



**UNESP - Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Odontologia de Araraquara**



**CINTHIA SAWAMURA KUBO**

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO DE SISTEMAS  
ADESIVOS DISTINTOS EM SUBSTRATO DENTINÁRIO NORMAL E  
HIPERMINERALIZADO ARTIFICIALMENTE**

**Araraquara**

**2013**



**UNESP - Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Odontologia de Araraquara**



**CINTHIA SAWAMURA KUBO**

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO DE SISTEMAS  
ADESIVOS DISTINTOS EM SUBSTRATO DENTINÁRIO NORMAL E  
HIPERMINERALIZADO ARTIFICIALMENTE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, área de Dentística Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista para título de Mestre em Ciências Odontológicas.

Orientador: Prof. Dr. Edson Alves de Campos

**Araraquara**

**2013**

Kubo, Cinthia Sawamura

Resistência de união ao microcisalhamento de sistemas adesivos distintos em substrato dentinário normal e hipermineralizado artificialmente / Cinthia Sawamura Kubo.-- Araraquara: [s.n.], 2013. 67 f. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Edson Alves de Campos

1. Dentina 2. Adesivos dentinários 3. Microscopia eletrônica de varredura 4. Resistência ao cisalhamento I. Título

CINTHIA SAWAMURA KUBO

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO DE SISTEMAS  
ADESIVOS DISTINTOS EM SUBSTRATO DENTINÁRIO NORMAL E  
HIPERMINERALIZADO ARTIFICIALMENTE**

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Edson Alves de Campos

2º examinador: Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade

3º examinador: Profa. Dra. Cristina Magnani Felício

Araraquara, 23 de setembro de 2013

## DADOS CURRICULARES

CINTHIA SAWAMURA KUBO

NASCIMENTO: 25/05/1986 – Monte Azul Paulista/SP

FILIAÇÃO: Cláudio Kubo

Emilia Mitie Sawamura

2005 a 2010 Graduação em Odontologia pela Universidade Estadual Paulista  
Júlio de Mesquita Filho – FOAR- UNESP- Araraquara

2011 até o presente Curso de pós-graduação em Dentística, nível mestrado,  
Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho principalmente à minha família, cujas existências me fazem procurar ser uma pessoa melhor.

Aos meus pais, Cláudio e Emilia, à minha madrinha e segunda mãe, Terezinha, aos meus irmãos Lauro e Letícia. Obrigada pelo amor, carinho, torcida e compreensão. Vocês são fundamentais em minha vida e fazem parte desta conquista.

Às minhas grandes amigas Kelly, Aline, Tati, Letícia e à todos os meus grandes amigos e pessoas queridas. Com vocês a vida fica muito menos difícil, obrigada pela alegria de suas companhias.

À tampa da minha panela, Everton, e toda a sua amada família. Sou/estou imensamente grata por passar esta jornada recebendo o apoio, ajuda, torcida e carinho de vocês.

Aos colegas da pós, em especial à Mayra, pelo apoio e ajuda.

Ao meu professor e orientador, Edson Alves de Campos. Muito obrigada pelos ensinamentos, sugestões, apoio e compreensão.

## **Agradecimentos**

À Universidade Estadual Paulista - UNESP e à Faculdade de Odontologia de Araraquara - FOAR, representadas pelo Digníssimo Reitor Herman Jacobus Cornelis Voorwald e pela Digníssima Diretora Prof.<sup>a</sup>. Andréia Affonso Barretto Montandon. À todos da Faculdade de Odontologia, docentes, técnico-administrativos, discentes.

Ao Programa de Pós Graduação em Ciências Odontológicas, representado pelo Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Junior e Prof. Dr. Fábio Luiz Camargo Villela Berbert. À todos os meus colegas da pós pela companhia, apoio e auxílio prestados.

Aos professores do Programa de Pós Graduação em Ciências Odontológicas, pelos conhecimentos e experiências compartilhados.

Aos funcionários da biblioteca Adriano, Maria Inês, Silvia, Eliane, Ceres, Cristina, Marley, Maria Aparecida e Odete, pela receptividade, orientação e disponibilidade.

Aos funcionários e amigos do Departamento de Odontologia Restauradora: Dna. Cida, Marinho, Wanderley, Conceição, Priscila, Creuza e Mayra. Ao Prof. Dr. Milton Carlos Kuga pelo auxílio e empréstimo do pHmetro, agitador magnético, balança de precisão, entre outros materiais.

Aos funcionários da seção de Pós Graduação: Mara, Rosângela, Flávia e Alexandre.

Ao Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese pela utilização do Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura, sob a direção dos professores Dr. Gelson Luis Adabo e Dr. Carlos Eduardo Vergani e às responsáveis pelas análises Dra. Paula Aboud Bargugli e Thais Pereira Siqueira.

Ao Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese pela utilização do Laboratório de Ensaio Mecânicos, sob a responsabilidade do Prof. Dr. José Maurício Santos Nunes dos Reis e Prof. Dr. Luiz Geraldo Vaz.

Ao Prof. Dr. Luiz Geraldo Vaz do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, por toda a ajuda, empréstimos e ensinamentos que precisei em relação aos assuntos de química.

Ao Departamento de Fisiologia e Patologia, em especial ao Silas, pela ajuda, esclarecimentos e empréstimo de materiais.

Ao departamento de Clínica Infantil, em especial à Profa.Dra Elisa Maria Aparecida Giro e Profa.Dra Josimeri Hebling Costa pelo auxílio prestado.



Kubo CS. Resistência de união ao microcisolamento de sistemas adesivos distintos em substrato dentinário normal e hipermineralizado artificialmente [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP;2013.

## **RESUMO**

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência de união ao microcisolamento de diferentes sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos e passo único, com graus de acidez distintos, em substrato dentinário normal e hipermineralizado artificialmente. Sessenta e cinco (n = 65) incisivos bovinos hígidos foram selecionados, sendo cinquenta e sete (n = 57) para o teste de resistência de união ao microcisolamento e oito (n = 8) para a observação da interface adesiva em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os dentes tiveram suas raízes removidas com o auxílio de um motor elétrico e disco diamantado. As coroas tiveram sua superfície vestibular desgastada com o objetivo de expor a superfície dentinária plana, sendo os dentes divididos aleatoriamente em dois diferentes grupos, de acordo com o tipo de dentina: normal (N/ n = 28) e hipermineralizada artificialmente (H/ n = 29). O conjunto H recebeu tratamento para hipermineralização e um espécime foi selecionado aleatoriamente para observação em MEV para a confirmação do procedimento de hipermineralização. Cada coroa foi incluída em um cilindro de PVC com o auxílio de resina acrílica autopolimerizável. Cada grupo foi dividido em 4 subgrupos de acordo com o sistema adesivo autocondicionante empregado: Clearfil SE Bond (n=7) – suave de dois passos, Adhese (n = 7) –

moderado de dois passos, Adper Easy One (n = 7) – suave de passo único, Optibond All in One (n = 7) – moderado de passo único. Sobre essa superfície foram inseridos e fotopolimerizados cilindros de resina composta (Filtek™ Z350 XT - 3M ESPE). Após período de armazenagem de 24 horas em ambiente úmido a 37°C ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ), foram realizados os testes de microcisalhamento em máquina de ensaios mecânicos com velocidade de 0,5 mm/min até à fratura dos espécimes. A fim de verificar a presença de interface e/ou a aparência de *tags* de resina, um espécime de cada grupo foi preparado para avaliação da interface adesiva em MEV. As diferenças entre os grupos foram determinadas utilizando os testes ANOVA e Bonferroni ( $p < 0,05$ ). Os valores de resistência de união ao microcisalhamento foram Clearfil= $15,65 \pm 6,18$ , AdheSE= $14,71 \pm 10,36$ , Easy One= $21,92 \pm 6,40$ , OptiBond= $28,43 \pm 6,55$  para dentina normal e Clearfil= $20,96 \pm 8,06$ , AdheSE= $17,23 \pm 5,16$ , Easy One= $31,79 \pm 8,31$ , OptiBond= $23,29 \pm 3,66$  para dentina hipermineralizada, sendo a diferença significativa apenas para o adesivo Adper Easy One ( $p < 0,05$ ). Ao analisar os fatores adesivo, dentina e interação foi encontrada diferença significativa apenas para o adesivo ( $p = 0,0002$ ), concluindo que a resistência ao microcisalhamento é dependente do fator adesivo, mas não em relação ao tipo de dentina ou interação. Com base nos resultados obtidos pode-se concluir que sistemas adesivos autocondicionantes com maior grau de acidez não apresentam necessariamente maior resistência ao microcisalhamento em dentina hipermineralizada.

Palavras chave: dentina, adesivos dentinários, adesão, microscopia eletrônica de varredura, resistência ao cisalhamento.

Kubo CS. Microshear bond strength of different adhesive systems to sound and artificially hypermineralized dentin [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP;2013.

## **Abstract**

The aim of this study was to evaluate the microshear bond strength of different self-etching two-step and all-in-one adhesive systems, with different acid concentrations to sound and artificially hypermineralized dentin. Sixty-five (n = 65) healthy bovine incisors were selected, fifty-seven (n = 57) to test the microshear bond strength and eight (n = 8) to observe the presence of adhesive interface with scanning electron microscopy (SEM). Teeth have roots removed using an electric motor and diamond disc. Vestibular surface were ground flat to expose a flat dentin surface, the teeth were divided randomly into two different groups according the type of dentin: sound (N / n = 28) or artificially hypermineralized (H / n = 29). The set H received hypermineralizing treatment and a specimen was selected randomly to observe the procedure with SEM. Each crown was included in a PVC cylinder using acrylic resin. Each group was divided into 4 subgroups according to dentin adhesive systems: Clearfil SE Bond (n = 7) - mild two steps, AdheSE (n = 7) - moderate two steps, Adper Easy One (n = 7) - mild all-in-one, Optibond All in One (n = 7) - moderate all-in-one. Then were inserted and cured resin cylinders (Filtek Z350 XT - 3M ESPE) at the surface. After 24 hours storage at 37 ° C ( $\pm$  1°C), for humid environment, microshear was taked using mechanical testing machine with 0.5 mm/min speed until fracture of the specimens. For analysis the presence of an interface and/or appearance of resin tags, a specimen of each group was prepare for

evaluating the adhesive interface with SEM. Bond strengths data were subjected to ANOVA and Bonferroni ( $p < 0.05$ ) test. The bond strength values were Clearfil =  $15.65 \pm 6.18$ , AdheSE =  $14.71 \pm 10.36$ , Easy One =  $21.92 \pm 6.40$ , OptiBond =  $28.43 \pm 6.55$  to sound dentin and Clearfil =  $20.96 \pm 8.06$ , AdheSE =  $17.23 \pm 5.16$ , Easy One =  $31.79 \pm 8.31$ , OptiBond =  $23.29 \pm 3.66$  to hypermineralized dentin, a statistically significant difference was found only for Adper Easy One ( $p < 0.05$ ). By analyzing adhesive, dentin and interaction factors was found significant difference only for adhesive ( $p = 0.0002$ ), concluding that microshear bond strength is adhesive factor dependent, but not for the type of dentin or interaction. Based on the obtained results it can be concluded that adhesive systems with higher acidity not necessarily improve greater microshear bond strength to hypermineralized dentin.

Keywords: dentin, dentine bonding, adhesion, shear strength, microscopy.

# SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>13</b>
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>17</b>
2.1 Sistemas adesivos.....	17
2.2 Dentina esclerótica.....	21
2.3 Adesivos autocondicionantes.....	25
2.4 Influência do tipo de adesivo na resistência adesiva ao cisalhamento/microcisalhamento.....	29
<b>3 PROPOSIÇÃO.....</b>	<b>34</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODO.....</b>	<b>35</b>
4.1 Preparo da superfície dentinária.....	35
4.2 Procedimento de hipermineralização artificial.....	36
4.2.1 Confirmação do procedimento de hipermineralização dentinária.....	38
4.3 Tratamentos.....	39
4.3.1 Delimitação da área adesiva e procedimento adesivo.....	42
4.4 Ensaio de resistência de união ao microcisalhamento.....	45
4.5 Observação da interface adesiva.....	46
<b>5 RESULTADO.....</b>	<b>48</b>
5.1 Resistência de união de sistemas adesivos ao microcisalhamento....	48
5.2 Interface Adesiva.....	50

<b>6 DISCUSSÃO.....</b>	<b>53</b>
<b>7 CONCLUSÃO.....</b>	<b>59</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>60</b>

# 1 INTRODUÇÃO

Com o aumento na expectativa/qualidade de vida da população, supõe-se que o número de pessoas com exposição dos dentes por um período de tempo maior a fatores etiológicos relacionados à perda progressiva e não cariada das estruturas dentais, também aumentará. Lesões cervicais não cariosas, caracterizadas pela presença de dentina esclerótica, têm sido descritas como um fenômeno complexo, multifatorial envolvendo erosão, abrasão, flexão dental, e uma possível interação entre esses fatores. Este tipo de perda de tecido dental é uma condição clínica comum, dado que a prevalência e gravidade dessas lesões têm sido encontradas com o aumento da idade<sup>34</sup>.

A dentina esclerótica é caracterizada pela deposição mineral excessiva, induzindo a formação de um substrato hipermineralizado. Esse apresenta não apenas uma dentina peritubular mais mineralizada do que a dentina intertubular<sup>36</sup>, mas também a precipitação e deposição de cristais de fosfato de cálcio ou mesmo hidroxiapatita no interior do túbulo dentinário, da ponta do processo odontoblástico em direção à base<sup>15,48</sup>, resultando em maior resistência à solução ácida<sup>54</sup> o que poderia prejudicar a realização de restaurações em resina composta.

As restaurações diretas em resina composta são comuns em Odontologia por proporcionar abordagem mais conservadora ao preparo cavitário, com menor remoção da estrutura dental. Desde a sua introdução, os sistemas adesivos vêm passando por modificações tanto em suas formulações

quanto nos mecanismos de ação. O mecanismo de adesão é essencialmente micromecânico para o esmalte condicionado enquanto que em dentina é por meio da formação de uma camada híbrida e também micromecânico. Adicionalmente, nos últimos anos as empresas têm procurado desenvolver materiais com técnicas simplificadas objetivando um protocolo clínico de adesão mais rápido e menos suscetível a problemas decorrentes de sua sensibilidade técnica.

Recentemente os adesivos autocondicionantes têm ganhado ampla atenção de pesquisadores e clínicos. Adesivos autocondicionantes dispensam condicionamento prévio com ácido fosfórico e podem ser classificados como de dois passos, que consiste na aplicação de um primer com função de condicionamento dentário (passo 1), seguido da aplicação do adesivo (passo 2); ou de passo único, simplificando os procedimentos de união por meio de redução da sensibilidade técnica, da variabilidade profissional e do tempo de aplicação clínica<sup>41</sup>, uma vez que um único material tem a propriedade de condicionar, impregnar a estrutura dentária com monômeros e oferecer estrutura suscetível ao recebimento da resina composta.

Embora os adesivos autocondicionantes propiciem o mesmo mecanismo de união à dentina, pela dissolução parcial da camada de esfregaço e hidroxiapatita<sup>39</sup>, diferem-se um do outro, em muitos aspectos, tais como: o número de passos de aplicação, a composição do monômero ácido, o teor de água e acidez.

Entre os diferentes adesivos autocondicionantes, a acidez que é dada pela diferença de pH, pode afetar a resistência de união adesiva. Uma vez que o sistema adesivo autocondicionante interage com a camada de



esfregação em vez de eliminá-la, o seu potencial ácido pode ser tamponado pelo conteúdo mineral de uma camada densa e espessa de esfregação podendo resultar em pobre interação com o substrato dentinário. Segundo Perdigão (2007)<sup>39</sup>, os adesivos autocondicionantes podem ser classificados em três categorias de acordo com a acidez: agressivo (pH = 0.9 -1.0), moderado (pH > 1.5) e suave (pH ≥ 2.0). Também as características da dentina e camada de esfregação podem afetar o desempenho de adesão dos adesivos autocondicionantes<sup>54</sup>.

Estudos têm avaliado a resistência de união dos adesivos “condiciona-e-lava” e adesivos autocondicionantes de dois passos em lesões cervicais escleróticas não cariosas<sup>22,24,50,56,58,68</sup> concluindo que a resistência de união em dentina normal foi significativamente superior à dentina esclerótica. Acredita-se que sistemas adesivos autocondicionantes com capacidade ácida mais forte podem ser vantajosos em aderir às lesões escleróticas. A dentina esclerótica parece restringir a ação dos ácidos condicionadores, prejudicando a desmineralização e dificultando a correta formação de “tags”<sup>23,60</sup>. A superfície de dentina em lesão esclerótica cervical não cariosa não é coberta por camada de esfregação, mas hipermineralizada. Assim, a acidez dos adesivos autocondicionantes (diferentes pHs) pode afetar a resistência de união adesiva em dentina esclerótica<sup>54,62</sup>.

Encontra-se também na literatura a avaliação da performance de diferentes adesivos com diferentes composições<sup>33</sup> e diferentes pHs<sup>12,45</sup>. Porém, não há estudos que investigaram simultaneamente o comportamento de união de adesivos autocondicionantes de dois passos ou de passo único com diferentes pHs em dentina normal e hipermineralizada<sup>7,54,40,43</sup>, justificando-se,

assim, a realização de mais estudos para avaliar qual associação é mais apropriada.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 Sistemas adesivos

Swift Jr. et al.<sup>48</sup> (1995), retomando a história sobre a adesão em esmalte e dentina, enfatizaram que o mecanismo de adesão consiste na interação micromecânica com o esmalte condicionado enquanto que em dentina é principalmente pela formação de uma camada híbrida.

Com a evolução da técnica adesiva iniciada por Buonocore<sup>5</sup>, em 1955, ocorreu uma revolução na prática odontológica, permitindo a execução de procedimentos restauradores menos invasivos, mais biocompatíveis e duráveis. Em seu trabalho clássico, o autor utilizou ácido fosfórico 85% durante 30 segundos para melhorar a união da resina acrílica ao esmalte, com resultado positivo. O sucesso no procedimento fez com que Buonocore et al.<sup>6</sup> (1956) aplicassem ácido glicerofosfórico dimetacrilato previamente para promover adesão da resina acrílica à estrutura dental. Os autores acreditavam que a molécula bifuncional da resina interagia com os íons cálcio da hidroxiapatita. Constatou-se, ainda, que a imersão em água reduzia significativamente esta adesão.

A primeira geração de adesivos teve início com Bowen<sup>4</sup> (1965), que avaliou adesivos contendo monômeros NPG-GMA (N-Fenil-Glicina Glicidil Metacrilato) atuando como primer e melhorando a adesão esmalte/dentina e resina. Porém, a resistência de união obtida foi de aproximadamente 1 a 3 MPa em dentina e 15 a 20 MPa em esmalte. A imersão em água também reduziu significativamente a adesão, tornando os resultados in vivo insatisfatórios.

Muitos sistemas foram propostos para aprimorar a adesão, mas nenhum sendo totalmente eficaz. Até que Nakabayashi et al.<sup>29</sup> (1991), na tentativa de desenvolver um sistema eficiente, descobriram o principal mecanismo de adesão em dentina, a camada híbrida. Observaram que monômeros 4-META, com grupos químicos hidrofílicos e hidrofóbicos, promoviam uma ligação forte e durável entre resina e dentina. A nível molecular, a impregnação resinosa originava uma camada híbrida de resina e dentina, promovendo um elevado grau de resistência. Desta maneira, abria-se o campo para a pesquisa em superfície dentinária.

A segunda geração de adesivos dentinários empregava a não remoção da smear layer. Joynt et al.<sup>21</sup> (1991) salientaram que a adesão consistia na reação química do grupo fosfato do adesivo com o cálcio da dentina. A composição destes adesivos era basicamente éster fosfato e poliuretanos associados à monômeros, tais como Bis-GMA (Bisfenol Glicidil Metacrilato), UDMA (Uretano Metacrilato) ou HEMA (Hidroxietil Metacrilato). Os monômeros auxiliavam formando uma união covalente com os grupos hidroxila nas fases orgânica e inorgânica da dentina.

A resistência de união obtida com adesivos de segunda geração mostrou-se baixa. No estudo de Eick<sup>13</sup> (1992) os adesivos Scotchbond, Dentin Adhesit e Gluma apresentaram valores de resistência ao cisalhamento variando de 5 a 7 MPa. Ao encontrar uma resistência adesiva máxima de 10 MPa, Watanabe et al.<sup>67</sup> (1994) associaram os resultados com a presença da smear layer, além de baixa penetração destes adesivos em dentina, por serem relativamente hidrófobos.

Os adesivos de segunda geração apresentavam uma alta taxa de falha clínica. Van Dijken<sup>57</sup> (1994) ao avaliar as taxas de retenção de restaurações classe V, constatou-se uma perda de 74,6% para Mirage bond e 56,1% para Tenure em quatro anos.

A terceira geração de adesivos preconizava o condicionamento ácido em dentina, recomendando aplicação de ácido fosfórico previamente à aplicação do adesivo do tipo éster fosfato. Com isso, Fusayama et al.<sup>14</sup> (1979) relataram que houve um aumento na resistência de união, uma vez que removia a smear layer e dissolvia parcialmente a hidroxiapatita permitindo a infiltração dos monômeros adesivos no substrato dentinário.

Uma vez que os adesivos tinham característica hidrófoba, Nakabayashi et al.<sup>30</sup> (1998) observaram que o condicionamento em dentina não aumentou significativamente a resistência de união. Assim, monômeros hidrofílicos tais como 4-META (4-Metacrilóioxietil Trimelitato Anidro) e HEMA (Hidroxietil Metacrilato), foram introduzidos como primer previamente à aplicação do adesivo, tornando a superfície dentinária mais receptiva.

A quarta geração de sistemas adesivos teve início com Nakabayashi et al.<sup>28</sup> (1982), ao anunciarem um novo mecanismo de adesão. Consistindo no condicionamento prévio em dentina com ácido cítrico 10% e cloreto férrico 3%, seguido da aplicação do primer 4-META (4-Metacrilóioxietil Trimelitato Anidro). A resistência à tração foi de 18 MPa. Segundo os autores, a infiltração dos monômeros na estrutura desmineralizada da dentina gerava uma camada híbrida eficiente no selamento da abertura dos túbulos dentinários, promovendo uma adesão maior e mais eficiente.

Com o objetivo de reduzir o número de passos clínicos para simplificação da técnica adesiva, surgiram os sistemas adesivos de quinta geração. Gwinnett<sup>17</sup> (1992) afirmou que consistia no condicionamento total da estrutura dental para remoção da smear layer, seguido da aplicação de agente de frasco único, combinando primer e adesivo. Após a desmineralização, malhas de fibras colágenas expostas são utilizadas como substrato de adesão. Portanto, um substrato dentinário ligeiramente úmido auxilia na hibridização do adesivo (All Bond e Amalgambond) e aumenta a resistência de união.

Os primers autocondicionantes podem ser classificados como o segundo tipo de adesivos de quinta geração, sendo desenvolvidos por Watanabe et al.<sup>56</sup> (1993), consistia em utilizar a smear layer como substrato para adesão. O sistema adesivo utilizado era composto por 5% 2-(metacriloxi) etil fenil fosfato de hidrogênio (fenil-P) como monômero de difusão, 0,5% canforoquinona como fotossensibilizador e 0,5% N-fenilglicina como agente redutor dimetacrilato de trietilenoglicol. A resistência à tração foi relativamente baixa, sendo 6,7 MPa após um dia, 4,1 MPa após 6 meses, e de 2,8 MPa após 1 ano de armazenamento em água. A justificativa encontrada foi a baixa difusão do adesivo na smear layer retida. Na tentativa de aprimorar a adesão, Van Meerbeek et al.<sup>61</sup> (1994) recomendaram a remoção da smear layer e desmineralização da dentina através do primer autocondicionante, além do condicionamento ácido seletivo em esmalte, alegando produzir uma adesão mais real e durável em dentina para Clearfil Liner Bond System. O sistema apresentou ótimo desempenho clínico no período de três anos.

Com finalidade de simplificar ainda mais a técnica, surgem os sistemas adesivos autocondicionantes ultra simplificados (all-in-one),

transformando as etapas de condicionamento ácido, primer, adesivo em passo único. Tay et al.<sup>51</sup> (2003) afirmaram que os adesivos de passo único são mais hidrofílicos, podendo acarretar em diversos problemas tais como, incompatibilidade com o material restaurador e aceleração na degradação hidrolítica da interface adesiva.

Os novos desenvolvimentos em adesão dental, segundo Perdigão<sup>39</sup> (2007), dependem exclusivamente da maneira como os sistemas adesivos conseguem interagir com a smear layer. No caso dos sistemas tipo condiciona-e-lava, removendo toda a smear layer e a camada superficial de hidroxiapatita. No caso dos adesivos autocondicionantes, tornando a smear layer permeável, sem removê-la completamente.

## **2.2 Dentina esclerótica**

Giachetti et al.<sup>15</sup> (2002), em uma revisão da literatura, analisaram o conhecimento atual sobre esclerose dentinária. Análises em microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão mostraram alterações no diâmetro e conteúdo tubular com diferentes graus de obstrução do túbulo. Uma vez que não existem estudos que confirmem ou refutem as teses sobre a gênese da dentina esclerótica, pode-se concluir que a esclerose dentinária é um evento multifatorial, devido tanto a um aumento na espessura da dentina peri e intratubular, como na precipitação de sais de cálcio associados com a mineralização de estruturas orgânicas presentes no lúmen.

Ao realizar uma revisão da literatura a respeito do conhecimento sobre lesões cervicais não cariosas, Tay et al.<sup>52</sup> (2004) constataram em muitos estudos que a resistência de união em dentina esclerosada é menor do que em

dentina normal. Acredita-se que isto ocorra devido à obliteração dos túbulos dentinários por sais minerais. Análise em microscopia eletrônica de transmissão revelou além da obliteração dos túbulos, regiões de superfície hipermineralizada resistentes à dissolução ácida, impedindo uma adequada hibridização. Os condicionadores ácidos penetram em diferentes profundidades neste tipo de dentina. Os autores indicaram incluir uma parte periférica de dentina normal em restaurações Classe V para obter uma retenção adequada.

Segundo Perdigão et al.<sup>36</sup> (1994), comparada com a adesão em esmalte, a adesão em dentina ainda é um desafio devido seus componentes orgânicos, fluido dentinário e variação nos componentes intrínsecos. Os autores afirmaram que a adesão em dentina esclerótica é um desafio ainda maior ao examinar a resistência de união ao cisalhamento de diferentes sistemas adesivos em substrato dentinário, com diferentes graus de mineralização. Para obtenção dos substratos, dentes foram imersos em solução mineralizante, desmineralizante ou armazenados em água destilada. Concluiu-se que a resistência de união foi significativamente maior em dentina normal, seguida pela dentina hipermineralizada e dentina desmineralizada, respectivamente.

Procurando justificar as dificuldades na obtenção de uma adesão satisfatória em dentina esclerótica, Van Meerbeek et al.<sup>60</sup> (1994) afirmaram que as lesões cervicais não cariosas sofrem importantes transformações na sua composição e morfologia, influenciando significativamente na adesão. Através de uma análise morfológica em microscopia eletrônica de varredura, encontraram tags de resina curtos ou ausência dos mesmos na maioria dos túbulos dentinários, pois o aumento na aposição de minerais em dentina



peritubular, moldes escleróticos e deposição de minerais irregulares em dentina intratubular obliteraram os orifícios dentinários. Foi sugerido, ainda, um tratamento adesivo adaptado em dentina esclerótica para que a mesma se torne mais receptiva à adesão.

A resistência de união à microtração em substrado dentinário normal e esclerótico foi analisada em várias pesquisas. Cilli et al.<sup>8</sup> (2005) analisaram o modelo in vitro de hipermineralização da dentina. Foi utilizado o adesivo Single Bond e a resina composta Z100. Nove dentes foram utilizados e divididos em três grupos, N com dentina normal, Ht hipermineralizado e Hd hipermineralizado submetido a duplo condicionamento ácido durante procedimento adesivo. Não foi encontrada diferença significativa utilizando o sistema adesivo Single Bond de acordo com as recomendações do fabricante, para dentina normal e hipermineralizada artificialmente. A abordagem de duplo ataque ácido reduziu significativamente a resistência à microtração em dentina hipermineralizada artificialmente.

Kwong et al.<sup>24</sup>, (2002) constataram uma menor resistência adesiva à microtração em dentina esclerosada comparada à normal. Quarenta pré-molares foram divididos em dois grupos, compostos por lesão cervical não cariada e dentina normal. Foi utilizado o sistema adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond 2V (Kuraray) e cada grupo foi dividido em dois subgrupos de acordo com protocolo adesivo utilizado, aplicado de acordo com as instruções do fabricante, ou condicionado com ácido fosfórico 40% (K-etchant) previamente à aplicação do primer acidificado. Os autores concluíram que independente do método de condicionamento utilizado, a resistência de união em dentina normal foi significativamente maior ( $p < 0,05$ ) do que em dentina

esclerótica. Nas lesões cervicais não cariosas, independente do método de condicionamento utilizado, não houve diferença estatisticamente significativa.

Ao avaliar a resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes de passo único, Tsai et al.<sup>54</sup> (2011) constataram que o pH do adesivo pode influenciar na habilidade de condicionamento dentinário. Pré-molares com dentina normal ou hipermineralizada artificialmente foram restaurados utilizando Bond Force (BF; pH=2.3) ou G-Bond Plus (GBA; pH=1.5). Após teste de microtração, a resistência de união para Bond Force mostrou-se significativamente menor em lesão cervical não cariada ( $p < 0,05$ ) quando comparado com dentina normal, enquanto que não houve diferença estatisticamente significativa entre os dois tipos de dentina para G-Bond Plus ( $p > 0,05$ ). Os autores concluíram que não houve diferença na resistência entre os dois adesivos em dentina normal, enquanto que em dentina hipermineralizada artificialmente G-Bond mostrou uma resistência à microtração significativamente maior do que o Bond Force.

As taxas de sucesso clínico com sistemas adesivos em lesões cervicais não cariosas têm aumentado. van Dijken<sup>58</sup> (2010) acompanhou anualmente durante 8 anos 112 restaurações classe V, utilizando o sistema adesivo autocondicionante de dois passos Clearfil SE Bond e o sistema adesivo do tipo condiciona-e-lava PQ1. A eficácia clínica dos sistemas adesivos foi avaliada de acordo com a porcentagem de perda de restaurações. Após 18 meses as taxas de retenção foram 90,6% para PQ1 e 98,2% para Clearfil SE Bond. Ao final de 8 anos, as taxas de perdas cumulativas foram de 25,5% para Clearfil SE e 39,3% para PQ1 ( $p = 0,12$ ). Não foi observada diferença significativa entre restaurações em lesões com ou sem dentina esclerótica. Os

autores averiguaram que ambos os sistemas adesivos mostraram retenção clínica de curto prazo aceitável, que diminuiu ao longo dos anos, especialmente para o sistema adesivo do tipo condiciona-e-lava.

Tuncer et al.<sup>55</sup> (2013) avaliaram o desempenho clínico de restaurações utilizando o adesivo do tipo condiciona-e-lava Solobond M e o autocondicionante de passo único Futurabond NR durante 24 meses. As restaurações foram examinadas segundo o critério modificado USPHS, por dois examinadores independentes. As taxas de retenção foram 82% e 75% em 6 meses, 77% e 62% em 12 meses, 69% e 49% após 24 meses para Solobond M e Futurabond NR, respectivamente. A diferença foi estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ), concluindo que restaurações utilizando um adesivo do tipo condiciona-e-lava possuem maior retenção em lesões cervicais não cariosas do que com adesivo autocondicionante de passo único.

### **2.3 Adesivos autocondicionantes**

Desde a sua introdução, os sistemas adesivos vêm passando por modificações objetivando produzir uma adesão perene e eficaz. Adicionalmente nos últimos anos, as empresas têm procurado desenvolver materiais com técnicas simplificadas, objetivando um protocolo clínico de adesão mais rápido e menos suscetível a problemas de sensibilidade técnica. Da união do primer com monômeros ácidos juntamente com o adesivo, foi introduzido o conceito de sistemas adesivos autocondicionantes como relatado por Watanabe et al.<sup>66</sup> (1993).

Ao eliminar a etapa do condicionamento ácido separado, uma das principais causas de falha na adesão também foi eliminada que, segundo

Pashley et al.<sup>35</sup> (1997), consiste na discrepância entre a área desmineralizada e área preenchida pelo agente de união. Os autores salientaram a importância da permeabilidade dentinária na promoção de uma adesão eficaz, bem como as vantagens e desvantagens das etapas de condicionamento ácido, aplicação do primer e adesivo.

Estudos mostram que os sistemas adesivos autocondicionantes possuem uma elevada sorpção e solubilidade à água. Ito et al.<sup>20</sup> (2010) avaliaram três sistemas adesivos autocondicionantes de passo único (Absolute 2, Fluorobond Shake One, Clearfil (3)S ) e um de dois passos (Fluorobond II). Discos de adesivo/resina foram incubados em água, sendo realizadas medidas de sorpção de água por 10 dias, seguido de secagem por 2,5 dias. Todos os espécimes exibiram um aumento crescente de sorpção e solubilidade quando armazenados em água, sendo maior para Absolute 2 (20,7%), intermediário para Fluorobond Shake (10,2%) e menor com Clearfil (8,9%) e Fluorobond II (7,5%). Do estudo, concluiu-se que os sistemas adesivos de frasco único podem não funcionar tão bem quanto o de dois passos.

Embora diferentes adesivos autocondicionantes propiciem o mesmo mecanismo de ligação em dentina, eles diferem-se em muitos aspectos. Skupien et al.<sup>45</sup> (2010) avaliaram a camada híbrida formada pelos seguintes autocondicionantes: Single Bond, AdheSE, G Bond, Adper Prompt L-Pop e Tyrian SPE. A avaliação micromorfológica mostrou que todos os autocondicionantes removem a smear layer através de ações distintas, evidenciando que os condicionadores mais ácidos promovem transformações mais graves na micromorfologia da dentina.

Wang et al.<sup>65</sup> (2004) mostraram que a diferença de agressividade dos adesivos autocondicionantes produz diferentes espessuras na camada híbrida. Terceiros molares foram preparados para observação em MEV utilizando os sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos, Clearfil SE Bond ou de passo único, Prompt L Pop e One-Up Bond F. A espessura da camada híbrida variou de 1, 1-2, 2-3  $\mu\text{m}$  para Clearfil SE Bond, One-Up Bond F e Prompt L-Pop, respectivamente. Conclui-se que, quanto maior a agressividade do adesivo, maior e mais complexa será a camada híbrida formada.

Os adesivos que serão utilizados no presente estudo também foram avaliados em outros trabalhos, como o de Proença et al.<sup>43</sup> (2007), ao comparar a resistência de união à microtração de diferentes sistemas adesivos do tipo condiciona-e-lava (Single Bond, Prime & Bond) e autocondicionantes (Clearfil SE Bond, Resulcin Aqua Prime, Etch & Prime, One-Up Bond F, Prompt L-Pop, Solist e Futurabond). Foi concluído que o Clearfil SE Bond apresentou os maiores valores de resistência à microtração, sendo que os demais adesivos obtiveram resultados semelhantes entre si.

Karakaya et al.<sup>22</sup> (2008), analisaram a resistência de união à tração utilizando o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond, sistema condiciona-e-lava Scotchbond Multi-Purpose Plus, e ionômero de vidro Reactmer Bond, em dentina normal e esclerótica. Foi evidenciado que em dentina normal o Clearfil SE Bond apresentou uma resistência de união significativamente maior do que os outros materiais ( $p < 0,05$ ). Já em dentina esclerótica, os valores de resistência de união para Clearfil SE Bond e Scotchbond Multi Purpose-Plus diminuíram significativamente.

Ozel et al.<sup>34</sup> (2010), avaliaram o desempenho clínico do adesivo autocondicionante de dois passos AdheSE em lesões cervicais não cariosas, com ou sem condicionamento prévio com ácido fosfórico 37% em esmalte. Após um ano, não houve diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos ( $p>0,05$ ). Concluiu-se que o adesivo utilizado apresentou excelente desempenho clínico com ou sem condicionamento prévio em esmalte.

O desempenho clínico dos autocondicionantes de passo único, S3 Bonde e G-Bond, em lesões cervicais não cariosas foi acompanhado por Burrow et al.<sup>7</sup> (2012) ao longo de três anos. Os adesivos foram restaurados com os compósitos Clearfil ST e Gradia, respectivamente. Seis restaurações mostraram sinais de infiltração marginal para S3 Bond, e onze para G Bond. Com uma taxa de retenção de 97% para o S3 Bond e 100% para o G-Bond, concluíram que ambos os sistemas adesivos mostraram ser uma alternativa viável em dentina esclerótica, durante o período avaliado. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os adesivos utilizados.

Ao refletir sobre o estado de arte dos sistemas adesivos autocondicionantes, Van Meerbeek et al.<sup>62</sup> (2011) indicam a utilização de adesivos autocondicionantes suaves, como Clearfil SE Bond, e condicionamento seletivo em esmalte. A preferência por autocondicionantes suaves é dada por considerarem importante a manutenção das fibrilas colágenas envolta por uma camada de hidroxiapatita na adesão, podendo ser ressaltado, ainda, as características gerais dos autocondicionantes, as principais deficiências dos adesivos de passo único (menor resistência de

união, maior infiltração e desempenho clínico menos favorável), interferência da smear layer na adesão.

#### **2.4 Influência do tipo de adesivo na resistência adesiva ao cisalhamento/microcisalhamento**

Ao revisar artigos do Houston Biomaterials Research Center no período de 1993 à 2003, Powers et al.<sup>42</sup> (2003) evidenciaram alguns fatores que poderiam afetar os testes de resistência de união in vitro. Gerações de sistemas adesivos do tipo condiciona-e-lava e autocondicionante foram avaliadas. Dentre os fatores que podem afetar os testes de resistência de união, citaram substrato dentinário, material utilizado para condicionamento, tipo de preparo, umidade, contaminantes, agentes dessensibilizantes, adstringentes e materiais restauradores. Os resultados mostram que os resultados dos testes de resistência de união in vitro podem ser estatisticamente afetados quando as condições de adesão não são ideais.

Para avaliar a influência do grau de umidade em dentina na resistência adesiva, Swift et al.<sup>49</sup> (1997) utilizaram três adesivos de frasco único, Single Bond, Prime & Bond e One-Step, e um sistema adesivo condiciona-e-lava de três passos, Scotchbond Multi-Purpose Plus. Dentes bovinos foram preparados para resistência ao cisalhamento em superfície dentinária com três diferentes graus de umidade (úmida, molhada, muito molhada). Os valores obtidos para Single Bond foram 19,2; 23,2 e 20,3 MPa em dentina úmida, molhada, muito molhada, respectivamente. O sistema adesivo de três passos Scotchbond Multi-Purpose Plus indicou valores de 23,1

a 25,3 MPa, não sendo significativamente maiores do que os valores de Single Bond. Prime & Bond apresentou valores de resistência de união similares ao Single Bond. One-Step obteve os menores valores ( $p < 0,05$ ) em dentina molhada e muito molhada, indicando ser o único adesivo afetado significativamente pelas condições de umidade dentinária.

Perdigão et al.<sup>38</sup> (1999) avaliaram a resistência de união ao cisalhamento de três sistemas adesivos de frasco único, OptiBond SOLO (à base de etanol), Prime & Bond 2.1 (à base de acetona) e Single Bond (à base de etanol e água). Os espécimes foram divididos em três condições de superfície sendo, dentina úmida; dentina seca por 5 segundos; dentina seca por 5 segundos e reumidificada com solução de HEMA 35%. A secagem da superfície dentinária reduziu significativamente os valores de resistência de união, com uma aparente zona de colágeno não infiltrada pelos adesivos, independente do tipo de solvente. O reumedecimento da dentina com uma solução aquosa de HEMA restabeleceu os valores de resistência de união obtidos em dentina úmida, bem como a infiltração do adesivo na rede de fibras colágenas. A conclusão foi que a utilização da solução aquosa de HEMA pode compensar a secagem da superfície dentinária. A presença de água no sistema adesivo Single Bond parece não ser suficiente para evitar o colapso das fibras colágenas.

Uma das vantagens do teste de microcisalhamento em relação ao teste de microtração é não necessitar de procedimentos de secções para a confecção dos espécimes, podendo induzir microtrincas. Pensando no teste de microcisalhamento, Andrade et al.<sup>1</sup> (2012) analisaram se as variáveis na confecção dos espécimes poderiam interferir nos resultados. Discos de dentina



foram divididos em seis grupos ( $n=5$ ), de acordo com o tubo de polietileno (3 níveis) e o sistema adesivo (2 níveis). O grupo 1 consistia na colocação dos tubos preenchidos com resina composta já polimerizada, colocados sobre a superfície de dentina coberta por adesivo. Após 24h de armazenamento em água, os tubos de polietileno foram removidos deixando apenas os cilindros de resina composta para o teste de resistência de união. No grupo 2 o mesmo procedimento foi realizado, mas os tubos de polietileno foram mantidos no teste de microcissalhamento. No grupo 3 foram colocados cilindros de compósito sobre a superfície de dentina coberta por adesivo. Os grupos 1 e 2 tiveram resultados semelhantes ( $p>0,05$ ) e os maiores resultados foram obtidos com o grupo 3, independente do sistema adesivo utilizado ( $p<0,05$ ). Foi constatado que a remoção do tubo de polietileno previamente à colocação sobre a superfície dentinária pode afetar os valores de resistência de união.

A importância da delimitação adesiva nos testes de resistência de união ao microcissalhamento foi constatada por Shimaoka et al.<sup>44</sup> (2011). Os autores utilizaram o sistema adesivo de dois passos do tipo condiciona-e-lava Adper Single Bond 2 (3M ESPE), o sistema adesivo autocondicionante de dois passos Clearfil SE Bond (Kuraray) e de passo único, Clearfil S3Bond (Kuraray). Os resultados obtidos no grupo sem delimitação adesiva foram valores de resistência de união mais altos ( $p<0,05$ ), sendo que as fraturas tenderam a ocorrer para além da área adesiva efetiva. Os autores concluíram, portanto, que a técnica da delimitação adesiva pode levar à resultados menos questionáveis.

Yousry et al.<sup>69</sup> (2011) constataram que a resistência ao microcissalhamento é dependente tanto do adesivo quanto do substrato

dentinário. Cinco microcilindros de resina composta foram confeccionados utilizando os adesivos do tipo condiciona-e-lava e autocondicionante Scotchbond-MultiPurpose, Adper-Scotchbond SE, XP Bond e Xeno IV em dentina superficial e profunda. Os menores valores obtidos em ambas as profundidades dentinárias foram para Adper-Scotchbond SE. Em dentina superficial, Xeno IV mostrou-se com os maiores valores enquanto que em dentina profunda, os maiores valores foram obtidos com XP Bond. A conclusão foi de que os adesivos contemporâneos podem produzir variações na adesão, principalmente devido sua composição.

A aplicação do sistema adesivo autocondicionante de acordo com as recomendações do fabricante pode afetar significativamente o teste de resistência de união ao microcislamento. De Vito Moraes et al.<sup>11</sup> (2011) observaram melhoras ao associar uma camada de resina hidrofóbica posteriormente à aplicação de alguns autocondicionantes. Incisivos bovinos preparados e divididos em dois grupos de acordo com a aplicação ou não de uma camada de resina hidrofóbica (Scotchbond Multi Purpose Plus), foram preparados para aplicação do teste de resistência ao microcislamento. O teste foi realizado em máquina de ensaios universal após armazenamento em água durante 24 horas. Os resultados obtidos com a aplicação da camada de resina hidrofóbica ou de acordo com as instruções do fabricante foram, respectivamente, Clearfil:  $17,1 \pm 7,9$  e  $10,4 \pm 4,9$ ; AdheSE:  $14,5 \pm 7,1$  e  $1,6 \pm 1,6$ ; Xeno III:  $12,8 \pm 7,7$  e  $9,0 \pm 3,8$ ; I Bond:  $9,5 \pm 5,8$  e  $3,0 \pm 1,5$ ; Bond Force:  $17,5 \pm 4,1$  e  $14 \pm 3,9$ ; Futurabond:  $7,7 \pm 2,3$ . e  $8,8 \pm 3,8$ . Apesar de um aparente aumento na força de união para quase todos os adesivos, exceto

FuturaBond, os resultados foram significantes apenas para AdheSE e I Bond ( $p < 0,05$ ).

Para avaliar a resistência de sistemas adesivos autocondicionantes ao microcislhamento em dentina normal e afetada por cárie, Mobarak et al.<sup>27</sup> (2012) utilizaram cem dentes recém extraídos. A diferenciação entre os substratos dentinários foi realizada através da microdureza e por um novo método de permeabilidade por corante. Os adesivos utilizados foram: Clearfil SE Bond, Clearfil DC Bond (Kuraray), Bond Force (Tokuyama), AdheseOne (Ivoclar) e Adper Prompt-L-pop (3M ESPE). O corante ficou impregnado em dentina normal enquanto que em dentina afetada por cárie, mostrou-se impermeável. O número de dureza Vickers para dentina normal e afetada por cárie foi, respectivamente,  $63,98 \pm 3,24$  e  $62,40 \pm 3,49$ . Para os valores de resistência de união, houve diferença estatística entre os adesivos utilizados em substrato normal ( $p < 0,01$ ) e afetado por cárie ( $p < 0,001$ ), exceto para Clearfil SE Bond, Clearfil DC Bond e AdheseOne ( $p > 0,05$ ). Os resultados indicaram que alguns adesivos não apresentam diferença na resistência de união em diferentes tipos de dentina, além disto, o método de permeabilidade por corante mostrou-se efetivo na diferenciação desses substratos.

### 3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos do presente trabalho foram:

- Avaliar a resistência de união ao microcisalhamento de sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos e de passo único, com graus de acidez distintos, frente a dois tipos de substratos dentinários: normal e hipermineralizado artificialmente.
- Avaliar a interface e aparência de tags de resina formados em cada sistema adesivo autocondicionante utilizado, frente aos substratos dentinários normal e hipermineralizado artificialmente com o auxílio de microscopia eletrônica de varredura.

## 4 MATERIAL E MÉTODO

Neste estudo foram utilizados sessenta e cinco (n=65) dentes bovinos hígidos, isentos de cárie, mantidos em solução de timol 0,1% a 4°C ( $\pm$  1°C) até o momento de sua utilização. Sete espécimes (n=7) por grupo foram utilizados para o ensaio de resistência de união ao microcissalhamento e um (n=1) espécime por grupo para observação da interface adesiva<sup>1,11,27,36</sup>.

### Resistência de união ao microcissalhamento

#### 4.1 Preparo da superfície dentinária:

A superfície vestibular de cada dente foi desgastada em uma politriz (DP-10 Panambra, Struers, Ballerup, Dinamarca) com lixas de carbetto de silício de granulação 180 para exposição e planificação da dentina. Lixas na granulação 320 (20 segundos) e 600 (20 segundos) foram utilizadas para padronização da smear layer. O desgaste foi concluído após a obtenção de uma superfície plana completamente em dentina, ou seja, sem a presença de esmalte, sendo verificada através de uma avaliação visual<sup>20,21</sup>. Os dentes foram então submersos em cuba ultrassônica durante 1 minuto para remoção dos excessos de debris.

Fragmentos de dentes foram cortados com o auxílio de uma cortadeira (IsoMet 1000, BUEHLER – An ITW Company). Os grupos foram

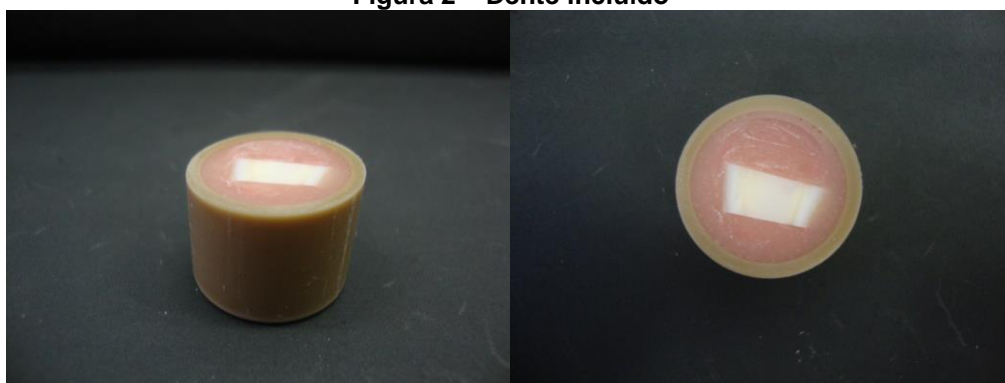
divididos aleatoriamente em dois diferentes grupos, de acordo com o tipo de dentina: normal (N/ n =32) ou hipermineralizada artificialmente (H/ n =33).

Cada fragmento de coroa, dentes normais e hipermineralizados, foi incluído em cilindro de PVC medindo 1,2 cm de altura por 2,0 cm de diâmetro com resina acrílica autopolimerizável (Figuras 1 e 2). Até o momento da confecção dos espécimes, os dentes incluídos foram mantidos sob refrigeração a 4°C ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ) em água.

**Figura 1 – Dentes bovinos sendo incluídos**



**Figura 2 – Dente incluído**



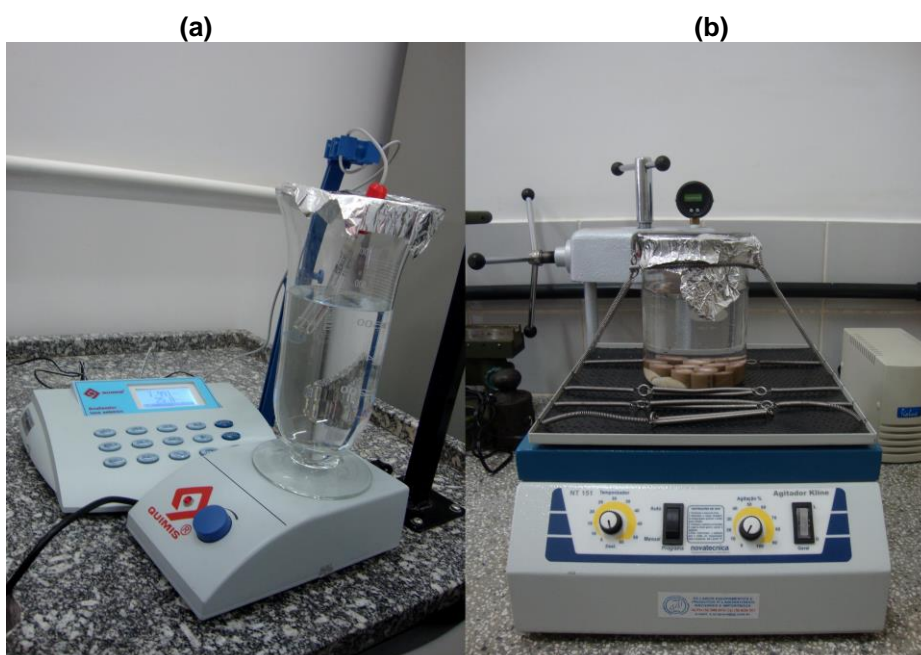
#### **4.2 Procedimento de hipermineralização artificial**

O conjunto H foi selecionado para receber tratamento de hipermineralização da superfície dentinária<sup>8,16,36</sup>. Para este procedimento,

fragmentos de dentes foram incluídos em cilindro de PVC medindo 1,2 cm de altura por 2,0 cm de diâmetro com resina acrílica autopolimerizável (Resina Acrílico Auto Polimerizante Clássico Dencôr, São Paulo-SP). A dentina exposta de cada dente recebeu ataque com gel de ácido fosfórico 32% (Uni-Etch - Bisco) por 5 segundos para remoção da camada de esfregaço. Em seguida, lavou-se por 20 segundos com jatos de água.

Os dentes foram imersos em solução mineralizante (pH = 7.0) contendo 1,5 mM de cálcio (proveniente de  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), 0,9 mM de fosfato (proveniente de  $\text{K}_2\text{PO}_4$ ), e 0,15 M de cloreto de potássio, mantida em temperatura ambiente. O pH da solução foi verificado com pHmetro (Medidor de Íons; Q400ISE; Quimis - Brasil). A fim de garantir estabilidade, a solução foi renovada a cada 24 horas por 14 dias, permanecendo em constante agitação por meio de um agitador magnético (NT 151; Kline; Novatecnica - Brasil) (Figura 3).

**Figura 3 – (a) Solução em pHmetro (Medidor de Íons; Q400ISE; Quimis - Brasil); (b) Dentes em solução mineralizante sobre agitador magnético (NT 151; Kline; Novatecnica - Brasil)**



A quantidade de solução foi calculada utilizando a área exposta de cada dente como sendo  $78,5 \text{ mm}^2$  (diâmetro = 10 mm), ou seja, cada milímetro quadrado de superfície exposta deve corresponder a 0,76 mL da solução.

Ao término de 14 dias, a superfície dentinária foi considerada hipermineralizada. Um espécime foi selecionado de forma randomizada, para moldagem com silicona de adição e confecção de réplica positiva em resina epóxi para observação em MEV, a fim de confirmar o procedimento de hipermineralização<sup>20, 21, 30</sup>.

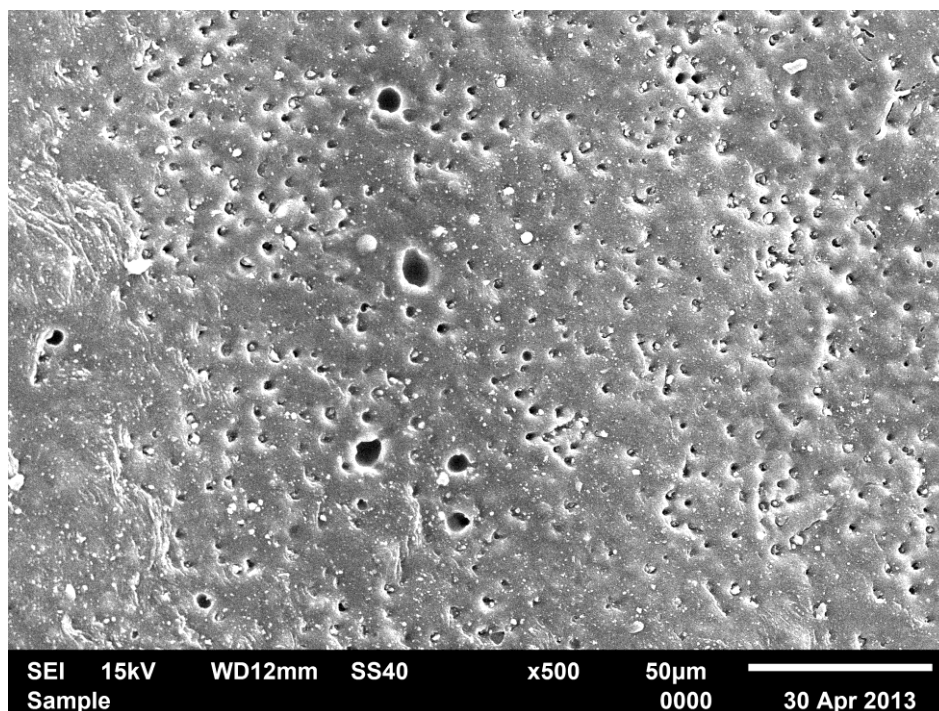
Os procedimentos adesivos do grupo hipermineralizado foram realizados 7 dias após a remoção dos dentes na solução mineralizante. Durante este período, os dentes foram mantidos sob refrigeração a  $4^\circ\text{C}$  ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ) em água.

#### **4.2.1 Confirmação do procedimento de hipermineralização dentinária**

O efeito da solução mineralizante em microscopia eletrônica de varredura é mostrado na Figura 4. A deposição de cristais nos túbulos dentinários associado ao aumento na dentina peritubular, evidenciam a efetividade do procedimento hipermineralizador para simular dentina esclerótica.



Figura 4 - Microscopia eletrônica de varredura evidenciando dentina hipermineralizada artificialmente.



### 4.3 Tratamentos

Cada grupo: dentina normal/controle (N/n=28) e dentina hipermineralizada artificialmente/teste (H/n=28) foi dividido em 4 subgrupos de acordo com o sistema adesivo autocondicionante empregado. Cada sistema adesivo autocondicionante foi aplicado segundo as recomendações do fabricante:

- **Clearfil SE Bond (Kuraray) – dois passos - suave:** Aplicar o primer por 20 segundos e um leve jato de ar, seguido da aplicação do adesivo, um leve jato de ar e fotopolimerização por 10 segundos;

• **AdheSE (Ivoclar/Vivadent) – dois passos - moderado:** Pincelar o primer sobre a superfície durante 15 segundos. Dispersar o excesso de primer, com forte jato de ar, até que a película superficial e móvel de líquido não seja mais visível. A seguir, aplicar o bond e dispersar o excesso utilizando um jato de ar fraco. Fotopolimerizar por 10 segundos.

• **Adper Easy One (3M Espe) – passo único - suave:** Aplicar o adesivo por 20 segundos, seguida da aplicação de um leve jato de ar por 5 segundos e fotopolimerizar por 10 segundos.

• **OptiBond All-In-One (Kerr) – passo único - moderado:** Aplicar por 20 segundos “esfregando”, seguida de segunda aplicação por 20 segundos “esfregando” aplicar um jato de ar por 5 segundos e fotopolimerizar por 10 segundos.

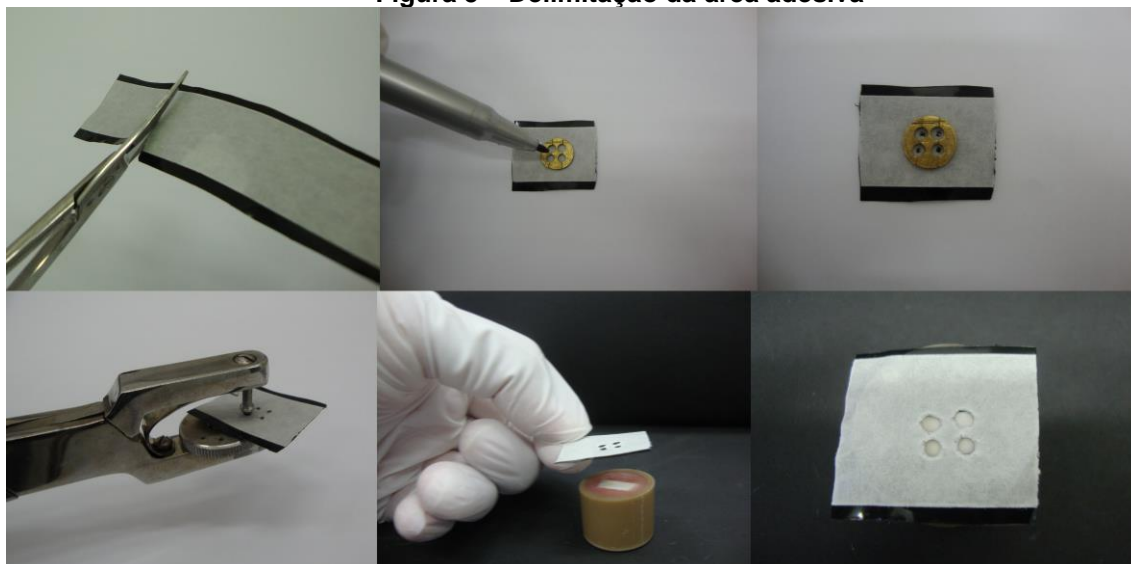
Tabela 1 – Composição dos sistemas adesivos autocondicionantes

<b>Material</b>	<b>Composição</b>	<b>Data de Validade</b>	<b>Lote</b>
Clearfil SE Bond	Primer: MDP, HEMA, dimetacrilato hidrofílico de canforoquinona, N.NDietanol p-toluidina e água Bond: MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrofóbico de canforoquinona, N.N- Dietanol p-toluidina, Sílica coloidal silanizada	05/2014	202617
AdheSE	Primer: dimetacrilato, ácido fosfórico acrilato, iniciadores e estabilizadores em solução aquosa Bond: HEMA, dimetacrilato, dióxido de silício, iniciadores e estabilizadores	03/2014	079024
OptiBond All-In-One	Monômeros: Dimetacrilato de glicerol fosfato (GPDM) , monômero adesivo autocondicionante; comonômeros, monômeros de metacrilato Solventes: água, acetona e etanol Fotoiniciador: canforoquinona (CQ) Enchimentos: três cargas nanométricas Liberadores de fluoretos: exafluorosilicato de sódio e fluoreto yterbium	03/2014	4632251
Adper Easy One	Condicionante: ésteres fosfatos de metacrilato Bond: copolímeros do Vitrebond, nanopartículas de carga, etanol Outros componentes: dimetacrilatos, HEMA, água, iniciadores	12/2014	435964

### 4.3.1 Delimitação da área adesiva e procedimento adesivo

Para padronizar a área de união, foi realizada a delimitação da área adesiva<sup>44</sup> com fita adesiva dupla face ácido resistente. A fita dupla face foi posicionada sobre papel contact preto a fim de facilitar a visualização, sendo então recortados fragmentos em dimensões suficientes para recobrir a superfície do espécime. Cada fragmento de fita recebeu quatro perfurações circulares com 0,7 mm de diâmetro, realizados com perfurador de borracha para isolamento absoluto. A face adesiva da fita foi aderida ao dente, delimitando quatro superfícies de dentina, sobre as quais foram aplicados os sistemas adesivos autocondicionantes, de acordo com as recomendações do fabricante<sup>19</sup> (Figura 5).

Figura 5 – Delimitação da área adesiva



Na outra face da fita uma matriz tripartida foi posicionada para a confecção dos cilindros em resina composta (Figura 6a), permitindo que os

quatro cilindros fossem fotopolimerizados ao mesmo tempo. Matrizes transparentes cilíndricas medindo 0,7 mm de diâmetro interno e 1 mm de altura (Tygon tubing, R-3603, Saint-Gobain Performance Plastics, Maime Lakes, FL, EUA) foram cortadas com o auxílio de uma lâmina de bisturi (número 15) e um dispositivo para corte (Figura 7). As matrizes transparentes cilíndricas tiveram seu volume interno preenchido com resina composta (Filtek Z350 TM - 3M/ESPE, cor A3B), sendo posicionadas sobre a matriz tripartida de forma que seu diâmetro interno coincidissem com a perfuração da fita (Figura 6b). Os cilindros foram fotoativados por 40 s com aparelho fotopolimerizador (LED Bluephase, Ivoclar Vivadent, Schann, Liechtenstein) com intensidade 1200 mW/cm<sup>2</sup>.

**Figura 6 – (a) Matriz tripartida; (b) Matriz tripartida posicionada sobre o dente. Matrizes transparentes cilíndricas posicionadas e preenchidas com resina composta**

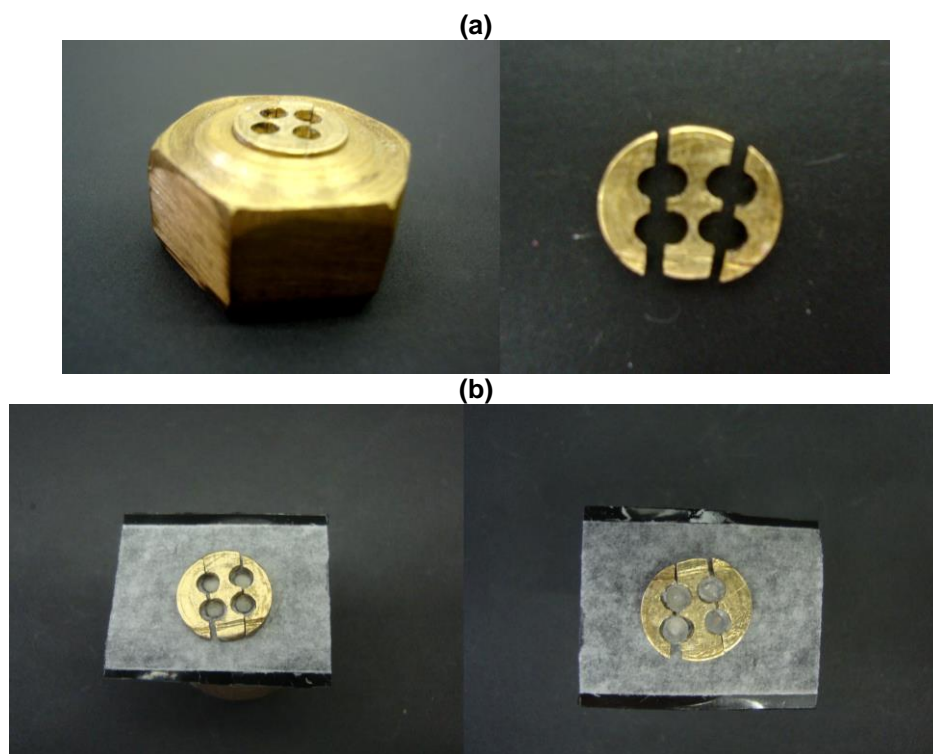
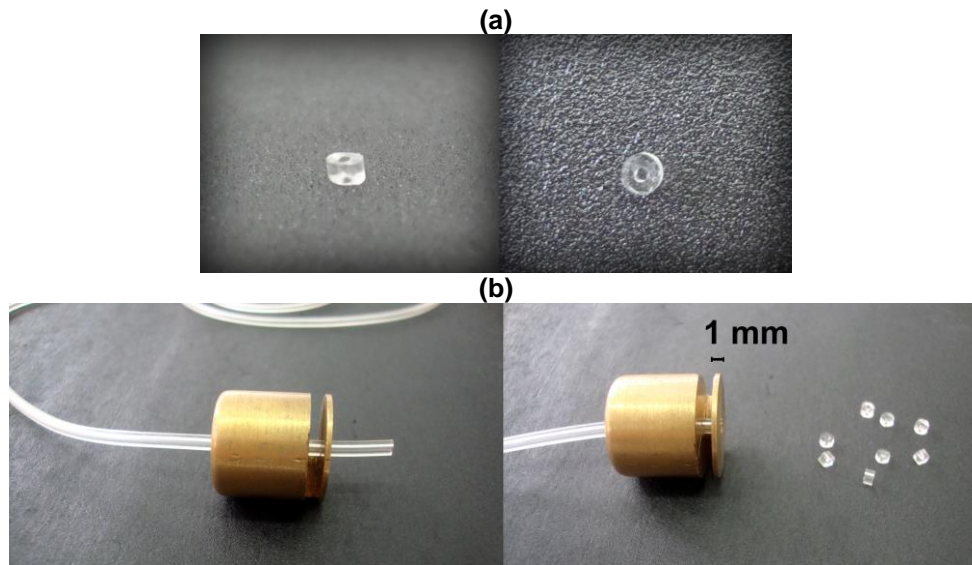
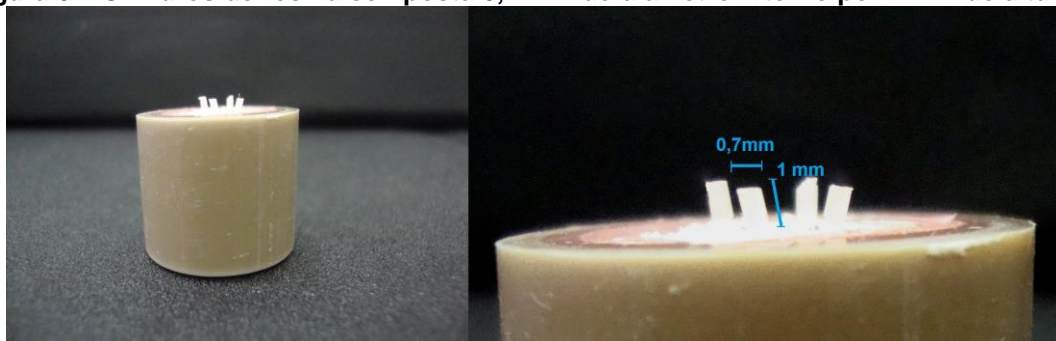


Figura 7 – (a) Matriz transparente cilíndrica Tygon tubing; (b) Dispositivo para corte das matrizes cilíndricas



As matrizes Tygon tubing foram cortadas e removidas com auxílio de uma lâmina de bisturi para expor os pequenos cilindros de resina composta (0,7 mm de diâmetro interno e 1 mm de altura) com área de união de  $0,38 \text{ mm}^2$ , unidos à superfície da dentina (Figura 8). Imediatamente após a exposição dos cilindros, foi realizada uma avaliação visual para verificação de possíveis defeitos e sua parte superior foi marcada com caneta hidrográfica para que a identificação e o posterior ensaio fossem facilitados. Após 24 horas de armazenamento em ambiente úmido, os espécimes foram submetidos ao ensaio mecânico de microcisalhamento.

Figura 8 – Cilindros de resina composta 0,7 mm de diâmetro interno por 1 mm de altura

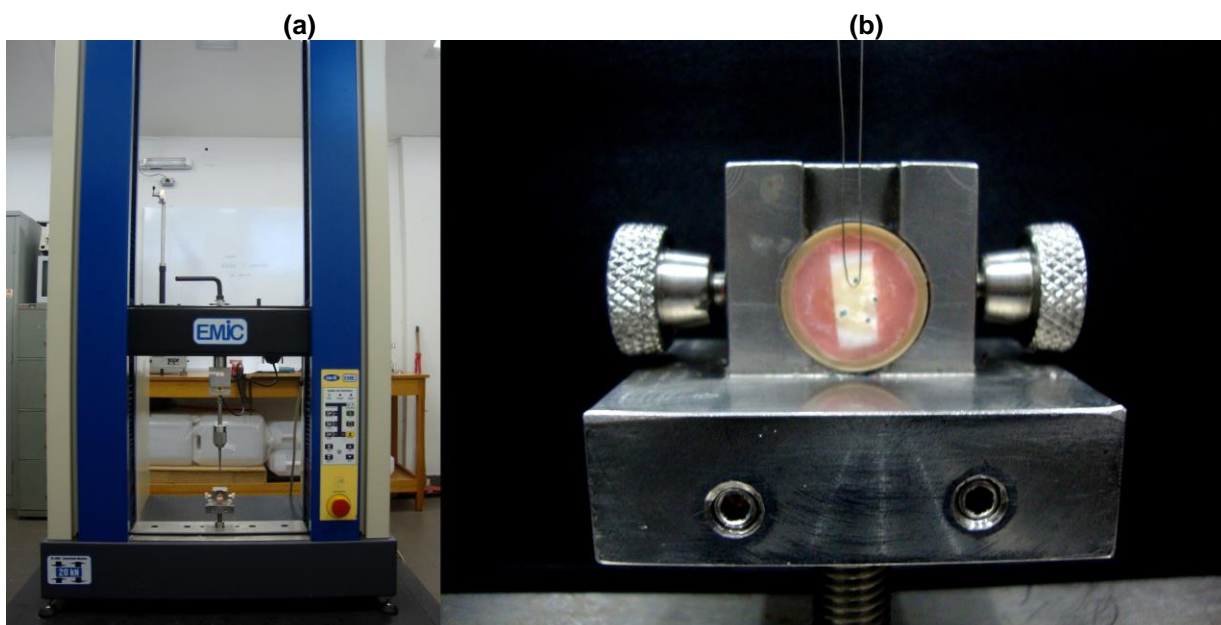


#### 4.4 Ensaio de resistência de união ao microcisalhamento

Decorrido o período de armazenamento em ambiente úmido a 37°C (+-1) por 24 horas, os espécimes foram adaptados a um dispositivo para ensaio de resistência de união ao microcisalhamento acoplado à máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil), com célula de carga de 500 Kgf. Antes da realização dos ensaios, o dispositivo foi cuidadosamente alinhado para permitir que o carregamento fosse aplicado o mais próximo possível da interface de união na base dos cilindros com o auxílio de uma alça confeccionada com fio de aço (0,2 mm de diâmetro). O carregamento foi realizado com velocidade de 0,5 mm/min até a fratura dos espécimes (Figura 9).

A resistência de união ao microcisalhamento foi calculada dividindo-se a força máxima registrada durante o ensaio (em N) pela área de união (em mm<sup>2</sup>) e expressa em MPa.

Figura 9 – (a) Máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil); (b) Espécime posicionado para ensaio de microcisalhamento



#### 4.5 Observação da interface adesiva

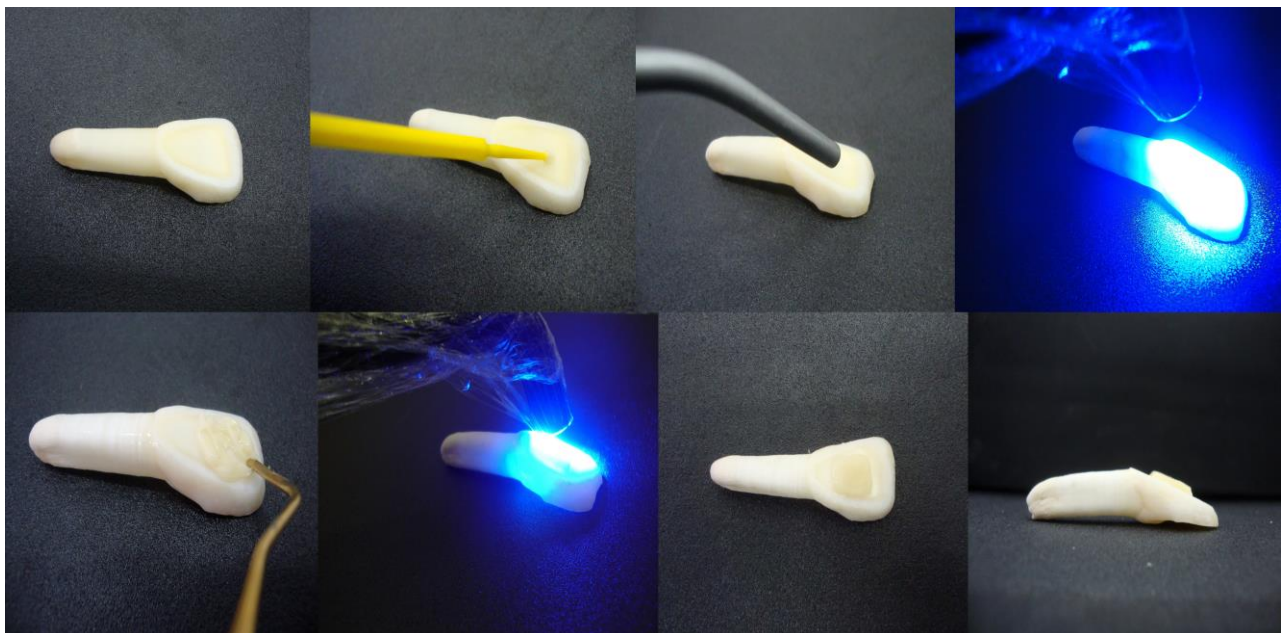
Para avaliar a presença de interface e/ou a aparência de *tags* de resina, confeccionou-se um espécime para cada sistema adesivo autocondicionante empregado (n=1 por grupo). A superfície vestibular de cada dente foi desgastada em uma politriz (DP-10 Panambra, Struers, Ballerup, Dinamarca) com lixas de carbetto de silício de granulação 180 para exposição e planificação da dentina. Para a padronização da smear layer, foram utilizadas lixas de granulação 320 (20 segundos) e 600 (20 segundos). O desgaste foi concluído após a obtenção de uma superfície plana completamente em dentina. Os dentes foram então submersos em cuba ultrassônica durante 1 minuto para remover o excesso de debris, sendo então lavados. Cada dente foi restaurado com um tipo de sistema adesivo autocondicionante, Clearfil SE Bond (Kuraray), Adhe SE (Ivoclar/Vivadent), Adper Easy One (3M Espe), Optibond All in One (Kerr) (Figura 10).

Os dentes foram seccionados em uma cortadeira (IsoMet 1000, BUEHLER – An ITW Company) ao longo do eixo vestibulo-lingual longitudinal da restauração. Cada seção foi polida com lixa de carbetto de silício de granulação 1200 (20 segundos cada). Os espécimes foram ultra-sonicamente limpos em água deionizada por 3 minutos, para remover detritos provenientes do “lixamento”. A superfície polida foi, em seguida, exposta à 30 seg de 6N HCl, lavada com água deionizada, seguida por aplicação de NaOCl 2,5% por 10 minutos e novamente lavada e seca com leve jato de ar. Este procedimento parcialmente desmineraliza e desproteíniza o substrato dentinário, permitindo que os *tags* de resina e a camada híbrida possam ser observados. Impressões com sílica de adição (Express XT light body; 3M ESPE - Brasil) foram



tomadas sendo obtidas réplicas em resina epóxi (Epofix, Stuers, Rodovre, Dinamarca). Em seguida, as réplicas foram montadas em plataformas de alumínio, ou *stubs*, e levados ao metalizador para receberem cobertura de ouro. Os espécimes foram examinados em microscopia eletrônica de varredura (JSM 6610lv, JEOL) com uma variedade de ampliações<sup>20,21,30</sup>.

**Figura 10 – Confeção de espécime para observação da interface adesiva em MEV**



## 5 RESULTADO

### 5.1 Resistência de união de sistemas adesivos ao microcisolamento

Os resultados do teste Two-Way ANOVA mostraram-se significante para o fator “Adesivo” ( $p < 0,05$ ) e não significante para “Dentina” e “Interação” na Tabela 2. A média geral e respectivo desvio padrão de cada grupo estão listados na Tabela 3, sendo utilizado os testes Two-Way ANOVA e Bonferroni ( $p < 0,05$ ) para a análise estatística.

**Tabela 2 - Resultados de Two-Way ANOVA para sistemas adesivos autocondicionantes aplicados sobre dentina com diferentes graus de mineralização ( $p < 0,05$ ). GL=graus de liberdade; SQ=soma de quadrados; QM=quadrado médio.**

Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	Valor-p
Interação	3	416,3	138,8	2,752	0,0527
Adesivo	3	1235	411,7	8,165	0,0002
Dentina	1	138	138	2,737	0,1046
Resíduo	48	2421	50,43		

Com base nos resultados demonstrados na Tabela 2, pode-se afirmar que a “Interação” foi considerada não significante ( $p = 0,0527$ ), assim como o efeito do fator “Dentina” ( $p = 0,1046$ ). Por outro lado, o efeito do fator “Adesivo” foi considerado muito significante ( $p = 0,0002$ ).

**Tabela 3 - Médias ( $\pm$ desvio padrão) da resistência de união ao microcisalhamento (MPa) de sistemas adesivos aplicados sobre dentina com diferentes graus de mineralização utilizando Two-Way ANOVA e Bonferroni com nível de significância  $p < 0,05$ .**

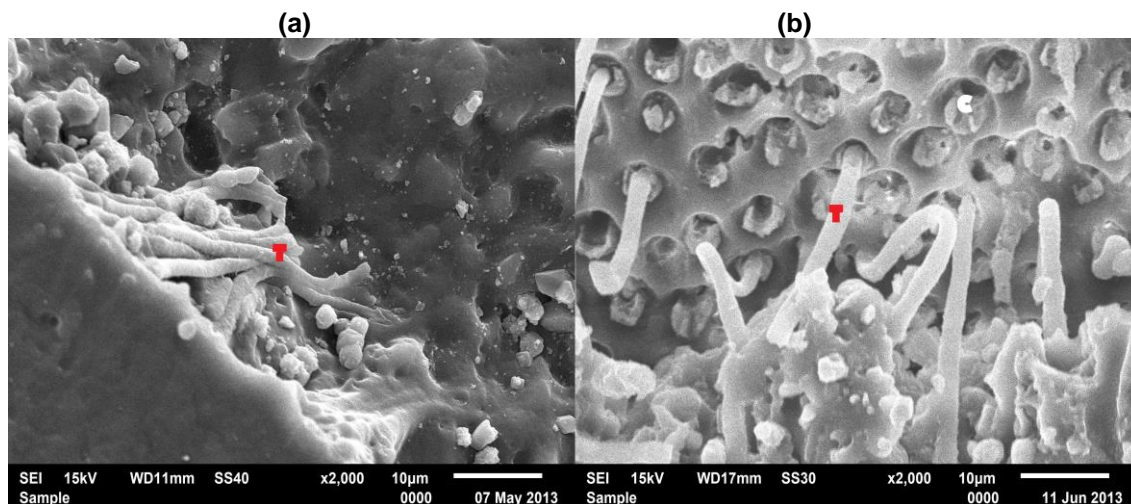
Dentina	Clearfil SE Bond	Adhe SE	Adper Easy One	OptiBond All-In-One
Normal	15,65 Ab ( $\pm 6,18$ )	14,71 Ab ( $\pm 10,36$ )	21,92 Bab ( $\pm 6,40$ )	28,43 Aa ( $\pm 6,55$ )
Hipermineralizada	20,96 Ab ( $\pm 8,06$ )	17,23 Ab ( $\pm 5,16$ )	31,79 Aa ( $\pm 8,31$ )	23,29 Aab ( $\pm 3,66$ )

Letras minúsculas iguais na mesma linha representam ausência de diferença estatística; letras maiúsculas iguais na mesma coluna representam ausência de diferença estatística ( $p < 0,05$ ).

A maior média geral obtida em dentina normal foi com o adesivo OptiBond All-In-One, seguido por Adper Easy One, Clearfil SE Bond e AdheSE, respectivamente, sem diferença significativa entre si. Em dentina hipermineralizada a maior média geral obtida foi para Adper Easy One, seguido por OptiBond All-In-One, Clearfil SE Bond e AdheSE, respectivamente, sem diferença significativa entre si. Quase todas as médias supracitadas apresentaram-se maior em dentina hipermineralizada do que em dentina normal (exceto para OptiBond), embora a diferença tenha sido considerada significativa ( $p < 0,05$ ) apenas para Adper Easy One.

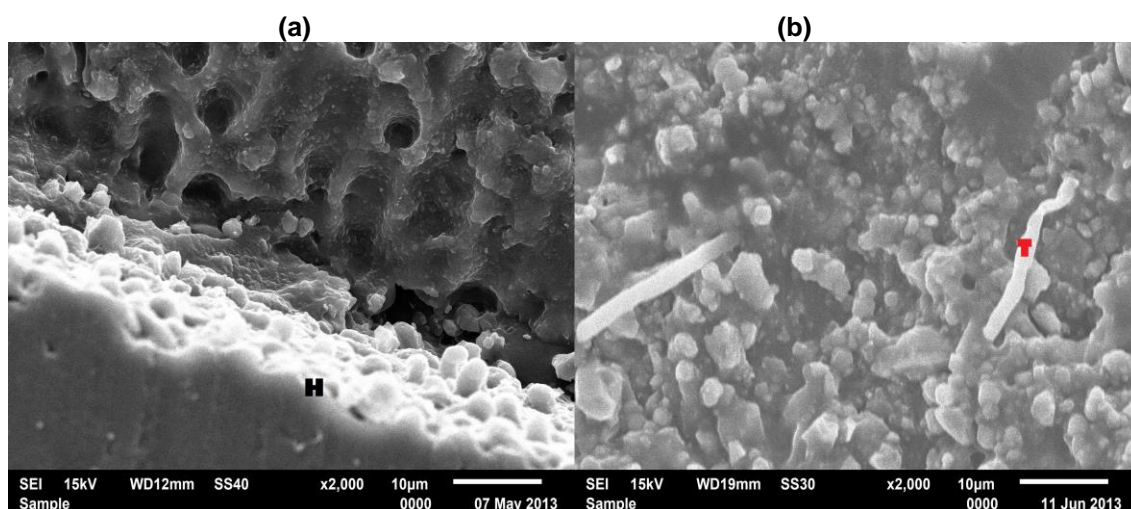
## 5.2 Interface Adesiva

Figura 11 - Interface adesiva do Clearfil SE Bond. (a) dentina normal (b) dentina hipermineralizada artificialmente.



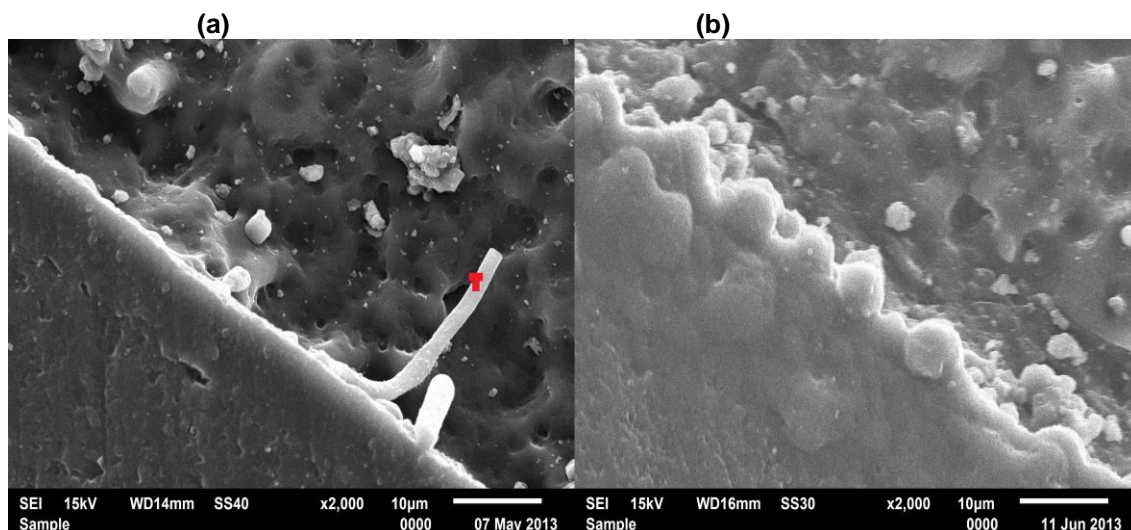
É possível observar pequenos *tags* de resina (T) espalhados em ambos os substratos dentinários. Em dentina hipermineralizada, os canalículos dentinários (C) com deposição de sais apresentam-se evidentes na Figura 11.

Figura 12 - Interface adesiva do AdheSE. (a) dentina normal (b) dentina hipermineralizada artificialmente.



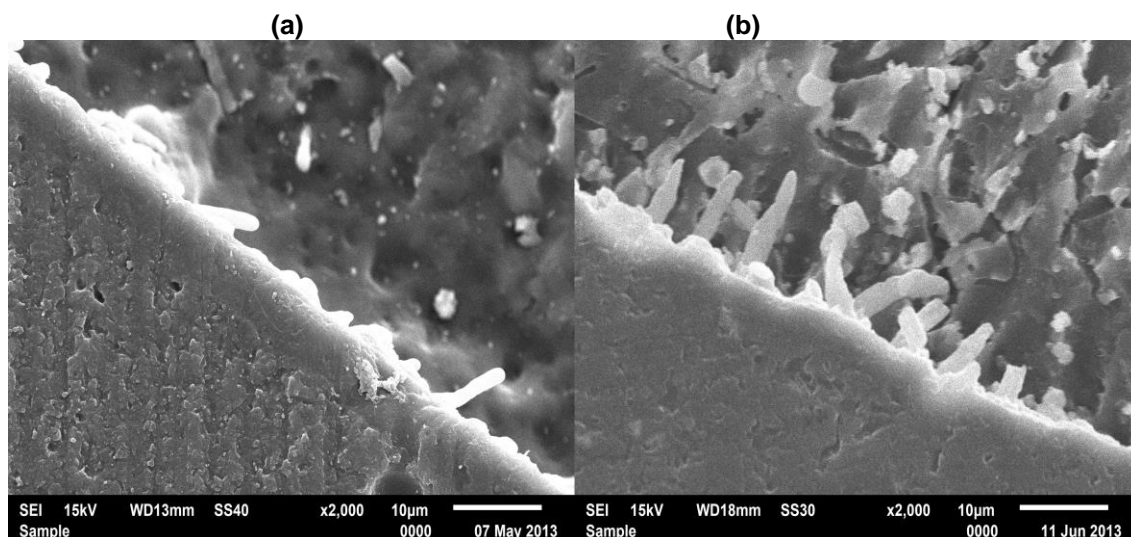
Não ficou evidente nenhum *tag* de resina (T) na para o sistema adesivo autocondicionante AdheSE (Figura 12) em dentina normal, apenas a camada híbrida (H).

**Figura 13 - Interface adesiva do Adper Easy One. (a) dentina normal (b) dentina hipermineralizada artificialmente.**



Poucos *tags* (T) foram observados em dentina normal para Adper Easy One (Figura 13). Em dentina hipermineralizada não foram encontrados *tags* na camada híbrida.

**Figura 14 - Interface adesiva do OptiBond All-In-One. (a) dentina normal (b) dentina hipermineralizada artificialmente.**



Ficaram evidentes na Figura 14 pequenos tags de resina com o OptiBond All-In-One, tanto em dentina normal quanto em dentina hipermineralizada artificialmente.

## 6 DISCUSSÃO

Os resultados apresentados neste estudo revelaram que a resistência de união ao microcislamento foi dependente do fator “Adesivo” ( $p=0,002$ ), não sendo significativa para os fatores “Dentina” ( $p=0,1046$ ) e “Interação” ( $p=0,0527$ ). Dentre os fatores que podem afetar a resistência de união quando não realizado em condições ideais, pode-se destacar o tipo dentina (hipermineralizada artificialmente), o sistema adesivo utilizado (condiciona-e-lava, autocondicionante), umidade, contaminantes, material restaurador utilizado, o tipo de preparo, agentes dessensibilizantes e adstringentes<sup>42</sup>.

Sistemas adesivos autocondicionantes são cada vez mais utilizados pela facilidade técnica quando comparados com os sistemas adesivos condiciona-e-lava e de modo geral, os autocondicionantes de 2 passos têm apresentado melhor desempenho quando comparado aos de passo único<sup>9,20</sup>. Inicialmente restaurações utilizando sistemas adesivos autocondicionantes apresentaram baixa longevidade<sup>66</sup>, mas com o aprimoramento de sua formulação passaram a apresentar um ótimo desempenho clínico ao longo de até 8 anos<sup>7,34,51,58</sup>.

As características da dentina e camada de esfregaço podem afetar o desempenho de adesão dos adesivos autocondicionantes<sup>54</sup>. Alguns estudos demonstraram um menor valor na resistência de união em dentina hipermineralizada quando comparada com a dentina normal<sup>122,36,50,54,60,68</sup>, outros não encontram diferença estatística entre os dois tipos de substrato<sup>7,55,58</sup>. Tay et al.<sup>52</sup> (2004) analisaram dentina hipermineralizada em microscopia eletrônica

de transmissão, revelando além da obliteração dos túbulos, regiões de superfície hipermineralizada resistentes à dissolução ácida, impedindo uma adequada hibridização. Acredita-se que a dentina esclerótica pode restringir a ação dos ácidos condicionadores, prejudicando a desmineralização e dificultando a correta formação de “tags”<sup>23,60</sup>. Da análise da interface adesiva, puderam ser observados mais tags de resina para Clearfil (20,96 MPa) e OptiBond (23,29MPa). No entanto, a presença de tags não influencia ou influencia muito pouco a resistência de união<sup>52</sup> o que poderia justificar o valor mais alto encontrado em dentina hipermineralizada para o adesivo Easy One (31,79MPa), onde não foram encontrados tags. A superfície de dentina em lesão esclerótica cervical não cariosa não é coberta por camada de esfregaço, mas hipermineralizada. Assim, estudos indicam que a acidez dos adesivos autocondicionantes (diferentes pHs) pode afetar a resistência de união adesiva em dentina esclerótica<sup>54,62</sup>.

Dentre os fatores responsáveis pela degradação da camada híbrida, destacam-se as metaloproteinases (MMPs), definidas como endopeptidases cálcio/zinco dependentes<sup>53</sup> responsáveis pela degradação do colágeno<sup>64</sup>. Estão presentes nos dentes retidas no interior da matriz dentinária mineralizada durante sua formação<sup>47</sup>, sendo também encontradas na saliva<sup>19</sup> e biofilme dental<sup>46</sup>. Sistemas autocondicionantes com grau de acidez forte desmineralizam profundamente a dentina, produzindo um efeito semelhante ao obtido com sistemas adesivos do tipo condiciona-e-lava com a diferença de que os íons cálcio dissolvidos pelos autocondicionantes não serão removidos, uma vez que o substrato não será lavado, resultando em degradação da camada híbrida<sup>10</sup>.



Skupien et al.<sup>45</sup> (2010) verificaram que sistemas adesivos autocondicionantes com grau de acidez mais elevado promovem maiores alterações na micromorfologia da camada híbrida formada, sendo o AdheSE um dos adesivos utilizados. Quanto maior a acidez do sistema adesivo autocondicionante, maior e mais complexa será a camada híbrida formada<sup>65</sup>. A imagem da interface e os resultados da resistência de união menores (14,71 MPa em dentina normal e 17,23 MPa em dentina hiperminerada) obtidos com o sistema adesivo AdheSE (grau de acidez moderado) condizem com estas informações.

As médias gerais obtidas no teste de resistência ao microcissalhamento mostraram-se, em dentina normal, maior com o adesivo OptiBond All-In-One, seguido por Adper Easy One, Clearfil SE Bond e AdheSE, respectivamente. Em dentina hipermineralizada a maior média geral obtida foi para Adper Easy One, seguido por OptiBond All-In-One, Clearfil SE Bond e AdheSE, respectivamente. Alguns trabalhos encontrados na literatura apontam que a composição, bem como a quantidade de material, presente no adesivo podem ser fatores determinantes para a obtenção do sucesso clínico<sup>39, 59</sup>. A composição dos sistemas adesivos autocondicionantes utilizados pode ser observada na Tabela 1.

O monômero hidrofílico HEMA, responsável por facilitar a entrada do produto na dentina<sup>38</sup>, está presente em quase todos os sistemas adesivos utilizados, com exceção do OptiBond All-In-One. Talvez a ausência deste monômero tenha dificultado a penetração do adesivo em dentina hipermineralizada, justificando o menor valor de resistência ao microcissalhamento nesta superfície apenas para o adesivo OptiBond (28,43 MPa em dentina normal e 23,29 MPa em dentina hipermineralizada).

Os solventes água, acetona e etanol encontrados no adesivo OptiBond também poderiam ser avaliados como um fator relevante, uma vez que o solvente presente nos demais adesivos utilizados é somente a água. O solvente é um componente indispensável na obtenção de adesão em dentina, pois juntamente com monômeros hidrofílicos melhoram o desempenho do adesivo drasticamente<sup>51</sup>. A água enquanto solvente é essencial para a ionização de monômeros ácidos, sendo, portanto, encontrada em sistemas adesivos autocondicionantes<sup>18</sup>. Os solventes podem ser classificados quimicamente em três categorias, de acordo com sua polaridade em polar prótico, dipolar aprótico e apolar. A água e o etanol são exemplos de solventes próticos que podem formar pontes de hidrogênio, solventes apróticos não são capazes de formar ligações com o hidrogênio, mas têm um grande momento dipolo, um exemplo é a acetona. Solventes apolares são importantes para prever o tempo de vida útil dos adesivos<sup>59</sup>. A presença dos solventes água, acetona e etanol no adesivo OptiBond All-In-One poderia justificar a maior média obtida no teste de resistência ao microcisalhamento em dentina normal, frente aos demais adesivos contendo apenas água como solvente (Clearfil 15,65 MPa, AdheSE 14,71 MPa, Easy One 21,92 MPa, OptiBond 28,43 MPa).

De forma geral, quase todas as médias da resistência de união apresentaram-se maior em dentina hipermineralizada do que em dentina normal (exceto para OptiBond), embora tenha sido considerada significativa ( $p < 0,05$ ) apenas para Adper Easy One. O sistema adesivo autocondicionante Adper Easy One é de passo único, considerado com grau de acidez suave. Quanto mais simplificada a técnica de aplicação, melhor o desempenho inicial do adesivo, uma vez que diminui problemas decorrentes da sensibilidade técnica. Além disso, estudos mostram que sistemas adesivos autocondicionantes suaves apresentam melhor desempenho clínico,

considerando a hidroxiapatita residual ao redor das fibras colágenas importante para a adesão, uma vez que impede as mesmas de colapsarem entre si e possibilitam uma ligação química com o monômero funcional do adesivo<sup>45,62</sup>.

Sabe-se que dentes bovinos podem ser utilizados como substitutos para dentes humanos em pesquisas que envolvam resistência de união<sup>30,31</sup>, ainda que não sejam considerados como um substituto perfeito<sup>3</sup>. A vantagem da utilização de dentes bovinos é a maior padronização do substrato, levando à resultados mais confiáveis. Dentes humanos possuem uma alta variabilidade na estrutura e composição dentinária, uma vez que muitas vezes são dentes recém irrompidos que, portanto, possuem alta permeabilidade<sup>26</sup>. Como alternativa foram selecionados dentes bovinos para o presente estudo.

Inicialmente o teste de cisalhamento era o mais utilizado na avaliação da resistência de união. Um dos maiores problemas nos testes de cisalhamento é a ocorrência relativamente grande de falhas coesivas, pode-se afirmar que falhas coesivas não avaliam a adesão propriamente dita, uma vez que a mesma não foi rompida impossibilitando, portanto, a avaliação da resistência de união adesiva. As falhas coesivas encontradas em testes de cisalhamento podem ser desenvolvidas em decorrência de tensões indesejáveis originadas pelo método<sup>63</sup>. O teste de microtração ainda é o mais utilizado apesar do teste de microcisalhamento ser rotineiramente aplicado<sup>11,27,69</sup>. Ambos os testes possibilitam analisar algumas pequenas áreas de união em um mesmo dente com mínima geração de tensões, possibilitando que as falhas ocorram principalmente na interface adesiva, adicionalmente, a delimitação adesiva para o teste de microcisalhamento tem como objetivo

evitar que as fraturas ocorram para além da área adesiva<sup>44</sup>. Uma das vantagens do teste de microcisalhamento em relação ao teste de microtração é a facilidade na confecção dos espécimes, não necessitando de procedimentos de secções que poderiam induzir microtrincas<sup>1</sup>. Além disso, resultados do teste de microtração em dente hipermineralizado artificialmente mostrou-se significativamente maior do que quando realizado em lesões naturais<sup>52</sup>. Como alternativa, o teste de microcisalhamento com delimitação adesiva foi selecionado para a realização deste estudo.

Pode-se dizer que o sucesso clínico é fundamental para a prática odontológica. Com isso, pesquisas são realizadas auxiliando no desenvolvimento de sistemas adesivos que apresentem técnica facilitada, excelência estética e funcional, com uma adesão eficaz e ótimo desempenho clínico inicial e tardio. A obtenção de valores de resistência de união é importante para analisar o possível desempenho clínico dos sistemas adesivos, adicionalmente, a interação com diferentes tipos de substratos dentinários complementa esta informação levando ao desenvolvimento deste estudo.

## 7 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos neste estudo, pode-se afirmar que sistemas adesivos autocondicionantes de passo único apresentaram maiores valores de resistência de união imediata, tanto em dentina normal como hipermineralizada. Todos os sistemas autocondicionantes utilizados no estudo apresentaram resistência de união aceitável tanto em substrato dentinário normal como em substrato hipermineralizado.

O tipo de dentina, normal ou hipermineralizada, não interferiu nos resultados obtidos no teste de microcisalhamento.

A micromorfologia da interface adesiva varia de acordo com o tipo de adesivo autocondicionante utilizado, podendo apresentar desde diferentes espessuras de camada híbrida até pequenos *tags* de resina dispersos.

## REFERÊNCIAS\*

1. Andrade AM, Garcia E, Moura SK, Reis A, Loguercio A, Silva LM, et al. Do microshear test variables affect the bond strength values? *Int J Dent*. 2012;10(4):1-6.
2. Bevenius J, Hulténby K. In vitro and in vivo replication for scanning electron microscopy of the cervical region of human teeth. *Scanning Microsc*. 1991; 5(3):731-739.
3. Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin C, et al. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent*. 2001;29(1):55-61.
4. Bowen RL. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. II. Bonding to dentin promoted by a surface-active comonomer. *J Dent Res*. 1965;44(5):895-902.
5. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*. 1955;34(6):849-53.
6. Buonocore MG, Wileman W, Brudevold F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res*. 1956;35(6):846-51.
7. Burrow MF, Tyas MJ, Comparison of two all-in-one adhesives bonded to non-carious cervical lesions-results at 3 years. *Clin Oral Investig*. 2012;16(4):1089-94.

---

\* de acordo com o manual da FOAr /UNESP, adaptadas da Vancouver. Disponível no site: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

8. Cilli RA, Prakki PA, de Araujo MA. Evaluating a method of artificially hypermineralizing dentin to simulate natural conditions in bonding studies. *J Adhes Dent.* 2005;7(4):271-9.
9. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res.* 2005;84(2):118-32.
10. De Munck J, Shirai K, Yoshida Y, Inoue S, Van Landuyt K, Lambrechts P, et al. Effect of water storage on the bonding effectiveness of 6 adhesives to Class I cavity dentin. *Oper Dent.* 2006;31(4):456–65
11. De Vito Moraes AG, Francci C, Carvalho CN, Soares SP, Braga RR. Microshear bond strength of self-etching systems associated with a hydrophobic resin layer. *J Adhes Dent.* 2011;13(4):341-8.
12. Dieng-Sarr F, Sharrock P, Dabsie F, Grégoire G. Modifications of the organic and mineral fractions of dental tissues following conditioning by self-etching adhesives. *J Dent.* 2011; 39(2):141-7.
13. Eick JD. Smear layer--materials surface. *Proc Finn Dent Soc.* 1992;88(1):225-42.
14. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res.* 1979;58(4):1364-70.
15. Giachetti L, Ercolani E, Bambi C, Landi D. [Sclerotic dentin: aetiopathogenetic hypotheses]. *Minerva Stomatol.* 2002;51(7-8):285-92.
16. Goncalves SE, de Araujo MA, Damiao AJ. Dentin bond strength: influence of laser irradiation, acid etching, and hypermineralization. *J Clin Laser Med Surg.* 1999;17(2):77-85.

17. Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent.* 1992;5(3):127-9.
18. Hiraishi N, Nishiyama N, Ikemura K, Yau JY, King NM, Tagami J, et al. Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin. *J Dent Res.* 2005;84(7):653-8.
19. Ingman T, Sorsa T, Lindy O, Koski H, Konttinen YT. Multiple forms of gelatinases/type IV collagenases in saliva and gingival crevicular fluid of periodontitis patients. *J Clin Periodontol.* 1994;21(1):26-31.
20. Ito S, Hoshino T, Iijima M, Tsukamoto N, Pashley DH, Saito T. Water sorption/solubility of self-etching dentin bonding agents. *Dent Mater.* 2010;26(7):617-26.
21. Joynt RB, Davis EL, Wieczkowski GJr, Yu XY. Dentin bonding agents and the smear layer. *Oper Dent.* 1991;16(5):186-91.
22. Karakaya S, Unlu N, Say EC, Ozer F, Soyman M, Tagami J. Bond strengths of three different dentin adhesive systems to sclerotic dentin. *Dent Mater J.* 2008;27(3):471-9.
23. Kwong SM, Tay FR, Yip HK, Kei LH, Pashley DH. An ultrastructural study of the application of dentine adhesives to acid-conditioned sclerotic dentine. *J Dent.* 2000;28(7):515-28.
24. Kwong, SM, Cheung GS, Kei LH, Itthagarun A, Smales RJ, Tay FR, et al. Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. *Dent Mater.* 2002;18(5):359-69.
25. Luo Y, Tay FR, Lo EC, Wei SH. Marginal adaptation of a new compomer under different conditioning methods. *J Dent.* 2000;28(7):495-500.



26. Marshall GW Jr, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent.* 1997; 25(6):441-58.
27. Mobarak EH, El-Badrawy WH. Microshear bond strength of self-etching adhesives to caries-affected dentin identified using the dye permeability test. *J Adhes Dent.* 2012;14(3):245-50.
28. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 1982;16(3):265-73.
29. Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent.* 1991;3(4):133-8.
30. Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of dental hard tissues. Georgia:Quintessence; 1998.
31. Nakamichi I. [Adhesion of various dental restorative materials to human and bovine teeth]. *Kokubyo Gakkai Zasshi.* 1982; 49(1):31-40.
32. Nakamichi I, Iwaku M, Fusayama T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J Dent Res.* 1983;62(10):1076-81.
33. Nurrohman H, Nikaido T, Takagaki T, Sadr A, Ichinose S, Tagami J. Apatite crystal protection against acid-attack beneath resin-dentin interface with four adhesives: TEM and crystallography evidence. *Dent Mater.* 2012;28(7):89-98.
34. Ozel, E, Say EC, Yurdaguen H, Soyman M. One-year clinical evaluation of a two-step self-etch adhesive with and without additional enamel etching technique in cervical lesions. *Aust Dent J.* 2010;55(2): 156-61.

35. Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent.* 1997;25(5):355-72.
36. Perdigao, J, Swift EJ Jr, Denehy GE, Wefel JS, Donly KJ. In vitro bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. *J Dent Res.* 1994;73(1):44-55.
37. Perdigão J, Ramos JC, Lambrechts P. In vitro interfacial relationship between human dentin and one-bottle dental adhesives. *Dent Mater.* 1997;13(4):218-27.
38. Perdigão J, Van Meerbeek B, Lopes MM, Ambrose WW. The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dent Mater.* 1999;15(4):282-95.
39. Perdigao J. New developments in dental adhesion. *Dent Clin North Am.* 2007;51(2):333-57.
40. Perdigao J, Dutra-Corrêa M, Saraceni CH, Ciaramicoli MT, Kiyari VH, Queiroz CS. Randomized clinical trial of four adhesion strategies: 18-month results. *Oper Dent.* 2012;37(1):3-11.
41. Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater.* 2005; 21(9):864-81.
42. Powers JM, O'Keefe KL, Pinzon LM. Factors affecting in vitro bond strength of bonding agents to human dentin. *Odontology.* 2003;91(1):1-6.
43. Proença JP, Polido M, Osorio E, Erhardt MC, Aguilera FS, García-Godoy F, et al. Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems. *Dent Mater.* 2007; 23(12):1542-8.

44. Shimaoka AM, de Andrade AP, Cardoso MV, de Carvalho RC. The importance of adhesive area delimitation in a microshear bond strength experimental design. *J Adhes Dent.* 2011;13(4):307-14.
45. Skupien JA, Susin AH, Angst PD, Anesi R, Machado P, Bortolotto T, et al. Micromorphological effects and the thickness of the hybrid layer - a comparison of current adhesive systems. *J Adhes Dent.* 2010;12(6):435-42.
46. Sorsa T, Ding YL, Ingman T, Salo T, Weaterlund U, Haapasalo M, et al. Cellular source, activation and inhibition of dental plaque collagenase. *J Clin Periodontol.* 1995;22(9):709-17.
47. Sulkala M, Larmas M, Sorsa T, Salo T, Tjäderhane L. The localization of matrix metalloproteinase-20 (MMP-20, enamelysin) in mature human teeth. *J Dent Res.* 2002;81(9):603-7.
48. Swift EJ, Perdigao J Jr, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence Int.* 1995;26(2):95-110.
49. Swift EJ Jr, Bayne SC. Shear bond strength of a new one-bottle dentin adhesive. *Am J Dent.* 1997;10(4):184-8.
50. Tay FR, Kwong SM, Itthagarun A, King NM, Yip HK, Moulding KM, et al. Bonding of a self-etching primer to non-cariou cervical sclerotic dentin: interfacial ultrastructure and microtensile bond strength evaluation. *J Adhes Dent.* 2000;2(1):9-28.
51. Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc.* 2003;69(11):726-31.

52. Tay FR, Pashley DH. Resin bonding to cervical sclerotic dentin: a review. *J Dent*. 2004;32(3):173–96.
53. Tjäderhane L, Larjava H, Sorsa T, Uitto VJ, Larmas M, Salo T. The activation and function of host matrix metalloproteinases in dentin matrix breakdown in caries lesions. *J Dent Res*. 1998;77(8):1622-9.
54. Tsai YL, Nakajima M, Wang CY, Foxton RM, Lin CP, Tagami J. Influence of etching ability of one-step self-etch adhesives on bonding to sound and non-carious cervical sclerotic dentin. *Dent Mater J*. 2011;30(6): 941–7
55. Tuncer D, Yazici AR, Özgünaltay G, Dayangac B. Clinical evaluation of different adhesives used in the restoration of non-carious cervical lesions:24-month results. *Aust Dent J*. 2013;58(1):94-100.
56. Uno S, Inoue H, Finger WJ, Inoue S, Sano H. Microtensile bond strength evaluation of three adhesive systems in cervical dentin cavities. *J Adhes Dent*. 2001;3(4):333-41.
57. van Dijken JW. Clinical evaluation of four dentin bonding agents in Class V abrasion lesions: a four-year follow-up. *Dent Mater*. 1994; 10(5):319-24.
58. van Dijken JW. A prospective 8-year evaluation of a mild two-step self-etching adhesive and a heavily filled two-step etch-and-rinse system in non-carious cervical lesions. *Dent Mater*. 2010;26(9):940-6.
59. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*. 2007;28(26):3757-85.

60. Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentine. *J Dent*. 1994;22(3):141-6.
61. van Meerbeek B, Peumans M, Verschueren M, Gladys S, Braem M, et al. Clinical status of ten dentin adhesive systems. *J Dent Res*. 1994;73(11):1690-702.
62. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater*. 2011; 27(1):17-28.
63. Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res*. 1997;76(6):1298-307.
64. Visse R, Nagase H. Matrix metalloproteinases and tissue inhibitors of metalloproteinases and tissue inhibitors of metalloproteinases: structure, function, and biochemistry. *Circ Res*. 2003;92(8):827-39.
65. Wang Y, Spencer P, Physiochemical interactions at the interfaces between self-etch adhesive systems and dentine. *J Dent*. 2004;32(7): 567-79.
66. Watanabe I, Nakabayashi N. Bonding durability of photocured phenyl-P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin. *Quintessence Int*. 1993;24(5):335-42.
67. Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res*. 1994;73(6):1212-20.
68. Yoshiyama M, Sano H, Ebisu S, Tagami J, Ciucchi B, Carvalho RM, et al. Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. *J Dent Res*. 1996;75(6):1404-13.

- 69.** Yousry MM, EINaga AA, Hafez RM, El-Badrawy W. Microshear Bond Strength and interfacial morphology of etch-and-rinse and self-etch adhesive systems to superficial and deep dentin. *Quintessence Int.* 2011;42(9):e96-e106.

Autorizo a reprodução deste trabalho  
(Direitos de publicação reservados ao autor)

Araraquara, 23 de setembro de 2013

CINTHIA SAWAMURA KUBO