentina testada, pode ser interessante que a aplicação deste sistema, seja realizada criteriosamente sobre dentina seca. Uma menor dispersão acaba por determinar uma maior confiabilidade nos resultados de resistência de união.

Os resultados de RUC deste sistema (Clearfil SE Bond) foram superiores aos obtidos por Toledano et al. (2001). Neste experimento, os autores obtiveram valores de RUC deste adesivo à dentina, de $15,4\text{MPa} \pm 5,9$ em dentina superficial e $17,9\text{MPa} \pm 6,2$ em dentina profunda, com uma velocidade de cruzeta de $0,75\text{mm/min}$. O diâmetro da área de adesão utilizado foi de aproximadamente 4mm, quase o dobro do utilizado na presente pesquisa, que foi de 2,2mm, o que pode explicar, em parte, as diferenças nos resultados alcançados.

Dentre os sistemas adesivos autocondicionantes, o Clearfil SE Bond pode ser considerado de dois passos, visto que a aplicação do *primer* precede a aplicação da resina adesiva. Da mesma maneira, o sistema adesivo Optibond Solo Plus SE é utilizado previamente à aplicação do Optibond Solo Plus, funcionando como um *primer*. A aplicação em dois passos pode ter contribuído para a obtenção de bons resultados com estes sistemas. Sistemas adesivos autocondicionantes de passo único têm-se mostrado menos efetivos quando comparados aos de múltiplos passos (BOUILLAGUET et al., 2001).

Os fabricantes geralmente recomendam que a aplicação dos sistemas adesivos, principalmente para aqueles de frasco único, seja realizada ativamente sobre a superfície dentinária. Segundo Perdigão et al. (1999), esta aplicação ativa é necessária para propiciar a

penetração da mistura de monômeros para dentro da dentina desmineralizada. Neste experimento, a aplicação do *primer*, ou da solução adesiva quando única, foi realizada ativamente e pelo tempo recomendado para cada sistema adesivo testado.

O sistema Optibond Solo Plus SE apresentou resultados muito favoráveis de resistência de união, equivalentes aos alcançados pelos sistemas Clearfil SE Bond e a seu similar convencional, Optibond Solo Plus. Foi relativamente fácil de aplicar, apesar de ter demandado um tempo maior de aplicação. Neste sistema, os fabricantes recomendam que após a aplicação do *primer* por 15s, a resina adesiva Optibond Solo Plus, seja aplicada em mais duas camadas, por um tempo total de 30s. Isto acabou por anular a suposta vantagem deste sistema, como autocondicionante, em demandar menos tempo para a aplicação clínica (LOPES et al., 2002). A única vantagem restante, foi o fato de não precisar lavar o *primer*, nem secar, tornando menos crítico o processo de aplicação.

O sistema Adper™ Prompt™ apresentou neste experimento, os piores resultados de RUC à dentina, quando comparado com os outros sistemas avaliados. No entanto, sua média de RUC, de 17,50MPa, foi semelhante aos valores relatados pelo fabricante, de aproximadamente 20MPa para a dentina. Como este sistema adesivo está sendo comercializado há pouco tempo, não foram encontrados relatos publicados na literatura com relação a RUC.

O Adper™ Prompt™ pode ser considerado como um sistema adesivo realmente de passo único, pois realiza o condicionamento, aplicação do *primer* e da resina adesiva em uma única operação. Os fabricantes recomendam que uma gota da solução A seja bem misturada a uma gota da solução B, e aplicada ativamente sobre a superfície dentinária seca, por 15s. Após este período, se a superfície não parecer lisa e brilhante, o adesivo deverá ser reaplicado. Neste experimento este passo foi um pouco indefinido, pois foi difícil saber se o brilho estava homogêneo ou não. Na maioria das vezes o adesivo foi reaplicado. Porém, não se sabe o

quanto isto afetou a resistência de união com relação aos espécimes em que não foi realizada a segunda aplicação. Talvez novos experimentos sejam necessários para elucidar estas dúvidas.

Um outro fator referente ao Adper™ Prompt™ é o de que este sistema, por ser de passo único, pode apresentar diminuição da adesão se a resina composta inserida sobre o sistema adesivo já ativado, não for logo polimerizada. Este processo foi muito bem descrito por Tay et al. (2002), que se referem aos sistemas adesivos de passo único como membranas semipermeáveis. Segundo estes autores, este tipo de adesivo deixa a umidade da dentina intacta subjacente permear até a interface com a resina composta, o que prejudica a obtenção de uma adequada união. Este processo, porém, só ocorre em presença de substrato dentinário úmido e quando a ativação da resina composta é retardada.

Os fabricantes recomendam que a dentina seja completamente seca, previamente à aplicação do Adper™ Prompt™. Este procedimento foi executado com critério. Porém, como foram utilizadas 4 matrizes da Ultradent, houve a possibilidade da confecção de 4 corpos-de-prova ao mesmo tempo. Sendo assim, o adesivo foi aplicado simultaneamente em 4 superfícies dentinárias e polimerizado na seqüência. Posteriormente as matrizes foram posicionadas e receberam as restaurações com resina composta. Ficaram dúvidas de que este processo, aparentemente trivial, possa ter retardado a polimerização da resina composta por alguns minutos, e de que este atraso tenha resultado em valores mais baixos de RUC à dentina.

É importante que estas dúvidas sejam elucidadas, e o clínico informado dos riscos oriundos quando da utilização de um sistema autocondicionante de passo único, já que, na clínica odontológica diária, é bastante comum realizarem-se várias restaurações de classe V ao mesmo tempo, por exemplo.

O sistema adesivo Tyrian™ SPE é um *primer* autocondicionante que se apresenta em dois frascos separados com uma solução de cor púrpura e outra amarela, ou em embalagens unidose. Quando misturadas ficam cor-de-rosa, devendo ser aplicadas ativamente sobre a dentina por 10s. Este procedimento, segundo o fabricante, permite uma distribuição uniforme sobre a superfície a ser restaurada.

Neste experimento, após a aplicação ativa do Tyrian, o excesso foi removido com uma bolinha de algodão. A solução passou de rosa para transparente, indicando que o *primer* atuou sobre a superfície e foi tamponado pelo substrato dentinário, um indicador interessante, pois proporcionou uma certa segurança ao operador, quanto ao momento exato de aplicar a resina adesiva One Step Plus™. Segundo Gordan et al. (1997) o efeito dos *primers* autocondicionantes é autolimitante, devido à liberação de íons cálcio e fosfato durante o processo de desmineralização. Um aumento na concentração destes íons, tende a limitar a profundidade de dissolução da dentina intacta subjacente pelo tamponamento do ácido existente no primer. O pH deste sistema adesivo é menor do que 1. Esta maior agressividade do *primer* deveria fazer com que tivesse um maior poder de desmineralização e conseqüente penetração do sistema adesivo. Porém seus resultados de resistência de união, neste experimento, foram inferiores aos dos resultados obtidos com o sistema Clearfil SE Bond, que possui um pH=2, portanto de menor agressividade. Isto parece sugerir não haver uma correlação entre o grau de acidez do sistema adesivo, e a resistência de união alcançada.

A aplicação do adesivo One-Step Plus após o Tyrian™ SPE, tem por finalidade, segundo o fabricante, proporcionar uma resistência de união semelhante aos dos sistemas convencionais. A resistência de união à dentina, obtida por este sistema (21,37MPa ± 5,87), foi realmente comparável com as resistências de união alcançadas por sistemas adesivos convencionais atuais e sistemas autocondicionantes (BARKMEIER; LOS; TRIOLO, 1995; TOLEDANO et al., 2001). Porém a escassez de experimentos utilizando este sistema adesivo

na literatura, principalmente no que tange a testes de RUC, limitou a comparação dos resultados alcançados.

O sistema adesivo Optibond Solo Plus foi selecionado para ser usado como controle, por já ter comprovação em experimentos anteriores, e pela possibilidade de comparação com seu similar autocondicionante, Optibond Solo Plus SE. Os resultados alcançados foram os esperados e mostraram a boa capacidade que este sistema tem de se aderir ao substrato dentinário ($30,68 \pm 4,08\text{MPa}$). Com valores de RUC altos, foi observada uma variância relativamente baixa, de aproximadamente 13%, demonstrando uma maior homogeneidade entre os resultados alcançados.

No experimento realizado por Pecora et al. (2002) foram alcançados valores aproximados de resistência de união do Optibond Solo Plus ($26,85 \pm 8,76\text{MPa}$) à dentina, quando o mesmo dispositivo de teste da Ultradent em forma de meia lua, foi utilizado. A maior diferença foi a velocidade de cruzeta utilizada, de apenas 0,5mm/min, e que talvez possa explicar o resultado ligeiramente inferior de resistência de união, do que com uma velocidade de 1mm/min, conforme o que foi feito no presente estudo.

Para a observação do tipo de falha ocorrida, cada espécime foi individualmente visualizado em lupa estereoscópica com um aumento de 10 vezes, sem que se soubesse o valor de resistência alcançado no teste de RUC.

A maioria dos experimentos revisados, fala na ocorrência de falhas mistas de união (RETIEF; MANDRAS; RUSSELL, 1994; PRICE; HALL, 1999; SANO et al., 1999). Neste estudo, preferiu-se determinar critérios para facilitar a observação da falha ocorrida e sua inclusão em um tipo determinado. Quando mais de 5% da interface dentinária ficou recoberta por material restaurador (resina composta), a falha foi considerada **coesiva na resina**. Já quando ocorreu fratura da dentina, a falha foi denominada **coesiva na dentina**. Por último,

quando praticamente não havia resina composta remanescente sobre a dentina, apenas adesivo ou a superfície dentinária exposta, foi chamada de **falha interfacial/adesiva**.

Preferiu-se denominar como falha interfacial/adesiva tanto a falha do tipo adesiva como a do tipo coesiva no adesivo, visto que para os sistemas adesivos atuais, que alcançam altos valores de união e formação de camada híbrida, o adesivo não chega a se desprender totalmente da dentina, fraturando coesivamente (FIG. 12 e 13) ou rompendo, geralmente, no topo ou no meio da camada híbrida (FIG. 8, 9 e 16).

Espécimes representativos, nos diversos grupos, foram selecionados e observados sob MEV. Nossos resultados corroboram com os achados de Price e Hall (1999) que verificaram que, quando observadas sob MEV, falhas que antes pareciam apenas adesivas, foram, de fato, coesiva na resina ou na dentina. Sano et al. (1999) também verificaram que, após teste de $RU_{\mu T}$, as falhas classificadas como puramente adesivas por critérios visuais, incorporavam falhas mais complexas quando observadas sob MEV, não existindo falhas somente adesivas.

Na presente pesquisa, após a visualização sob MEV, reavaliaram-se todos os espécimes fraturados, mudando algumas observações de falha adesiva para coesiva de resina, pois o que inicialmente pareceu apenas adesivo fraturado, foi na realidade resina composta que havia permanecido sobre a superfície dentinária (FIG. 6,10 e 14).

Com relação à análise das falhas ocorridas após o teste de RUC, quando se relacionou cada falha ao respectivo valor de resistência de união do espécime correspondente, pode-se verificar que ocorreu uma correlação entre o tipo de falha observada e o valor médio de RUC. Assim para a falha do tipo interfacial/adesiva, o valor médio foi de $17,42\text{MPa} \pm 4,43$. Para a falha do tipo coesiva na resina, o valor médio foi de $30,87 \pm 8,29$ e para as falhas do tipo coesiva na dentina o valor médio foi de $37,81\text{MPa} \pm 7,36$.

A análise destes dados foi realizada pelo teste não paramétrico de Kruskal-Wallis, por não ser uma distribuição normal. Os resultados mostraram haver diferença significativa entre a soma de postos de cada tipo de falha observada. Falhas coesiva na dentina relacionaram-se com valores mais altos de resistência de união, seguidas das falhas coesiva na resina e por último, das falhas interfacial/adesiva. Estes resultados concordam com os obtidos por Miyasaka e Nakabayashi (1999) que ao avaliarem as falhas ocorridas, após experimento em dentina bovina com teste de RUT, observaram que as falhas adesivas geralmente estavam relacionadas a valores de resistência de união mais baixos.

Um detalhe interessante do presente experimento, é que, no momento do teste de RUC, os espécimes foram colocados com a lâmina do dispositivo da Ultradent posicionada na interface dente/restauração, de forma a ficar paralela ao longo eixo do dente exercendo forças de oclusal para cervical. Durante a observação do tipo de falha ocorrida, foi possível notar que a resina composta, quando permanecia sobre a superfície dentinária em mais de 5% da área de adesão (o que ocorreu em 40 dos 75 espécimes do experimento), ficava concentrada na região superior do bordo do cilindro de resina composta, área esta mais próxima à aplicação da força de cisalhamento. Provavelmente, ocorreu uma distribuição não uniforme de tensões no corpo-de-prova até o momento da falha, resultando em rompimento da resina composta nesta região.

O sistema adesivo Adper™ Prompt™ mostrou uma característica bastante diferente. Enquanto nos outros sistemas a quantidade de adesivo que permaneceu sobre a estrutura dentinária foi mínima (FIG. 8), neste sistema houve sua permanência na maior parte da superfície dental (FIG. 12). Estas observações aumentaram as indagações de que houve falta de adesão entre o sistema adesivo/resina, proporcionada pela não polimerização imediata, da resina composta inserida sobre o sistema adesivo.

Nos sistemas autocondicionantes, em apenas 4 espécimes do grupo do Optibond Solo Plus SE foi observada a ocorrência de falha coesiva em dentina. No grupo controle, o sistema

adesivo Optibond Solo Plus obteve apenas falhas coesivas de resina e coesiva na dentina. Por ser um adesivo de condicionamento prévio, desmineraliza mais profundamente a dentina intacta subjacente, do que os sistemas autocondicionantes e talvez o nível de infiltração do adesivo não tenha ido até o limite mais profundo da desmineralização, resultando em uma área mais frágil e mais propensa à fratura da dentina superficial (FIG. 18 a 20).

Estas observações também foram feitas por Retief; Mandras; Russell (1994). Estes autores realizaram um experimento verificando a RUC de vários sistemas adesivos convencionais, e observaram a ocorrência de um grande número de falhas coesivas em dentina. Salientaram que os valores de resistência de união determinados naquele estudo, não refletem a verdadeira resistência de união da dentina subjacente, pois o pré-tratamento ácido realizado antes da aplicação dos sistemas adesivos, enfraquece a dentina superficial resultando em fratura dentro desta.

6.3 Quanto à análise da interface adesiva

A análise da interface resina/dentina de cada sistema adesivo utilizado neste experimento, foi realizada seguindo o protocolo de preparo para MEV, conforme descrito no capítulo de Materiais e Métodos – Preparo dos espécimes para MEV.

Foram utilizadas fatias de dentina coronária oclusal, obtidas a partir do corte transversal de molares humanos hígidos, na profundidade de cerca de 1 a 1,5mm de distância do limite amelo-dentinário. A interface criada a partir de dentina oclusal foi mais facilmente observada sob MEV, facilitando a análise e a mensuração da camada híbrida e da camada de

adesivo, formação de *tags* de resina e de outros aspectos relevantes. Este tipo de preparo para MEV tem sido utilizado em muitos experimentos (YOSHIYAMA et al., 1998; TAY et al., 2000; BOUILLAGUET et al., 2001).

Com a utilização do sistema adesivo Clearfil SE Bond (Grupo I) foi possível observar a formação de uma camada adesiva uniforme e livre de falhas. Esta, apesar de delgada, com aproximadamente 3µm, pareceu estar bem integrada com a resina composta e a camada híbrida. Houve a formação de grande quantidade de *tags* resinosos, de forma afunilada, curtos e calibrosos (FIG. 23 e 24). Isto pode indicar, segundo Yoshiyama et al. (1998), que o tratamento com o *primer* deste sistema tenha sido hábil em remover a matriz da dentina intratubular, permitindo uma boa hibridização dos *tags* resinosos com as fibras orientadas circunferencialmente, o que pode resultar em um melhor selamento dos túbulos em longo prazo.

A forma e o pouco comprimento dos *tags*, podem ser explicados pela composição química do Clearfil SE Bond. Seu *primer* não é considerado muito agressivo, com um pH=2 e um pequeno potencial de dissociação iônica (pK), com poder de desmineralização relativamente baixo, sendo prontamente tamponado pelo substrato dental (LOPES et al., 2002).

A boa hibridização dos *tags* resinosos, pode estar relacionada à capacidade de penetração do Clearfil SE Bond, pela presença de HEMA tanto no *primer* como no agente de união. O HEMA está incluído na maior parte das resinas, devido a seu comportamento de umedecimento e sua afinidade pela dentina tornando-a ácido-resistente depois da impregnação (GORDAN et al., 1997). Quando usado em combinação com os adesivos dentinários aperfeiçoa o poder de molhamento e o caráter hidrófilo destes produtos, podendo aumentar a resistência de união da resina adesiva ao dente (NAKABAYASHI; TAKARADA, 1992). A camada híbrida teve apenas 1 a 1,5µm de espessura, em contraste com a camada

geralmente obtida por sistemas adesivos convencionais, com espessura entre 2 e 5 μ m (BOUILLAGUET et al., 2001). Independente disto, este sistema alcançou a maior média de RUC à dentina observada nesta pesquisa. Isto confirma os achados de vários pesquisadores, que sugerem não haver correlação entre a espessura da camada híbrida e os valores de resistência de união (BURROW et al., 1994; YOSHIYAMA et al. 1998; PRATI et al., 1998; MIYASAKA; NAKABAYASHI, 1999; NAKAJIMA et al., 1999). Provavelmente, a resistência de união deve estar mais relacionada com a qualidade da camada de dentina impregnada do que com a sua espessura (BURROW et al., 1994).

A utilização do *primer* autocondicionante Optibond Solo Plus SE, semelhantemente ao que ocorreu com o sistema descrito anteriormente, proporcionou a formação de uma fina camada híbrida, bem integrada com a camada de adesivo e a dentina subjacente. Porém verificou-se uma pobre formação de *tags*, curtos e irregulares. Apesar disto, pareceram estar bem aderidos à camada híbrida, e foi possível visualizar presença de algumas ramificações laterais (FIG. 26 e 27). Mesmo com estas características, este sistema apresentou resultados de RUC equivalentes ao sistema Clearfil SE Bond, e ao controle Optibond Solo Plus.

Segundo Gregoire; Akon; Millas (2002), a morfologia dos *tags* resulta de sua interação com os elementos orgânicos da dentina intratubular após a desmineralização, e é influenciada pela composição da resina. De um ponto de vista mecânico, os *tags* terão menor mobilidade se eles estiverem em contato com as paredes dos túbulos, aumentando a força friccional e melhorando a retenção. Provavelmente neste caso, o *primer* autocondicionante não conseguiu desmineralizar suficientemente o substrato dentinário para possibilitar a formação de *tags* mais longos. No entanto, isto não influenciou nos resultados de resistência de união. Parece que o fato de haver um contato efetivo, entre o *tag* de resina e a estrutura dentinária, é mais importante do que o comprimento deste.

Com a utilização do sistema adesivo autocondicionante Adper™ Prompt™, visualizou-se a formação de uma espessa camada adesiva. Isto provavelmente ocorreu pois, na maioria dos espécimes, foram aplicadas duas camadas do adesivo. Porém, apesar de ter sido observada a formação de uma camada híbrida regular, de aproximadamente 3µm, os *tags* formados foram curtos, irregulares, finos e esparsos (FIG. 28 e 29). Este sistema, aparentemente, não conseguiu penetrar com eficácia nos túbulos da dentina intacta subjacente, e isto pode ter contribuído para os resultados de RUC, inferiores aos outros sistemas adesivos. Bouillaguet et al. (2001) avaliaram a interface de um outro sistema autocondicionante de passo único, Prompt L-Pop, que foi um sistema precursor deste, e também observaram uma pobre infiltração de resina, além de forças baixas de adesão à dentina.

Diferentemente dos outros sistemas adesivos usados nesta pesquisa, o sistema Adper™ Prompt™ possui apenas água como solvente em sua composição (ver APÊNDICE 1). Os pesquisadores Gregoire; Akon; Millas (2002) ao avaliarem a camada híbrida formada por sistemas adesivos com solventes a base de água ou de acetona, observaram naqueles a base de água, além de uma camada híbrida mais fina e com algumas falhas, uma falta de contato visível entre os *tags* resinosos e as paredes dos túbulos, com alguns túbulos selados incompletamente.

Já com o uso do *primer* autocondicionante Tyrian, usado em conjunto com o adesivo One Step Plus (FIG. 31 a 33), observou-se, na presente pesquisa, a formação de uma espessa camada adesiva e de muitos *tags* de resina, longos e finos. Este sistema possui um pH<1, tendo um poder de desmineralização maior do que dos outros sistemas autocondicionantes utilizados neste experimento. Por este motivo, provavelmente, o Tyrian consegue dissolver bem o esfregaço e abrir a embocadura dos túbulos dentinários. Além disso, a presença de Phenyl-P no Tyrian e de HEMA no One-Step Plus, pode ter proporcionado um maior poder

de umedecimento e de difusão dos monômeros nos túbulos (NAKABAYASHI; TAKARADA, 1992; GORDAN et al. 1997).

Hayakawa; Kikutake; Nemoto (1998) verificaram que *primers* com phenyl-P promovem dissolução parcial do esfregaço dentinário e alcançam bons resultados de união. Porém, como a dissolução da dentina é autolimitante, a dentina intratubular estará parcialmente desmineralizada somente em sua porção mais superficial (GORDAN et al., 1997). Isto explicaria em parte, o motivo pelo qual com o uso do Tyrian, mesmo quando a resina adesiva conseguiu formar um *tag* mais longo, este parecia solto dentro do túbulo, obviamente por não ter hibridizado com a dentina intratubular intacta.

No grupo controle, o uso do sistema adesivo convencional Optibond Solo Plus, proporcionou a formação de uma camada híbrida uniforme, e de *tags* com base calibrosa e em forma de funil.

Neste sistema, bem como no adesivo One-Step Plus, para diminuir a contração de polimerização e aumentar as propriedades mecânicas, os fabricantes incluíram nanopartículas em sua composição (GREGOIRE; AKON; MILLAS, 2002). Estudos têm mostrado que tais partículas podem ocupar os espaços microscópicos na camada híbrida, penetrar para dentro do túbulo e participar na formação do *tag*. Porém, no presente estudo, não foi possível confirmar tal constatação.

A análise da interface adesiva, de todos os sistemas adesivos utilizados neste experimento, mostrou ser um instrumento bastante útil para o entendimento do relacionamento destes com o substrato dentinário e o material restaurador. A espessura da camada híbrida não parece ter influenciado os resultados de RUC. Apesar do sistema Optibond Solo Plus ter apresentado a camada híbrida mais espessa (entre 3 e 7 μ m), seus resultados foram equivalentes aos dos sistemas Clearfil SE Bond e Optibond Solo Plus SE que obtiveram camadas híbridas com espessura de 1 μ m em média.

Uma vez que os diferentes sistemas de união têm diferentes composições químicas, os resultados obtidos neste experimento não podem ser relacionados a outros materiais. Pelo mesmo raciocínio, estes resultados não podem ser diretamente extrapolados para a clínica diária, embora sejam promissores, especialmente para o Clearfil SE Bond e o Optibond Solo Plus SE.

A relevância clínica desta pesquisa ainda necessita ser determinada. Outros fatores como o efeito do tempo, pressão térmica, e exposição à água sobre as forças de união, devem ser mais bem analisados. Da mesma forma, os efeitos da mastigação e da ação da hidrólise em ambiente bucal, representam questões que somente com futuras investigações, *in vitro*, e, *in vivo*, poderão ser determinadas.

7 CONCLUSÕES

De acordo com a metodologia empregada e com os resultados obtidos, pôde-se concluir que:

1. Os sistemas adesivos autocondicionantes Clearfil SE Bond e Optibond Solo Plus SE tiveram valores médios de RUC estatisticamente equivalentes entre si e ao grupo controle, Optibond Solo Plus. Estes valores foram superiores a média de RUC obtida pelo sistema Tyrian™ SPE, que, por sua vez, foi superior à média apresentada pelo sistema Adper™ Prompt™.
2. O tipo de falha ocorrida mais freqüentemente na interface de união foi a falha do tipo coesiva na resina (n=40), seguida da falha interfacial/adesiva (n=26) e da falha coesiva na dentina (n=9).
3. Houve diferença estatística significativa, e uma correlação direta, entre os valores médios de RUC e o tipo de falha ocorrida. A maior média de resistência de união à dentina foi observada para a falha do tipo coesiva na dentina (37,81MPa), seguida da média para a falha do tipo coesiva na resina (30,03MPa) e, por último, a média para a falha do tipo interfacial/adesiva (17,42MPa).
4. Foi possível observar a formação de camada híbrida uniforme e livre de falhas, em todos os sistemas adesivos analisados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS ²

AL-EHAIDEB, A.; MOHAMMED, H. Shear bond strength of one bottle dentin adhesives. *J. Prosthet. Dent.*, St. Louis, v.84, n.4, p.408-412, Oct. 2000.

AL-SALEHI, S.K.; BURKE, F.J.T. Methods used in dentin bonding tests: an analysis of 50 investigations on bond strength. *Quintessence Int.*, New Malden, v.28, n.11, p.717-723, Nov. 1997.

ARRUDA, C. *Resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos atuais*. 2002. 83f. Dissertação (Mestrado em Dentística) - Programa de pós-graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

ASMUSSEN, N.E.; MUNKSGAARD, E.C. Bonding of restorative resins to dentin: status of dentin adhesives and impact on cavity design and filling techniques. *Int. Dent. J.*, Guildford, v.38, n.2, p.97-104, June 1988.

BARKMEIER, W.W.; LOS, S.A.; TRIOLO, Jr., P.T. Bond strengths and SEM evaluation of Clearfil Liner Bond 2. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.8, n.6, p.289-293, Dec. 1995.

BESNAULT, C.; ATTAL, J.-P. Influence of a simulated oral environment on microleakage of two adhesive systems in Class II composite restorations. *J. Dent.*, Kidlington, v.30, n.1, p.1-6, Jan. 2002.

BOUILLAGUET, S. et al. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J. Dent.*, Kidlington, v.29, n.1, p.55-61, Jan. 2001.

BOWEN, R.L. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. II. Bonding to dentin promoted by a surface-active comonomer. *J. Dent. Res.*, Washington, v.44, n.6, p.895-902, Dec.1965.

BUONOCORE, M.G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J. Dent. Res.*, Washington, v.34, n.6, p.849-853, Dec.1955.

BURROW, M.F. et al. The influence of age and depth of dentin on bonding. *Dent. Mater.*, Kidlington, v. 10, n. 7, p.241-246, July 1994.

BURROW, M.F. et al. Bond strength to crown and root dentin. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.9, n.5, p.223-229, Oct.1996.

² Baseada na NBR 6023: 2002 da ABNT.

CHAIN, M. C. et al. Avaliação laboratorial de sistemas adesivos de última geração. *J B C*, Curitiba, v.4, n.20, p.61-64, mar./abr. 2000.

CHAIN, M. C.; BARATIERI, L. N. Estética em posteriores. In:_____. *Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores*. São Paulo: Artes Médicas, 1998. cap.1, p.9-26.

DÖRFER, C.E. et al. The nanoleakage phenomenon: influence of different dentin bonding agents, thermocycling and etching time. *Eur. J. Oral Sci.*, Copenhagen, v.108, n.4, p.346-351, Aug. 2000.

DUKE, S.E; LINDEMUTH, J. Variability of clinical dentin substrates. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.4, n.5, p.241-246, Oct.1991.

EICK, J.D. et al. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. *Quintessence Int.*, New Malden, v.22, n.12, p.967-977, Dec.1991.

ERICKSON, R.L. Surface interations of dental adhesive materials. *Oper. Dent.*, Seattle, v.5, p.81-94, 1992.

FERRARI, M. et al. New generation of bonding system tested. *Dent. Abstr.*, Chicago, v.43, n.3, p.143, Mar.1998.

FINGER, W.J.; FRITZ, U. Laboratory evaluation of one-component enamel/dentin bonding agents. *Am.J.Dent.*, San Antonio, v.9, n.5, p.206-210, Sept./Oct. 1996.

FRANKENBERGER, R. et al. The use of flowable composites as filled adhesives. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.18, n.3, p.227-238, May 2002.

FREEDMAN, G.; GOLDSTEP, P. Fifth generation bonding systems and clinical technique. *Dent. Abstr.*, Chicago, v.42, n.6, p.279-280, June1997. (Abstract).

FRITZ, U.B.; FINGER, W.J. Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. *Am. J. Den.*, San Antonio, v.12, n.6, p.277-283, Dec. 1999.

GARBEROGLIO, R.; BRÄNNSTRÖM, M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch. Oral. Biol.*, Oxford, v.21, n.6, p.355-358, Dec. 1976.

GORDAN, V.V. et al. Evaluation of adhesive systems using acidic primers. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.10, n.5, p.219-223, Oct. 1997.

GREGOIRE, G.L.; AKON, B.A.; MILLAS, A. Interfacial micromorphological differences in hybrid layer formation between water- and solvent-based dentin bonding systems. *J. Prosthet. Dent.*, St. Louis, v.87, n.6, p.633-641, June 2002.

GWINNETT, J.A. Smear layer: Morphological considerations. *Oper. Dent.*, Seattle, v.3, p.3-12, 1984. Supplement.

GWINNETT, J.A. Quantitative contribution of resin infiltration/hybridization to dentin bonding. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.6, n.1, p.7-9, Feb.1993.

GWINNET, A.J.; KANCA III, J. Micromorphology of the bonded interface and its relationship to bond strength. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.5, n.2, p.73-77, Apr. 1992.

HAGGE, M.S.; LINDEMUTH, J.S. Shear bond strength of an autopolymerizing core buildup composite bonded to dentin with 9 dentin adhesive systems. *J. Prosthet. Dent.*, St. Louis, v.86, n.6, p. 620-623, Dec. 2001.

HARA, A.T.; PIMENTA, L.A.F.; RODRIGUES Jr., A.L. Influence of cross-head speed on resin dentin in shear bond strength. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.17, n.2, p.165-169, Mar. 2001.

HAYAKAWA, T.; KIKUTAKE, K.; NEMOTO, K. Influence of self-etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.14, n.3, p.99-105, Mar. 1998.

KANCA III, J. Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. *Quintessence Int.*, New Malden, v.23, n.1, p.39-41, Jan. 1992.

KANCA III, J. Wet bonding: effect of drying time and distance. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.9, n.6, p.273-276, Dec. 1996.

KOIBUCHI, H.; YASUDA, N.; NAKABAYASHI, N. Bonding to dentin with a self-etching primer: the effect of smear layers. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.17, n.3, p.122-126, Mar. 2001.

KONISHI, N. et al. Dentin shear strength: effect of distance from the pulp. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.18, n.7, p.516-520, Nov. 2002.

KUGEL, G.; FERRARI, M. A ciência da adesividade: da primeira a sexta geração. *J. Am. Dent. Assoc.*, São Paulo, v.3, p.226-230, set./out. 2000.

KWONG, S.M et al. Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.18, n.5, p.359-369, July 2002.

LOPES, G.C. et al. Dental adhesion: present state of the art and future perspectives. *Quintessence Int.*, New Malden, v.33, n.3, p. 213-224, Mar. 2002.

MACARI, S. et al. Scanning electron microscopy evaluation of the interface of three adhesive systems. *Braz. Dent. J.*, Ribeirão Preto, v.13, n.1, p.33-38, Jan. 2002.

McINNES, P.M. et al. Effect of dentin surface roughness on shear bond strength. *Dent. Mater.*, Kidlington, v. 6, n. 7, p.204-207, July 1990.

MILIA, E.; LALLAI, R.M.; GARCIA-GODOY, F. *In vivo* effect of a self-etching primer on dentin. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.12, n.4, p.167-171, Aug.1999.

MIYASAKA, K.; NAKABAYASHI, N. Combination of EDTA conditioner and Phenyl-P/Hema self-etching primer for bonding to dentin. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.15, n.3, p.153-157, May 1999.

MJÖR, I.A.; FEJERSKOV, O. Dentina e Polpa. In:_____. *Embriologia e histologia oral e humana*. São Paulo : Panamericana, 1990. cap.4, p.90-130.

- NAKABAYASHI, N.; NAKAMURA, M.; YASUDA, N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J. Esthet. Dent.*, Hamilton, v.3, n.4, p.133-138, July/Aug. 1991.
- NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D. *Hibridização dos Tecidos Dentais Duros*, São Paulo : Quintessence, 2000, 130p.
- NAKABAYASHI, N.; TAKARADA, K. Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater.*, Kidlington, v.8, n.3, p.125-130, Mar. 1992.
- NAKAJIMA, M. et al. Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. *J.Dent.Res.*, Washington, v.74, n.10, p.1679-1688, Oct.1995.
- NAKAJIMA, M. et al. Bonding to caries-affected dentin using self-etching primers. *Am.J.Dent.*, San Antonio, v.12, n.6, p.309-314, Dec. 1999.
- NIKAIDO, T. et al. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.18, n. 3, p.269-275, May 2002.
- OGATA, M. et al. Effect of different burs on dentin bond strengths of self-etching primer bonding systems. *Oper. Dent.*, Seattle, v.26, n. 4, p.375-382, July/Aug. 2001.
- PASHLEY, D.H.; CARVALHO, R.M. Dentine permeability and dentine adhesion. *J. Dent.*, Kidlington, v.25, n.5, p.355-372, May 1997.
- PECORA, N. et al. Comparison of shear bond strength relative to two testing devices. *J. Prosthet. Dent.*, St. Louis, v.88, n.5, p.511-515, Nov. 2002.
- PERDIGÃO, J. et al. The interaction of adhesive systems with human dentin. *J. Am. Dent. Assoc.*, Chicago, v.9, n.4, p.167-173, Apr. 1996.
- PERDIGÃO, J.; FRANKENBERGER, R. Effect of solvent and rewetting time on dentin adhesion. *Quintessence Int.*, New Malden, v. 32, n.5, p.385-390, May 2001.
- PERDIGÃO, J. et al. The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.15, n.4, p.282-295, July 1999.
- PERDIGÃO, J.; RAMOS, J.C.; LAMBRECHTS, P. In vitro interfacial relationship between human dentin and one-bottle dental adhesives. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.13, n.4, p.218-227, July 1997.
- PERDIGÃO, J.; RITTER, A.V. Adesão aos tecidos dentários. In: BARATIERI, L.N. et al. *Odontologia restauradora: fundamentos e possibilidades*. São Paulo: Santos, 2001. cap.4, p.83-128.
- PRATI, C. et al. Resin-infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. *Oper. Dent.*, Seattle, v.23, n.4, p.185-194, July/Aug. 1998.
- PRICE, R.B.T.; HALL, G.C. In vitro comparison of 10-minute versus 24-hour shear bond strengths of six dentin bonding systems. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.30, n.2, p.122-134, Mar. 1999.

RETIEF, H.; MANDRAS, R.; RUSSELL, C.M. Shear bond strength required to prevent microleakage at the dentin/restoration interface. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.7, n.1, p.43-46, Feb. 1994.

RIBEIRO, M.; MONNERAT, A.F. Sistemas adesivos atuais: revisão da literatura e discussão clínica. *R B O*, Rio de Janeiro, v.58, n.2, p.112-116, mar./abr. 2001.

RODRIGUES, C.C. **Adesão de resinas compostas modificadas por poliácidos à dentina de molares decíduos, estudo “in vitro**. 2000. 75 f. Dissertação (Mestrado em Odontopediatria) - Programa de Pós-graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

RUEGGEBERG, F.A. Substrate for adhesion testing to tooth structure - Review of the literature. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.7, n.1, p.2-10, Jan. 1991.

SANO, H. et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, *in vivo*. *J. Dent. Res.*, Washington, v.78, n.4, p.906-911, Apr. 1999.

SCHULZE, K.A. et al. Technique sensitivity of a self-etching versus an acid etching system. Abstract. Disponível em: <http://iadr.confex.com/iadr/2002SanDiego/techprogram/abs-tract_14376.htm> Acesso em: 11 mar. 2003.

TAGAMI, J. et al. Effect of aging on dentin bonding. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.6, p.145-147, Dec. 1993.

TAKAHASHI, A. et al. Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. *Dent. Mater.*, Kidlington, v.18, n. 3 , p.263-268, May 2002.

TAY, F.R. et al. Effect of smear layers on the bonding of a self-etching primer to dentin. *J. Adhes. Dent.*, New Malden, v.2, n.2, p.99-116, Summer 2000.

TAY, F.R. et al. Single steps adhesives are permeable membranes. *J. Dent.*, Kidlington, v.30, n. 7-8, p.371-382, Sept./Nov. 2002.

TOLEDANO, M.de et al. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.14, n.4, p.205-210, Aug. 2001.

TORII, Y. et al. Enamel tensile bond strength and morphology of resin-enamel interface created by acid etching system with or without moisture and self-etching priming system. *J. Oral. Rehab.*, Oxford , v. 29, n.6, p.528-533, June 2002.

TORRES, C.R.G.; ARAÚJO, M.A.M. Adesivos de quinta geração – condicionamento ácido total x primers autocondicionantes. *JBC*, Curitiba, v.4, n.20, p.52-60, mar./abr.2000.

3M ESPE, Adper™ Prompt™ L-POPT™ and Adper™ Prompt™ Self-Etch Adhesives. *Technical Product Profile*, St. Paul, 2002. 24 p.

VAN MEERBEEK, B. et al. The clinical performance of adhesives. *J. Dent.*, Kidlington, v.26, n.1, p.1-20, Jan. 1998.

WALSHAW, P.R.; McCOMB, D. SEM characterization of the resin-dentine interface produced in vivo. *J. Dent.*, Kidlington, v.23, n.5, p.281-287, Oct. 1995.

WATANABE, I.; NAKABAYASHI, N. Bonding durability of photocured phenyl in TEG-DMA to smear layer- retained bovine dentin. *Quintessence Int.*, New Malden, v.24, n.5, p.335-342, May 1993.

WATANABE, I.; NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D.H. Bonding to ground dentin by a Phenyl-P self-etching prime. *J. Dent. Res.*, Washington, v.76, n.6, p.1212-1220, June 1994.

YOSHIYAMA, M. et al. Regional bond strengths of self-etching-priming adhesive systems. *J. Dent.*, Kidlington, v.26, n.7, p. 609-616, Sept. 1998.

APÊNDICE

APÊNDICE 1

Composição dos sistemas adesivos e resinas compostas, com seus respectivos fabricantes

MATERIAL	FABRICANTE	COMPOSIÇÃO
Clearfil SE Bond	Kuraray, Co., Ltda, Osaka, Japan Lote: 00151 B	<i>Primer:</i> 2-hidroxietil metacrilato (HEMA); dimetacrilato hidrofílico; 10-ácido fosfórico metacrilóiloxi-decametileno (MDP); N, N – di-etanol – p – toluidine; <i>d</i> , 1 – canforquinona; água <i>Bond:</i> Sílica coloidal silanizada; Bis-fenol A. diglicidil-metacrilato (BisGMA); HEMA; dimetacrilato alifático hidrofóbico; dimetacrilato hidrofílico; MDP; N, N-di-etanol-p-toluidine; <i>d</i> , 1 – canforquinona; água.
RC Clearfil APX, cor A2	Lote: 00384B	Vidro de bário silanizado; sílica silanizada; sílica coloidal silanizada; Bis-GMA; tri-etilenoglicol-dimetacrilato; <i>d</i> , 1-canforquinona
Optibond Solo Plus SE	Kerr Dental, Orange, Calif., USA Lote: 205187	Álcool etílico; resina dimetacrilato alquil; estabilizadores e ativadores; água
RC Point 4, cor A2	Lote: 212194	Monômeros de éster metacrilato não polimerizados; carga mineral inerte; ativadores; estabilizadores
Tyrian™ SPE +	Bisco, Inc., Schaumburg, Il., USA Lote: 0200002694	2-Acrilamido-2-metil ácido propanosulfônico; 2-ácido fosfórico metacrilóiloxietil fenil (Phenyl-P); etanol
One Step® Plus	Lote: 0200003755	Bi-fenil dimetacrilato; HEMA; acetona; partículas de vidro
RC Pyramid™ cor A2	Lote: 0200003588	Monômeros de éster metacrilato não polimerizados; carga mineral inerte; ativadores; estabilizadores
Adper Prompt SE	3M ESPE Dental Products, St. Paul, Minn., USA Lote líq. A: 131438 Lote líq. B: 127613	<i>Líquido A:</i> Éster fosfórico metacrilato; Bis-GMA; canforquinona; estabilizadores <i>Líquido B:</i> Água; HEMA; ácido polialquênico; estabilizadores.
RC Filltec 250 cor A2	Lote: 2 TT	Monômeros de éster metacrilato não polimerizados; carga mineral inerte; Ativadores; Estabilizadores
Optibond Solo Plus	Kerr Dental, Orange, Calif., USA Lote: 206171	Álcool etílico; resina dimetacrilato alquil; vidro de boro-silicato alumínio-bário; sílica silanizada (dióxido de silicone); hexafluorosilicato de sódio
Magic Acid	Vigodent S/A Ind. E Com., Bonsucesso, RJ, Brasil Lote: 00302	Ácido fosfórico 37,0 %, água, gel de sílica, colorante.

ANEXO

ANEXO 1



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
DEPARTAMENTO DE ESTOMATOLOGIA

INFORMAÇÃO E CONSENTIMENTO PÓS-INFORMAÇÃO PARA PESQUISA

Meu nome é Cleonice da Silveira Teixeira e estou desenvolvendo a pesquisa: “Avaliação da resistência de união à dentina e análise da interface de sistemas adesivos autocondicionantes”, com o objetivo de verificar a resistência de união de novos sistemas adesivos aos dentes, determinando assim, se estes adesivos são capazes de resistir à forças sem se romper, de maneira que possam ser aplicáveis clinicamente. O seu dente está sendo extraído por motivos alheios à esta pesquisa (ortodontia ou falta de espaço de erupção dos terceiros molares superiores e inferiores). Se você tiver alguma dúvida em relação ao estudo ou não quiser mais fazer parte do mesmo, pode entrar em contato pelo telefone (48) 241-1317 e falar com a CD Cleonice ou a Auxiliar odontológica Gisele. Se você estiver de acordo em participar, esclarecemos que as informações fornecidas serão confidenciais e os dentes coletados serão utilizados somente neste trabalho, não servindo para nenhuma outra pesquisa biológica.

Assinatura _____

Orientador _____

Consentimento Pós-informação

Eu,.....
.....fui esclarecido sobre a pesquisa “Avaliação da resistência de união à dentina e análise da interface adesiva de sistemas adesivos autocondicionantes” e concordo em doar os dentes, extraídos por motivos alheios a este experimento, para que sejam utilizados na realização da mesma.

Florianópolis, _____ de _____ de 2002.

Assinatura _____

RG: _____

Fone: _____

Dentes: _____