

**MARIANE EMI SANABE**

**EFEITO DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO NA  
DEGRADAÇÃO DA UNIÃO RESINA-DENTINA  
DECÍDUA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara, para obtenção do título de Mestre em Ciências Odontológicas, Área de Concentração: Odontopediatria.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Josimeri Hebling

**Araraquara**

**2005**

Sanabe, Mariane Emi

Efeito do tempo de condicionamento na degradação da união resina-dentina decídua / Mariane Emi Sanabe. – Araraquara : [s.n.], 2005.

175 f. ; 30 cm.

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

Orientador : Profa. Dra. Josimeri Hebling

1. Dente decíduo 2. Ataque ácido dentário 3. Adesivos dentinários 4. Resistência de união I. Título.

**MARIANE EMI SANABE**

**Efeito do tempo de condicionamento na degradação  
da união resina-dentina decídua**

**COMISSÃO JULGADORA**

Dissertação para obtenção do Título de Mestre

Presidente e Orientador: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Josimeri Hebling

2<sup>o</sup> Examinador: Prof. Dr. Ricardo Marins de Carvalho

3<sup>o</sup> Examinador: Prof. Dr. Luís Geraldo Vaz

1<sup>o</sup> Suplente: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Regina Maria Puppim Rontani

2<sup>o</sup> Suplente: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ângela Cristina Cilense Zuanon

## **DADOS CURRICULARES**

### **MARIANE EMI SANABE**

**Nascimento** 19/10/1977, São Paulo, SP.

**Filiação** Sanae Sanabe

Yoshiyuki Sanabe

**1998 a 2001** Graduação em Odontologia pela Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr – UNESP

**2002** Estágio de Atualização em Odontopediatria na Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr - UNESP

**2003 a 2005** Curso de Pós Graduação em Ciências Odontológicas, Área de Concentração Odontopediatria, nível Mestrado na Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr – UNESP

#### **Associações**

- Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas – APCD
- Grupo Brasileiro de Materiais Dentários (GBMD)
- Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica (SBPqO)

# DEDICATÓRIA

---

---

Aos meus pais Yoshiyuki e Sanae pelo exemplo de vida, amor e carinho com que sempre me incentivaram;

As minhas irmãs Miriam, Márcia e Meire pela amizade e união que são minha fonte de segurança e o pelo apoio que sempre me deram para realização dos meus objetivos;

A minha avó (obatyan), Nae Hokama, o carinho com que sempre me acolheu, mesmo sem entender direito o que eu fazia tão longe... Minhas eternas saudades.

## **Agradecimentos Especiais**

---

---

A Deus por me proporcionar saúde e força pra seguir o meu  
caminho e sempre acreditar no dia de amanhã

A Tia Jô (Profa. Dra. Josimeri Hebling)  
Um exemplo a ser seguido não só profissionalmente, mas em  
todos os aspectos da vida. Um **muito obrigado** é pouco para  
agradecer todos os momentos de aprendizado e ensinamentos  
que passaste nesses anos de convívio.



## **Agradecimientos**

---

---

À Faculdade de Odontologia de Araraquara – Universidade Estadual Paulista, representados pela digníssima Diretora Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. **Rosemary Adriana Chiérice Marcantonio** e pelo Vice – Diretor Prof. **Dr. José Cláudio Martins Segalla**;

Ao Departamento de Clínica Infantil da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP representados pelo Chefe de Departamento Prof. Dr. Luiz Gandini Junior e Vice- Chefe Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ângela Cristina Cilense Zuanon;

Aos professores da Disciplina de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Araraquara - FOAr – UNESP, Ângela Cristina Cilense Zuanon, Cyneu Aguiar Pansani, Elisa Maria Aparecida Giro, Fabio César Braga de Abreu e Lima, Josimeri Hebling, Lourdes Aparecida Martins dos Santos-Pinto e Rita de Cássia Loiola Cordeiro;

À Coordenação da Pós – Graduação em Ciências Odontológicas da Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr – UNESP, representadas pelos Professores Doutores Rita de Cássia Loiola Cordeiro e Mauricio Tatsuei Sakima;

Ao Prof. Dr. Carlos Alberto de Souza Costa pela atenção, carinho e disponibilidade em nos auxiliar em várias etapas deste trabalho;

Aos professores da Disciplina de Materiais Dentários Dr. Carlos Cruz, Dr. Gelson Luís Adabo e Dr. Luís Geraldo Vaz, a disponibilidade dos aparelhos utilizados para realização deste trabalho e pela atenção que sempre nos foi concedida;

Ao Banco de Dentes Humanos Decíduos da FO-USP em nome do Prof. Dr. José Carlos Pettorossi Imparato e Alessandra Cristina da Silva Nassif pela legalização dos dentes utilizados neste trabalho;

A Kamila Rosamiglia Kantovitz pela obtenção dos dentes e pelo carinho e alegria que sempre nos contagiava;

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq, pela concessão da bolsa de estudos;

Aos funcionários José Antônio Sampaio Zuanon e Pedro Decario pela confecção das soluções necessárias para a realização das fotomicrografias;

Aos Professores Elliot Watanabe Kitajima da ESALQ – USP e Nelson José Heraldo Gallo da Universidade Federal de São Carlos pela disponibilidade durante a utilização do microscópio eletrônico de varredura;

Aos funcionários do Departamento de Clínica Infantil da Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr – UNESP, Totó, Edson (*in memorian*), Pedrinho, Dulce, Silvia, Soninha, Celinha, Thania, Regina, Cris e Odete, por nos auxiliarem sempre;

Aos funcionários da Secretaria de Pós – Graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr – UNESP, Mara, Rosângela, Vera, Sylvia e Alexandre pela atenção que sempre nos dispensaram em todos os momentos;

Aos funcionários da Biblioteca Maria Helena, Marley, Ceres, Odete, Silvia, Adriano, Eliane por estarem sempre dispostos a nos ajudar;

Aos amigos da Pós-Graduação em Odontopediatria: Érika, Fabíola, Fabio, Hermes, Jonas, Junia, Murilo, Pedro, Cris Duque, Cris Motisuki, Renata, Célia, Paula, Ticiane, Luciana, Andreza, Juliana e Juçaira pela convivência não só nas atividades científicas, mas em todos os momentos;

Aos estagiários Michele, Nancy, Andréia, Patrícia e Fabiano pela amizade que se estendeu além do estágio de emergência;

As minhas amigas que foram a minha família ao longo desses anos, Lívia, Giovanka, Érika, Roberta, Cassiana, Júlia, Fabíola, Ana Paula pelo intenso convívio e carinho em todos esses anos, ADORO VOCÊS;

Aos meus amigos, Milena, Bruno, Ana Flávia, Luciana, Michele, Erikinha, Ticiane e Junia pelo carinho de todos esses anos e o incentivo para não desistir dos sonhos;

Ao nosso querido amigo **Thiago de Mello Menezes**, esta pequena homenagem, pois com certeza você está torcendo por nós neste momento tão especial... Minhas sinceras saudades;

A todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para realização deste trabalho.

## SUMÁRIO

Lista de abreviaturas, siglas e símbolos.....	14
Lista de sistemas adesivos/fabricantes.....	16
1. Introdução.....	18
2. Revisão da literatura .....	24
3. Proposição .....	79
4. Material e método	
4.1. Seleção e distribuição dos dentes .....	80
4.2. Obtenção da superfície em dentina .....	82
4.3. Procedimentos adesivos .....	85
4.4. Preparo dos espécimes para microtração .....	88
4.5. Ensaio mecânico de microtração .....	92
4.6. Preparo dos espécimes para MEV .....	94
4.7. Tratamento estatístico dos dados .....	95
5. Resultado .....	98
5.1. Avaliação da resistência de união imediata.....	100
5.2. Degradação da interface de união obtida com o sistema adesivo Adper Single Bond.....	102
5.3. Degradação da interface de união obtida com o sistema adesivo Clearfil SE Bond.....	106
5.4. Análise das fraturas e da interface adesiva.....	109
5.5. Fotomicrografias.....	112
6. Discussão .....	127
7. Conclusão .....	150
8. Referências .....	151
9. Anexos	
A. Aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa .....	162
B. Doação do Banco de Dentes Humanos - USP .....	163
C. Dados Single Bond.....	164
D. Dados Clearfil SE Bond .....	167
10. Resumo .....	170
11. Abstract .....	173

## Lista 1. Abreviaturas, siglas e símbolos

4-MET	Ácido 4-metacriloxietil trimetílico
4-META/MMA-TBB	Ácido 4-metacriloxietil trimetílico anidro/ metilmetacrilato-tri-n-butil borano
$\alpha$	Nível de significância
BPMD	Bisfenol dimetacrilato
Bis-EMA	Bisfenol-etoxi metacrilato
Bis-GMA	Bisfenol -glicidil metacrilato
$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius
cm	Centímetro
$\text{cm}^2$	Centímetro quadrado
CV	Coefficiente de variação
DP	Desvio padrão
EDTA	Ácido etileno diamino tetra-acético
Fenil-P	Fenil hidrogênio fosfato
FE SEM	Field emission electron microscopy
$\text{g}/\text{cm}^3$	grama por centímetro cúbico
h	hora
HEMA	2-hidroxi etil metacrilato
kgF	Quilograma - força
kN	Kilo Newton
M	molaridade (moles/litro)
MPa	megapascal
MDP	Metacriloxidecil dihidrogenio fosfato
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
mm	milímetro
$\text{mm}^2$	Milímetro ao quadrado
mm/min	Milímetro por minuto
m/s	Metros por segundo
$\text{mW}/\text{cm}^2$	Miliwatts por centímetro quadrado
N	Número de espécimes ou Newton
NaOCl	Hipoclorito de sódio
pH	Potencial hidrogeniônico
%	Porcentagem



RU	Resistência de união
s	Segundo
T	Total de espécimes
TEGDMA	Trietilenoglicol dimetacrilato
UDMA	Uretano dimetacrilato
µm	Micrometro
µL	Micro litro
x	Vezes

## Lista 2. Sistemas adesivos convencionais/fabricantes

Nome Comercial	Fabricante
All Bond 2	Bisco
Excite	Ivoclar/Vivadent
Gluma Confort Bond	Heraeus Kulzer
GLuma One Bond	Heraeus Kulzer
One Step	Bisco
One Step Plus	Bisco
OptiBond FL	Kerr
OptiBond Solo Plus	Kerr
PermaQuick	Ultradent
PhotoBond	Kuraray
Prime&Bond NT	Caulk/Dentsply
Scotchbond Multi Purpose Plus	3M-ESPE
Single Bond	3M/ESPE
Solobond M	Voco
Syntac	Ivoclar/Vivadent

### Lista 3. Sistemas adesivos autocondicionantes/fabricantes

Nome Comercial	Fabricante
AdheSE	Ivoclar/Vivadent
Adper Prompt	3M/ESPE
AQ Bond	Sun Medical Co.
Clearfil SE Bond	Kuraray
Etch & Prime 3.0	Degussa
iBond	Heraeus Kulzer
Imperva Fluoro Bond	Shofu
NRC Prime&Bond NT	Caulk/Dentsply
One Up Bond F	Tokuyama
Reactmer Bond	Shofu
Tyrian/One Step Plus	Bisco
Unifil Bond	GC Corp
XENO III	Caulk/Dentsply

## 1. Introdução

A dinâmica da cavidade bucal, a qual inclui alterações de temperatura, forças mecânicas provenientes da mastigação, fenômenos bioquímicos e constante umidade, desafia a sobrevivência de restaurações, especialmente as adesivas (DE MUNCK et al.<sup>12</sup>, 2003). O envelhecimento *in vitro* (KITASAKO et al.<sup>28</sup>; OKUDA et al.<sup>37</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>22</sup>; DE MUNCK et al.<sup>12</sup>; NAKAJIMA et al.<sup>34</sup>; SHIRAI et al.<sup>54</sup>; YIU et al.<sup>73</sup>) e *in vivo* (HASHIMOTO et al.<sup>17</sup>; SANO et al.<sup>50</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>18</sup>; TAKAHASHI et al.<sup>60</sup>; KOSHIRO et al.<sup>29</sup>) dessas restaurações tem demonstrado a ocorrência de redução gradual da resistência de união ao substrato como resultado da degradação dos constituintes da interface adesiva ao longo do tempo.

Dentre esses constituintes, a zona de interdifusão formada pela dentina desmineralizada e monômeros resinosos nela infiltrados representa a principal estrutura responsável pela retenção micromecânica de materiais resinosos ao substrato dentinário. Esta zona foi descrita pela primeira vez por Nakabayashi et al.<sup>32</sup> em 1982 e denominada de camada híbrida.

O grau de infiltração da dentina desmineralizada por monômeros resinosos tem uma grande influência na integridade da união adesiva (SANO et al.<sup>47</sup>; UNO e FINGER<sup>65</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>16</sup>). Idealmente, toda a rede de fibrilas colágenas expostas pela remoção ácida do componente inorgânico da

dentina deveria, em extensão e profundidade, ser infiltrada por monômeros resinosos, caracterizando a hibridização completa da dentina desmineralizada. Entretanto, o grau de infiltração monomérica diminui gradualmente no sentido da superfície da dentina mineralizada subjacente, devido ao aumento da concentração de monômeros no topo da camada híbrida (VAN MEERBEEK et al.<sup>66</sup>; SANO et al.<sup>47</sup>; VAN MEERBEEK et al.<sup>68</sup>; TAY et al.<sup>62</sup>). Outros fatores considerados limitantes da infiltração de monômeros nos espaços interfibrilares são: o colapso das fibrilas de colágeno devido à secagem excessiva (PASHLEY et al.<sup>41</sup>), a remoção incompleta de solventes, o excesso de umidade e a composição química dos sistemas adesivos.

A discrepância entre a profundidade de desmineralização da dentina e a infiltração de monômeros resulta na presença de uma zona de dentina desmineralizada desprovida de reforço mecânico na base da camada híbrida (NAKABAYASHI et al.<sup>30</sup>; SPENCER e SWAFFORD<sup>55</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>16</sup>; SPENCER et al.<sup>57</sup>; WANG e SPENCER<sup>69</sup>). Esta zona tem sido considerada como a mais frágil da interface adesiva (HASHIMOTO et al.<sup>16</sup>) e um dos responsáveis pela redução da resistência de união de sistemas adesivos ao substrato dentinário (NAKABAYASHI et al.<sup>30</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>16</sup>).

O aumento da extensão de desmineralização pode elevar de forma significativa a probabilidade de ocorrência de áreas de hibridização incompleta (UNO e FINGER<sup>64</sup>; SANO et al.<sup>47</sup>;

TAY et al.<sup>62</sup>). Consequentemente, ambos os fatores, agressividade do ácido e tempo de condicionamento estão diretamente relacionados à imperfeita hibridização, uma vez que aumentam a profundidade de desmineralização da dentina (UNO e FINGER<sup>64</sup>). O condicionamento excessivo desse substrato também pode reduzir à resistência de união devido ao colapso das fibrilas de colágeno e/ou a precipitação de cristais de fosfato de cálcio, impedindo que a zona de dentina desmineralizada seja adequadamente infiltrada (PIOCH et al.<sup>43</sup>).

Enquanto em curto prazo, a existência da zona de dentina desmineralizada na base da camada híbrida reduz o estresse gerado na interface durante a contração de polimerização por apresentar um módulo de elasticidade menor do que o da camada híbrida (VAN MEERBEEK et al.<sup>65</sup>), em longo prazo propicia um caminho de infiltração na interface, descrito na literatura como nanoinfiltração (SANO et al.<sup>47,48</sup>), favorecendo a permeação de seus constituintes por líquidos diversos (HASHIMOTO et al.<sup>16</sup>).

A degradação de interfaces adesivas e de seus constituintes tem sido avaliada *in vitro*, utilizando frequentemente a armazenagem dos espécimes em água (OKUDA et al.<sup>37</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>21</sup>; DE MUNCK et al.<sup>12</sup>). A água é um agente plastificador, tanto do colágeno (PASHLEY E CARVALHO<sup>40</sup>) quanto de polímeros resinosos, sendo que sua

ação sobre esses está diretamente relacionada com sua hidrofília. (YIU et al.<sup>73</sup>).

A absorção de água na zona de dentina desmineralizada pode causar a degradação hidrolítica das fibrilas de colágeno desnudas presentes, resultando em redução da resistência de união ao longo do tempo (BURROW et al.<sup>6</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>17</sup>; DE MUNCK et al.<sup>12</sup>). Enzimas bacterianas e de origem do próprio hospedeiro, denominadas de metaloproteinases (MMPs), também são capazes de degradar o colágeno exposto (PASHLEY et al.<sup>42</sup>). Como consequência desta degradação, ocorre a redução do diâmetro das fibrilas e aumento da porosidade existente na camada híbrida (HASHIMOTO et al.<sup>19</sup>), o qual permite o maior influxo de líquidos. Paralelamente, ocorre a extração de cadeias poliméricas de baixo peso molecular e hidroliticamente instáveis (SPENCER et al.<sup>58</sup>), aumentando ainda mais a porosidade dessa zona híbrida. Todos esses eventos somados culminam com a falência funcional da interface adesiva em longo prazo.

Os mesmos protocolos adesivos, incluindo o condicionamento ácido do substrato, têm sido indicados para dentes decíduos e permanentes, desconsiderando as diferenças estruturais existentes entre esses órgãos. A área de dentina intertubular, por exemplo, é menor em dentes decíduos quando comparada a de dentes permanentes, uma vez que os primeiros apresentam uma maior densidade de túbulos dentinários (SUMIKAWA et al.<sup>59</sup>). A espessura da dentina peritubular nos

dentos decíduos pode ser 2 a 5 vezes maior do que a da dentina permanente (HIRAYAMA et al.<sup>24</sup>) e ainda, o conteúdo mineral da dentina de dentes decíduos é menor do que a de dentes permanentes (ANGKER et al.<sup>2</sup>). Todas essas diferenças estruturais têm implicação direta na adesão de materiais resinosos a este substrato.

Embora não exista um consenso na literatura quanto a comparação do desempenho adesivo de diferentes sistemas aplicados à dentina decídua e permanente, vários estudos têm demonstrado que os valores de resistência de união à primeira são inferiores (BORDIN-AYKROYD et al.<sup>4</sup>; SALAMA et al.<sup>46</sup>; EL-KALLA e GARCIA-GODOY<sup>14</sup>; BURROW et al.<sup>63</sup>).

As particularidades estruturais, especialmente o menor conteúdo mineral, conferem a dentina decídua uma maior reatividade às soluções acidificadas (NÖR et al.<sup>35,36</sup>; SHASHIKIRAN et al.<sup>53</sup>). Desta forma, quando o mesmo tempo de condicionamento recomendado para a dentina permanente foi utilizado para a dentina decídua, foram formadas camadas híbridas aproximadamente 25-30% mais espessas (NÖR et al.<sup>35</sup>). Espessuras similares às encontradas em dentes permanentes foram observadas apenas quando a dentina decídua foi condicionada por um tempo aproximadamente 50% inferior ao tempo utilizado para a dentina permanente (NÖR et al.<sup>36</sup>). A desmineralização mais profunda da dentina favorece a ocorrência de falhas na hibridização.



Desta forma, é plausível acreditar que, utilizando o mesmo tempo de condicionamento ácido atualmente recomendado para a dentina de dentes permanentes em dentes decíduos, devido às diferenças micromorfológicas e químicas existentes entre esses dois substratos, a hibridização adequada da dentina desmineralizada estaria comprometida, favorecendo a manutenção de uma zona de dentina desmineralizada na base da camada híbrida e a subsequente degradação da interface adesiva.

## 2. Revisão da literatura

Um dos trabalhos pioneiros sobre a interação de monômeros resinosos e os tecidos dentários foi realizado por Nakabayashi et al.<sup>32</sup> (1982). Neste estudo, foi avaliado *in vitro*, a efetividade do monômero 4-META na adesão de um cilindro de acrílico à dentina e esmalte humano e bovino, condicionados com a solução formada pela mistura de 10% de ácido nítrico e 3% de cloreto férrico. Foi constatado que os monômeros resinosos contendo radicais hidrofílicos e hidrofóbicos infiltraram entre as fibrilas de colágeno expostas, resultando, após sua polimerização, em uma camada mista ácido resistente de dentina desmineralizada permeada por resina, a qual foi denominada camada híbrida. Esse estudo demonstrou que a obtenção de uma ótima adesão não se dava exclusivamente pela formação de *tags* de resina no interior dos túbulos dentinários, mas principalmente pelo entrelaçamento micromecânico entre o agente resinoso e as fibras colágenas da dentina intertubular.

Nakabayashi et al.<sup>30</sup> (1992), analisaram a morfologia da interface de união obtida após a aplicação *in vivo* do adesivo 4-META/MMA-TBB à dentina hígida e cariada condicionada com a solução 10-3 (ácido cítrico 10% e cloreto férrico 3%). Os dentes foram extraídos imediatamente após os procedimentos restauradores e preparados para avaliação em

MET. Apesar do pequeno número de dentes utilizados nesse estudo, os autores observaram a presença de uma zona entre a camada híbrida e a dentina mineralizada, identificada como fibrilas de colágeno não completamente envolvidas pela resina. O aumento do tempo de condicionamento de 15 para 30 segundos, não resultou em maior desmineralização em profundidade, enquanto que a dentina cariada demonstrou ser mais facilmente dissolvida pelo ácido do que a dentina hígida. Os autores confirmaram a formação da camada híbrida em dentina vital e concluíram que a desmineralização superficial da dentina sem a remoção completa do conteúdo mineral poderia resultar em maior estabilidade da união resina-dentina. A manutenção de alguns cristais de hidroxiapatita ao redor das fibrilas de colágeno poderia criar camadas híbridas mais resistentes à hidrólise ao longo do tempo.

Pashley et al.<sup>41</sup> (1993) compararam a ultramorfolgia da dentina fraturada coberta com *smear layer*, antes e depois do condicionamento ácido, para identificar porosidades na dentina que permitem a infiltração do adesivo. No grupo I, a dentina foi fraturada, metade da porção condicionada e mantida úmida; Grupo II foram mantidas secas; Grupo III a metade da dentina com *smear layer* foi condicionada e mantida úmida e no Grupo IV, os espécimes foram mantidos secos. O condicionamento ácido foi feito com ácido fosfórico a 37%

(3M Dental) por 30 segundos e então fixados para análise em MEV. Foram observados túbulos abertos de 1µm de diâmetro circundado por uma matriz peritubular de 1µm de espessura, na metade da dentina não condicionadas dos espécimes dos grupos I e II. Após o condicionamento ácido da metade da dentina dos espécimes dos Grupos I e II, houve alargamento da abertura dos túbulos para 3 µm pela perda da dentina peritubular, a porosidade da dentina intertubular e da matriz da dentina desmineralizada foi aumentada e no grupo II houve um maior colapso ou condensação do colágeno em relação ao grupo I. O grupo III não houve presença de nenhum túbulo dentinário aparente sem o condicionamento ácido e após o condicionamento apresentaram de 2 a 3 µm, por causa da remoção da smear layer e a smear plug, obtendo de 5 a 7 µm de desmineralização em profundidade. No grupo IV, foram observadas zonas porosas e não porosas, a desmineralização estendeu de 5 a 10 µm de profundidade e as fibras colágenas colapsadas apresentaram intimamente ligadas a superfície dentinária. A partir dos dados encontrados no estudo, os autores concluem que os canais de infiltração da resina ocorrem pelos espaços interfibrilares criados em volta das fibras colágenas devido a remoção da apatita mineral pelo condicionamento ácido.

Para análise da microinfiltração marginal, Sano et al.<sup>47</sup> (1994), prepararam cavidades classe V em 10 dentes

bovinos, as quais foram condicionadas com ácido fosfórico a 37% por 40 segundos, seguido da aplicação do sistema adesivo PhotoBond e restauração com resina composta. Metade dos dentes foi utilizada para a análise em MEV da morfologia da união resina-dentina, enquanto que a outra metade foi utilizada para análise da microinfiltração após imersão em nitrato de prata. Não foi observada a formação de fendas entre a resina composta e adesivo ou entre o adesivo e a dentina. A presença de nitrato de prata infiltrado foi observada entre o adesivo e a dentina subjacente, mesmo na ausência de fendas. Essa zona foi identificada como sendo a zona correspondente à dentina desmineralizada não impregnada por monômeros resinosos. Presença de íons prata também foi observada no interior dos túbulos dentinários. Conseqüentemente, os autores concluíram que o nitrato de prata pôde permear através de espaços ou canais ao redor das fibrilas de colágeno, previamente ocupados por minerais. Outros fluidos também poderiam penetrar através dessa zona porosa causando hidrólise do colágeno e afetando a durabilidade da união adesiva.

Para avaliar a penetração de nitrato de prata na interface resina-substrato dentário, Sano et al.<sup>49</sup> (1995) prepararam cavidades classe V em terceiros molares extraídos, as quais foram restauradas com resina composta após a aplicação de diferentes sistemas adesivos, incluindo

sistemas convencionais e autocondicionantes. Os dentes foram mantidos em água a 37°C por 24 horas, e em seguida imersos em solução de nitrato de prata. Espécimes da região central de cada cavidade foram obtidos e avaliados em MEV. Penetração de nitrato de prata não foi detectada na margem oclusal localizada em esmalte, apenas na parede cervical localizada em cimento. Isso foi verdadeiro, independente da presença de fendas, para todos os sistemas investigados. Em geral, os íons prata alcançaram a interface através de espaços nanométricos presentes na camada híbrida ácido-resistente, sendo que o maior acúmulo desses íons foi observado na metade inferior dessa zona. Os autores sugeriram, como forma de distinção entre a infiltração convencional, a qual ocorre via fendas presentes na interface resina-substrato, que esse tipo de infiltração fosse denominada de nanoinfiltração.

A micromorfologia da interface de união formada entre os sistemas adesivos All Bond 2 e Scotchbond Multi-Purpose e a dentina de dentes decíduos e permanentes foi investigada por Nör et al.<sup>35</sup> (1996). Os sistemas adesivos foram aplicados à dentina condicionada por ácido fosfórico ou ácido maleico à 10%, durante 15 segundos (tempo convencionalmente recomendado) ou 7 segundos. Os resultados da análise das interfaces, realizadas em microscopia eletrônica de varredura (MEV), revelaram características

morfológicas semelhantes para ambos, dentes decíduos e permanentes, com excessão da espessura da camada híbrida, a qual foi estatisticamente maior para os dentes decíduos, independente do sistema adesivo aplicado. Nesses dentes, a espessura média da camada híbrida foi de 2,88 e 1,95  $\mu\text{m}$  para 15 e 7 segundos de condicionamento, respectivamente; enquanto que para dentes permanentes, os valores foram de 2,28  $\mu\text{m}$  após 15 segundos e de 1,56  $\mu\text{m}$  após 7 segundos. Diferenças na composição, micromorfologia e/ou reatividade química foram consideradas responsáveis pela ação mais intensa dos condicionadores sobre a dentina decídua, resultando em desmineralização mais profunda e conseqüente espessamento da camada híbrida.

Van Meerbeek et al.<sup>67</sup> (1996), caracterizaram morfologicamente em MET a interface resina-dentina obtida com a aplicação dos sistemas adesivos Optibond e Scotchbond Multi-Purpose. Os sistemas foram aplicados sobre a superfície de dentina condicionada com ácido fosfórico a 37% ou ácido maleico a 10%. Para o sistema Scotchbond Multi-Purpose, um primer experimental contendo 50% HEMA em água foi adicionalmente investigado. Espécimes retangulares foram obtidos por cortes perpendiculares à interface adesiva, sendo que metade deles foi futuramente desmineralizada para análise em MET. Para o sistema Optibond, camadas híbridas mais regulares em espessura e morfologia foram observadas,

enquanto que para o sistema Scotchbond MP, esses mesmos parâmetros foram mais variados. Ainda para esse sistema, foi comum a identificação de uma fase amorfa depositada na superfície da camada híbrida, a qual continha maiores concentrações de cálcio e oxigênio do que as estruturas adjacentes. Essa fase não foi observada quando o primer experimental contendo 35% HEMA em água foi utilizado em substituição ao primer do sistema. Redução gradual da densidade de elétrons foi observada no sentido da base da camada híbrida. A utilização do ácido maleico a 10% e fosfórico a 37% resultou na redução e no aumento da espessura da camada híbrida, respectivamente. Em conclusão, embora camadas híbridas tenham sido observadas com ambos os sistemas investigados, diferenças ultra-estruturais foram identificadas, provavelmente resultantes da formulação química específica de cada produto.

O estudo desenvolvido por Uno e Finger<sup>64</sup> (1996) teve como um dos objetivos investigar a influência de diferentes períodos de condicionamento ácido, na profundidade de desmineralização da dentina. Ácido fosfórico à 20% foi aplicado sobre espécimes de dentina hígida por 15, 30, 60 ou 120 segundos, seguido da aplicação do sistema adesivo Gluma. Como resultado, os autores observaram uma alta correlação positiva entre o tempo de condicionamento e a profundidade de desmineralização da dentina. Da mesma forma, o aumento da



espessura da camada híbrida também foi positivamente correlacionado com o aumento do tempo de contato do agente condicionador com o substrato.

Nör et al.<sup>36</sup> (1997) compararam a micromorfologia da dentina, obtida de dentes molares decíduos e permanentes, após aplicação de ácido fosfórico ou maleico à 10%, por 7, 15 ou 30 segundos. Pela análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi observado que os agentes condicionadores foram capazes de remover mais efetivamente a *smear layer* da superfície de dentes decíduos do que de dentes permanentes, sendo que o tempo de aplicação dos mesmos determinou a quantidade removida, assim como a dissolução da dentina peritubular. Características micromorfológicas semelhantes entre decíduos e permanentes foram observadas apenas quando os primeiros foram condicionados por metade do tempo utilizado em dentes permanentes.

Um dos objetivos do trabalho de Nakabayashi et al.<sup>31</sup> (1998) foi avaliar a influência do tempo de condicionamento ácido da dentina na produção de interfaces adesivas. Para tanto, superfícies de dentina obtidas de molares permanentes humanos foram condicionadas com a solução aquosa 10-3 (ácido cítrico 10% e cloreto férrico 3%) por 10, 30 ou 60 segundos, seguido da aplicação da resina adesiva 4-META/MMA-TBB. Redução significativa de resistência de união foi observada

quando o tempo de condicionamento ácido foi prolongado de 15 para 30 ou 60 segundos, sem diferença entre os últimos. Fraturas coesivas na zona de dentina desmineralizada presente na base da camada híbrida foi observada apenas para os períodos mais longos de condicionamento (30 e 60 s). Os autores concluíram que a utilização de espécimes com pequena área de secção transversal, o que também era objetivo de seu estudo, permitiu a observação inequívoca de infiltração imperfeita da dentina desmineralizada, a qual foi mais evidente para o maior período de aplicação do agente condicionador.

Para avaliar a influência de diferentes tempos de condicionamento na formação da camada híbrida e na resistência de união, Pioch et al.<sup>43</sup> (1998) aplicaram cinco diferentes sistemas adesivos e suas respectivas resinas compostas (Gluma CSP e Pekafill, Syntac e Tetric, Scotchbond Multi Purpose e Z100, Scotchbond 1 (Single Bond) e Z100, Prime & Bond e Prisma TPH), sobre a dentina permanente condicionada com ácido fosfórico pelos períodos de 15, 30, 60 ou 120 segundos. A aplicação dos sistemas adesivos sobre a dentina sem prévio condicionamento também foi realizada. Para a mensuração da espessura da camada híbrida, os dentes foram seccionados em 2 metades, preparadas para avaliação em microscopia eletrônica de laser confocal. Dez pontos da união resina-dentina foram selecionados para análise. Para a

avaliação da resistência de união por meio do teste mecânico de microtração, foram utilizados 90 dentes adicionais, os quais receberam os mesmos tratamentos descritos acima, com exceção da adição do tempo de condicionamento de 180 segundos. Os autores observaram uma correlação positiva entre o aumento do tempo de condicionamento ácido e da espessura da camada híbrida. Entretanto, os maiores valores de resistência de união foram obtidos para o período de condicionamento de 15 segundos, enquanto que os menores para os períodos de 120 e 180 segundos. Esses últimos valores foram comparáveis aos observados na ausência de condicionamento. Como conclusão geral, os autores consideraram que a avaliação exclusiva da espessura da camada híbrida não é parâmetro para determinar a qualidade da união entre sistemas adesivos e o substrato dentinário.

A morfologia e espessura da união resina-dentina e a resistência de união de sistemas adesivos classificados como convencionais de frasco único, de vários passos, e autocondicionantes, foram investigadas por Prati et al.<sup>45</sup> (1998). Dentes humanos extraídos foram utilizados para ambas análises, sendo que as características da união foram observadas em MEV. Os resultados mostraram que os sistemas adesivos OptiBond, Prime & Bond 2.0 e 2.1 e o Scotchbond Multi Purpose Plus produziram camadas híbridas variando de 1,0 a 4,5  $\mu\text{m}$  de espessura na dentina profunda e muito mais

delgada na dentina superficial. O sistema Single Bond formou uma camada híbrida homogênea e mais fina na dentina superficial que na profunda enquanto que o Syntac Single Component produziu uma camada mais granulosa sendo de difícil detecção. Os sistemas adesivos autocondicionantes, Clearfil Liner Bond 2V e o Clearfil Experimental produziram camadas híbridas de 0,5 a 1  $\mu\text{m}$  na dentina superficial e 2,0  $\mu\text{m}$  na dentina profunda. Quanto a análise de resistência de união, os maiores valores foram obtidos para o sistema Clearfil Experimental, enquanto que o menores foram obtidos para os sistemas Prime & Bond 2.0 e Syntac. Pôde ser concluído que os sistemas autocondicionantes, apesar de formarem camadas híbridas com pequena espessura, resultam em altos valores imediatos de resistência de união. Baseados nessas observações, os autores concluíram que essa propriedade mecânica não apresenta correlação com a morfologia e espessura da camada híbrida.

Tay et al.<sup>62</sup> (1998) analisaram em MET a micromorfologia da união resina-dentina formada *in vitro* com a aplicação de um sistema adesivo contendo água em sua composição. Scotchbond Multi Purpose foi aplicado em dentina humana após seu condicionamento com ácido maleico a 10% por 15 segundos. O grau de umidade superficial da dentina após a lavagem do ácido foi intencionalmente controlado, incluindo desde a desidratação com ar por 30 segundos, até a presença

de excesso de umidade. Em todos os grupos a difusão do copolímero do ácido polialcenóico presente na composição do primer foi limitada à superfície da camada híbrida. No grupo onde a dentina foi desidratada, foi observado o colapso das fibrilas de colágeno na base da camada híbrida, sendo que apenas o primeiro micrometro da dentina desmineralizada foi infiltrada. Nos grupos intermediários, ou seja, apenas 3 segundos de secagem ou dentina visivelmente úmida, aspectos morfológicos similares foram observados, enquanto que no grupo onde excesso de umidade foi mantido sobre a dentina, diluição dos componentes do primer foi identificada. Baseados em seus resultados, os autores concluíram que a utilização de um primer a base de água após breve secagem da dentina condicionada reexpande as fibrilas de colágeno colapsadas facilitando a sua permeação por monômeros resinosos. Entretanto cuidados devem ser tomados para minimizar a diluição de seus componentes.

Sano et al.<sup>50</sup> (1999) avaliaram a durabilidade, *in vivo*, da união resina-dentina. Cavidades de classe V foram confeccionadas em 12 dentes de um macaco (*Macaca fuscata*) e restauradas em resina composta aderida ao substrato com o sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2. As restaurações foram realizadas 1 ano, 6 meses e 1 dia antes do sacrifício do animal. Espécimes em forma de ampulheta foram obtidos e submetidos ao teste mecânico de microtração. Todos os

espécimes fraturados foram analisados em MEV para classificação das fraturas. Os valores de resistência de união em MPa, foram de  $19,0 \pm 6,4$ ,  $18,2 \pm 3,9$  e  $19,9 \pm 9,1$  para 1 dia, 6 meses e 1 ano respectivamente, os quais foram estatisticamente iguais. Entretanto, aumento da porosidade ao longo da camada híbrida foi observado em função do envelhecimento das restaurações. As fraturas foram predominantemente adesivas ou mistas, ocorrendo principalmente no topo da camada híbrida ou no adesivo.

Um novo método, não destrutivo, para a avaliação morfológica da união resina-dentina foi proposto por Spencer e Swafford<sup>55</sup> em 1999. Superfícies planas de dentina foram criadas em molares permanentes humanos extraídos, sobre as quais foi aplicado um dos seguintes sistemas adesivos: Scotchbond Multi-Purpose, após condicionamento com ácido maleico a 10%, Scotchbond Multi-Purpose Plus ou Single Bond, ambos após aplicação de ácido fosfórico a 35% por 15 segundos. Espécimes foram obtidos por meio de cortes perpendiculares a interface adesiva, dos quais secções de 3  $\mu\text{m}$  de espessura foram produzidas em micrótomo equipado com lâmina de carbeto de tungstênio (micrótomo para tecidos duros). Os cortes foram corados com Tricômico de Goldner, o qual é capaz de evidenciar fibrilas de colágeno desprovidas de mineral na cor vermelho, a parte mineral na cor verde e o primer ou adesivo na cor laranja. Dessa forma, presença de

colágeno exposto na base da camada híbrida foi observada para todos os sistemas adesivos. Para o sistema Scotchbond Multi-Purpose a espessura da zona de dentina desmineralizada foi de 0,7  $\mu\text{m}$ , enquanto que para os demais sistemas, Scotchbond Multi-Purpose Plus e Single Bond a espessura dessa zona foi de 2  $\mu\text{m}$ . O método proposto foi eficaz em demonstrar a presença de dentina desmineralizada residual na base da camada híbrida, a qual representa uma área vulnerável à degradação.

A influência da espessura de resina adesiva na tensão de contração de polimerização da resina composta foi investigada quantitativamente por Choi et al.<sup>11</sup> (2000). O sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose foi aplicado sobre superfícies de dentina bovina condicionadas por 15 segundos em espessuras variando de 20 a 300  $\mu\text{m}$ , o que foi resultado de 1 a 4 aplicações da resina adesiva, respectivamente. Embora a tensão gerada pela contração de polimerização da resina composta tenha contribuído significativamente para a infiltração marginal inicialmente observada, ambos, tensão de contração de polimerização e microinfiltração marginal foram efetivamente reduzidos com o aumento da espessura da camada de resina adesiva. Os autores creditam esses resultados ao fato de que a camada menos rígida de resina adesiva acomoda as tensões geradas durante a contração de

polimerização da resina composta, evitando que essas, acumulem na interface resina-dentina.

Para avaliar a relação entre a espessura da camada híbrida e a resistência de união, Hashimoto et al.<sup>16</sup>(2000) aplicaram o sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose sobre superfícies planas de dentina obtidas de dentes pré-molares humanos. O substrato foi condicionado com ácido fosfórico à 35% por 15, 60, 120 ou 180. Espécimes seccionados na forma de ampulheta com área adesiva de 1,0 mm<sup>2</sup> foram obtidos e submetidos ao ensaio mecânico de microtração. Após as fraturas dos espécimes foram feitas as observações em MEV, bem como a análise da interface. A resistência de união foi menor quanto maior o tempo de condicionamento ácido. Entretanto, não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos 15 e 60 ou 120 e 180 segundos, apesar de diferenças evidentes terem sido detectadas quanto à espessura da camada híbrida. Segundo os autores, o aumento do tempo de condicionamento ácido resulta em aumento da espessura da camada híbrida, favorecendo a manutenção de zonas de dentina desmineralizada sem a incorporação de monômeros resinosos, o que por sua vez, resulta na redução da resistência de união.

Hashimoto et al.<sup>17</sup> (2000) realizaram um estudo para avaliar as mudanças morfológicas da adesão dentinária após 1



a 3 anos de permanência das restaurações na cavidade bucal de crianças. Foram utilizados primeiros molares decíduos cariados com envolvimento dentinário e realizados preparos cavitários classe II, onde foi utilizado o ácido maleico a 10% como agente condicionador, o sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose e a resina Z100 para a confecção das restaurações. Após 1 a 3 anos os dentes foram extraídos e aqueles que estavam sem cáries e manchamento marginal foram selecionados para observação em microscopia eletrônica de varredura. Foram obtidas 1 a 2 secções por dente na forma de ampulheta com  $1,0 \text{ mm}^2$  de área adesiva, submetidas ao teste de microtração. Para o grupo controle foram realizadas cavidades classe II em 13 molares decíduos hígidos extraídos, como descrito anteriormente, os quais foram mantidos 24 horas em água destilada. Os valores de resistência de união foram significativamente diferentes entre os grupos,  $28,3 \pm 11,3 \text{ MPa}$  (24h),  $15,2 \pm 4,4 \text{ MPa}$  (1 a 2 anos) e  $9,1 \pm 5,1 \text{ MPa}$  (2 a 3 anos). Foram observadas em MEV fibras de colágeno expostas e degradação do componente resinoso. Áreas de depleção do colágeno indicaram que essa estrutura foi susceptível à degradação hidrolítica, sendo responsável pela redução dos valores de resistência de união com o envelhecimento das interfaces. Os autores postulam que a eliminação da zona de dentina desmineralizada é essencial para a melhoria da longevidade de restaurações em resina composta.

Carvalho et al.<sup>8</sup> (2000) analisaram a influência da armazenagem em água por 48 meses sobre algumas propriedades mecânicas da matriz dentinária, obtida pela desmineralização da dentina hígida em EDTA. Espécimes de dentina desmineralizada foram avaliados quanto a resistência máxima à tração e módulo de elasticidade após 24 horas de armazenagem em água (grupo controle) ou 18 e 48 meses (grupos experimentais). Os resultados demonstraram que após 48 meses de armazenagem em água, a matriz dentinária manteve as propriedades mecânicas inicialmente observadas no grupo controle. A avaliação dos espécimes em MET revelou a presença de fibrilas de colágeno sem sinais de degradação ou desnaturação.

Tay e Pashley<sup>61</sup> (2001) propuseram avaliar a capacidade de diferentes sistemas autocondicionantes de penetrar em *smear layers* de variadas espessuras e desmineralizar a dentina subjacente. Superfícies planas de dentina humana foram desgastadas com lixas de carbeto de silício de granulação 600 ou 60 para a produção de *smear layers* finas e espessas, respectivamente. Sobre essas superfícies cobertas pela *smear layer*, foram aplicados os sistemas autocondicionantes Clearfil Mega Bond (Clearfil SE Bond), NRC/Prime&Bond NT ou Prompt L-Pop, como recomendado pelos respectivos fabricantes. A análise das interfaces produzidas, em MEV, demonstrou que para o sistema Clearfil

Mega Bond a espessura de camada híbrida autêntica produzida mediu em torno de 0,4 a 0,5µm, sendo que tanto a *smear layer* como a *smear plug* foram hibridizadas. Para o sistema NRC/Prime&Bond NT a camada híbrida variou de 1,2 a 2,2 µm, com a dissolução completa da *smear layer* e *smear plug* quando a superfície foi lixada com a lixa de granulação 600. Entretanto, quando desgastadas com lixa 60, foi observada a incorporação dessas partículas na área hibridizada. O sistema Prompt L-Pop produziu as camadas híbridas mais espessas, variando de 2,5 a 5µm, e resultou na dissolução completa da *smear layer* e *smear plug*, independente da espessura da *smear layer* criada. Portanto, os autores classificaram os sistemas adesivos autocondicionantes como suave, moderado e agressivo, em função da sua capacidade de solubilizar a *smear layer* e desmineralizar a dentina subjacente.

Inoue et al.<sup>25</sup> (2001) avaliaram a resistência de união (micro TBS) de 11 sistemas adesivos à dentina, os quais foram 3 sistemas autocondicionantes de 1 passo, 4 sistemas autocondicionantes de 2 passos, 3 sistema convencional de 2 passos e 1 convencional de 3 passos. Utilizados segundo a recomendação de cada um dos fabricantes, o sistema autocondicionante de 1 passo Prompt L-Pop 2 obteve 30 MPa de resistência de união e o OptiBond FL (convencional), valores superiores de 63,1 MPa entre os grupos, sendo

estatisticamente significantes. Embora nenhuma diferença fora encontrada, os sistemas adesivos de 1 passo tendem a ter melhores valores de resistência de união do que em relação ao de 2 passos convencional. Falhas nos espécimes antes da realização do teste, ocorreram com o Prompt L-Pop e NRC/Prime&Bond NT. Quaisquer adesivos com procedimentos simplificados tendem a ser melhores em relação a resistência de união que os sistemas convencionais de 3 passos.

Eliades et al.<sup>13</sup> (2001) desenvolveram um estudo com o objetivo de investigar a ocorrência de separação de monômeros presentes no mesmo sistema adesivo em função de sua afinidade pela água. Para tanto, utilizaram quatro sistemas convencionais simplificados, One-Step, Prime&Bond 2.1, Scotchbond 1 (Single Bond) e Syntac-Sprint. Antes da aplicação dos sistemas adesivos, as superfícies de dentina foram condicionadas com ácido fosfórico por 15 segundos e analisadas por espectroscopia (micro-MIR FTIR) depois da lavagem do ácido e suave secagem da superfície. Após essa análise inicial, os mesmos espécimes foram lavados novamente por 60 segundos e apenas então receberam a aplicação de 10 µL de um dos sistemas adesivos investigados, para a segunda análise com o mesmo método. Os espectros obtidos a partir das duas análises, da dentina desmineralizada e após a aplicação do sistema adesivo, foram comparados e superpostos. Como resultado, em todos os sistemas adesivos

foi observada a separação dos componentes monoméricos, sendo que os de alto peso molecular, tanto hidrofóbicos (BisGMA, BisDMA) como hidrofílicos (BPDMA) predominaram na região superficial da camada híbrida (2µm). A distribuição heterogênea dos monômeros ao longo da dentina desmineralizada resultante da aplicação de sistemas adesivos convencionais simplificados pode afetar a estabilidade mecânica e química da união resina-dentina formada.

Para avaliar a morfologia da interface adesiva após vários anos de funcionamento na cavidade bucal, Hashimoto et al.<sup>18</sup> (2001) realizaram preparos cavitários classe II em molares decíduos humanos, após remoção do tecido cariado. Ácido maléico a 10% foi aplicado por 15 segundos na dentina e esmalte, seguido da aplicação do sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose e restauração com resina composta. Para o grupo controle, foram utilizados pré-molares hígidos com indicação ortodôntica e as restaurações foram realizadas da mesma forma. Os molares decíduos foram extraídos quando os sucessores permanentes estavam prestes à irromper na cavidade bucal. Os dentes foram seccionados perpendicularmente a interface adesiva e os espécimes analisados em MEV. Nos espécimes de 1 dia (controle) foram observadas camadas híbridas bem formadas, ausência de fendas e espessuras de aproximadamente 3 a 4 µm, além da presença de muitos prolongamentos de resina. Entretanto, com o

envelhecimento, as camadas híbridas se tornaram porosas e em alguns espécimes, completamente ausentes. Os defeitos detectados ao longo da camada híbrida, segundo os autores, foram o resultado da deterioração das fibrilas de colágeno, da camada de adesivo e da camada híbrida, confirmando a hipótese de que os componentes da interface resina-dentina degradam ao longo do tempo na cavidade bucal.

A degradação da união resina-dentina foi avaliada por Hashimoto et al.<sup>19</sup> (2002) após 12 meses de armazenagem em água. As uniões foram criadas com a aplicação do sistema adesivo One-Step à dentina condicionada com ácido fosfórico 32% por 15 segundos, seguido da restauração com resina composta. Espécimes preparados na forma de pilares de secção quadrangular (0,9 mm<sup>2</sup>) foram testados imediatamente após 24 horas (Grupo A) ou 12 meses de armazenagem em água (Grupo C). Alguns dentes restaurados, entretanto, foram armazenados por 12 meses, sendo que os espécimes foram obtidos apenas após esse período (Grupo B). Diferenças estatisticamente significantes em relação à resistência de união foram observadas entre os grupos, com redução significativa para os espécimes preparados antes da armazenagem em água. Esse resultado demonstrou que a armazenagem de espécimes com pequena área de secção transversal acelera o envelhecimento da união resina-dentina. A análise em MEV revelou que material resinoso foi

gradualmente extraído da interface, da periferia em direção a porção central do espécime, o que provavelmente foi o fenômeno responsável pela diminuição da resistência de união após o período de armazenagem.

No estudo desenvolvido por Burrow et al.<sup>5</sup> (2002), dois sistemas adesivos, Prime & Bond NT/NRC (Dentisply) e Single Bond (3M ESPE) foram aplicados à dentina de dentes permanentes e decíduos, e comparados quanto a resistência de união alcançada. Essa propriedade mecânica foi avaliada por meio do teste mecânico de microtração, utilizando espécimes na forma de ampulheta com secção transversal circular de aproximadamente 1,2 mm de diâmetro. Embora tenha havido uma tendência para menores valores quando dentes decíduos foram utilizados, a resistência de união a esses dentes e aos permanentes foi estatisticamente semelhante, para ambos os sistemas. Quando comparados entre si, Single Bond e Prime & Bond NT/NRC apresentaram valores de resistência de união comparáveis estatisticamente. Ainda nesse estudo, foram observadas em MEV (FE-SEM) camadas híbridas mais espessas para dentes decíduos quando o sistema Prime & Bond NT/NRC foi utilizado. Por outro lado, para o sistema Single Bond, camadas mais espessas foram vistas nos dentes permanentes. A espessura média da camada híbrida formada com Prime & Bond NT/NRC foi de 1,5  $\mu\text{m}$  para dentes permanentes e 2,0  $\mu\text{m}$  para decíduos, enquanto que com Single Bond os valores foram de

2,0  $\mu\text{m}$  e 1,0  $\mu\text{m}$  para permanentes e decíduos, respectivamente. A qualidade da camada híbrida formada com esse sistema foi considerada satisfatória para dentes decíduos, sem a presença de porosidades em sua base, as quais foram observadas nas interfaces formadas nos dentes permanentes. Para o sistema Prime & Bond NT/NRC, independente do tipo de dente, as camadas híbridas foram consideradas deficientes, apresentando uma zona porosa ao longo da interface.

Hashimoto et al.<sup>20</sup> (2002) desenvolveram em estudo com o objetivo de determinar a zona mais susceptível à fratura da união resina-dentina. Utilizaram pré-molares humanos para obter superfícies de dentina, as quais foram condicionadas com ácido fosfórico por 15, 60, 120 ou 180 segundos antes da aplicação dos sistemas adesivos One-Step ou OptiBond Solo, ambos convencionais simplificados. Espécimes com área transversal de secção de 0,9 mm<sup>2</sup> foram confeccionados para a análise da resistência de união, sendo que após o teste, as metades fraturadas foram observadas em MEV. O condicionamento da dentina por 15 segundos resultou nos maiores valores de resistência de união para ambos os sistemas. De forma geral, o aumento do tempo de condicionamento influenciou negativamente o desempenho adesivo, principalmente do sistema One-Step, o qual contém acetona como solvente. Para o período de 15 segundos, maior



número de falhas ocorreu na resina composta ou na resina adesiva, enquanto falhas na camada híbrida foram predominantes para os demais períodos. Os autores concluíram que a presença da dentina desmineralizada teve um pequeno efeito desfavorável na resistência de união.

Dois objetivos foram definidos no estudo de Nakajima et al.<sup>33</sup> (2002). O primeiro foi investigar as alterações dimensionais e o segundo a resistência máxima à tração da matriz de dentina desmineralizada, após a aplicação de sistemas adesivos convencionais simplificados. Para investigar o primeiro objetivo, discos de dentina foram completamente desmineralizados em EDTA 0,5 M. Esses discos foram colocados no fundo de compartimentos de alumínio e sua altura mensurada antes, durante e após a infiltração dos sistemas adesivos One-Step, Single Bond ou Prime&Bond NT. Para investigar o segundo objetivo, os mesmos discos de dentina utilizados anteriormente foram submetidos ao ensaio mecânico de microtração após serem modelados, por meio de desgaste, na forma de ampulheta. Após a fratura, os espécimes foram observados em MEV. Redução da altura da matriz de dentina desmineralizada foi observada para todos os sistemas investigados, variando entre 26 a 33%. Entretanto, o maior grau de contração foi resultante da aplicação do sistema Single Bond. Quanto à resistência máxima à tração, os menores valores foram observados para o

sistema Prime&Bond NT. Em conclusão, os resultados do estudo demonstraram que ambos, grau de contração e a resistência máxima à tração da dentina desmineralizada dependem da formulação dos sistemas adesivos, principalmente seus solventes.

A degradação hidrolítica dos sistemas adesivos autocondicionantes foi estudada por Okuda et al.<sup>37</sup> (2002), através dos testes de nanoinfiltração e microtração. Os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2V e Fluoro Bond foram utilizados em dentina de terceiros molares extraídos e restaurados com resina composta Clearfil AP-X. Os espécimes foram armazenados por 1 dia, 3, 6 e 9 meses em água. Parte dos espécimes foi utilizada para a avaliação da nanoinfiltração, submetidos em seguida, juntamente com os demais espécimes, ao ensaio mecânico de microtração. Os valores de resistência de união foram significativamente reduzidos com o envelhecimento das interfaces, enquanto que a infiltração de íons prata aumentou. Os autores observaram uma correlação negativa altamente significativa entre nanoinfiltração e resistência de união para os períodos de armazenagem investigados, atribuída à degradação da união resina-dentina.

A espessura da camada híbrida formada entre o sistema adesivo Scotchbond Multipurpose Plus e a dentina de dentes

decíduos e permanentes, condicionada por 5, 10 ou 15 segundos com ácido fosfórico à 10%, foi investigada por Shashikiran et al.<sup>53</sup> (2002). As imagens em microscopia eletrônica de varredura (MEV) evidenciaram ausência de camada híbrida para ambos os substratos, quando o tempo de condicionamento foi de 5 segundos. Após 10 segundos de condicionamento, camadas híbridas mais espessas ( $0,012 \pm 0,002$  mm) foram observadas em dentes decíduos, comparadas as obtidas em dentes permanentes ( $0,008 \pm 0,002$  mm). O mesmo foi observado após 15 segundos de condicionamento do substrato, entretanto os valores de espessura foram  $0,018 \pm 0,005$  mm e  $0,011 \pm 0,001$  mm para dentes decíduos e permanentes, respectivamente. A espessura da camada híbrida aumentou de forma significativa com o aumento do tempo de condicionamento da dentina de 10 para 15 segundos, sendo que em dentes decíduos, a espessura média da camada híbrida para ambos os períodos mencionados foi notoriamente maior do que em dentes permanentes.

Spencer e Wang<sup>56</sup> (2002), investigaram a separação de fases da mistura do BisGMA/HEMA e de um adesivo comercial a base de HEMA, na presença de diferentes concentrações de água, utilizando a microanálise molecular. Também foi objetivo desse estudo avaliar o efeito do fenômeno de separação de fases na qualidade da camada híbrida. Misturas

contendo BisGMA, HEMA e água em diferentes concentrações foram preparadas. Da mesma forma, o sistema adesivo Single Bond foi misturado a 5, 10, 15, 25, 30 e 40% em volume de água destilada. As misturas foram avaliadas em espectroscopia Raman. Em adição, superfícies de dentina foram obtidas de dentes permanentes, sobre as quais o sistema Single Bond foi aplicado. Os dentes foram seccionados paralela e perpendicularmente à interface adesiva, e os espécimes analisados em MEV e espectroscopia Raman. A mistura 70/30% de BisGMA/HEMA com 45% de etanol (semelhante à do sistema Single Bond) sofreu separação de fases visível macroscopicamente, quando 28% em de água foi utilizado. Na ausência de solvente, o fenômeno ocorreu com apenas 5% de água. Separação de fases foi observada para o adesivo Single Bond, na presença de 25 e 30% em volume, de água.

Ainda no estudo de Spencer e Wang<sup>56</sup> (2002), quando o sistema adesivo Single Bond, o qual contém 60-70% BisGMA e 30-40% HEMA, foi aplicado sobre a superfície de dentina utilizando a técnica úmida de adesão como recomendado pelo fabricante, camadas híbridas de aproximadamente 6 µm foram formadas. Entretanto, essas estruturas apresentaram-se irregulares, com aparência granulosa e porosa. Presença de uma zona de dentina desmineralizada abaixo da camada híbrida também foi observada. A penetração de BisGMA ao longo da camada híbrida decresceu gradualmente de tal forma que a

proporção BisGMA/colágeno foi reduzida em 50% no primeiro micrometro. Desta forma foi concluído que como conseqüência da separação de fases, a camada híbrida não representa uma rede tridimensional impenetrável de colágeno e polímero, mas sim um rede porosa caracterizada por partículas hidrofóbicas de BisGMA distribuídas em uma matriz hidrofílica de HEMA.

A durabilidade e a morfologia da união resina-dentina produzidas com dois sistemas adesivos, um autocondicionante e um modificado por cimento de ionômero de vidro, foram investigadas por Takahashi et al.<sup>60</sup> (2002). Seis cavidades classe V foram preparadas *in vivo* em dentes de um macaco (*Macaca fascicularis*) e restauradas com o conjunto Unifil Bond/Unifil ou Fuji Bond LC/Clearfil AP-X. Após 12 meses do procedimento restaurador, e 24 horas antes do sacrifício do animal, 10 novas restaurações, com os mesmos materiais, foram realizadas. Seis dentes extras foram extraídos do animal e restaurados *in vitro*. De todos os dentes foram obtidos espécimes para o ensaio mecânico de microtração, seguido da avaliação das partes fraturadas em MEV. Para as uniões formadas com o sistema adesivo Unifil Bond/Unifil F não houve diferença estatisticamente significativa da resistência de união entre os 2 períodos tratados *in vivo* e os dentes tratados *in vitro*. Por outro lado, para a combinação Fuji Bond LC/Clearfil AP-X redução da resistência de união foi observada após 12 meses em função na cavidade

bucal. Apesar da estabilidade dos valores de resistência de união para o sistema Unifil Bond/Unifil F, foi observado aumento da porosidade ao longo da camada híbrida após 12 meses. Os autores concluíram, baseados nos resultados conjuntos de resistência de união e morfologia, que as interfaces adesivas sofreram degradação após o período de 1 ano de funcionamento na cavidade bucal de macacos.

O estudo desenvolvido por De Munck et al.<sup>12</sup> (2003) objetivou responder a duas hipóteses, primeiro, se sistemas adesivos convencionais de múltiplos frascos resistiam tão bem à degradação pela água quanto suas versões simplificadas, e segundo, se a união resina-dentina seria mais protegida da degradação pela presença de esmalte na periferia. Foram utilizados nesse estudo, 28 terceiros molares extraídos divididos em 4 grupos segundo o sistema adesivo, de dois passos (Optibond Solo e Scotchbond 1) e de 3 passos (Optibond Dual Cure e Scotchbond Multi Purpose), aplicados de acordo com as recomendações dos respectivos fabricantes. Três dentes de cada grupo foram armazenados por 24 horas em água e o restante armazenado em água contendo 0,5% cloramina por quatro anos. Antes da armazenagem dois dos dentes foram seccionados ao meio para expor a interface resina/dentina a água (exposição direta). Após o período de armazenagem, os dentes foram seccionados para a obtenção de

espécimes na forma de ampulheta, os quais foram submetidos ao teste de microtração seguido da análise das partes fraturadas em MEV e MET. Os autores encontraram que após 24 horas de armazenagem, o sistema adesivos Optibond Dual Cure ( $53,6 \pm 8,2$  MPa) produziu valores de resistência de união estatisticamente maiores do que o sistema Optibond Solo ( $34,8 \pm 9,7$  MPa). Entretanto, diferença não foi encontrada entre os sistemas Scotchbond 1 ( $52,2 \pm 9,1$  MPa) e Scotchbond Multi Purpose ( $45,6 \pm 11,1$  MPa). Após a exposição indireta da interface resina-dentina por 4 anos não houve diminuição dos valores de resistência de união para os 4 sistemas adesivos, enquanto que para a exposição direta houve decréscimo dos valores para todos os sistemas adesivos, porém, de forma significativa, apenas para os de 2 passos. Em relação às falhas adesivas, essas foram mais prevalentes após o período de exposição à água, indicando que a degradação ocorreu principalmente no topo ou na base da camada híbrida. Os autores concluíram que os sistemas adesivos simplificados são mais susceptíveis à degradação quando comparados aos seus antecessores de múltiplos frascos, e que a presença de esmalte nas margens da cavidade protege a união resina-dentina da degradação.

Dois sistemas adesivos, um autocondicionante e um convencional simplificado, foram utilizados por Hashimoto et al.<sup>21</sup> (2003) para investigar a existência de diferenças no

processo de degradação. Os sistemas One-Up Bond F e Gluma One Bond foram aplicados, segundo as recomendações de seus fabricantes, sendo que para o último, as superfícies de dentina foram mantidas úmidas ou secas. Após obtenção de espécimes para o teste de microtração, os mesmos foram armazenados em água por 24 horas, 6 ou 12 meses. Os valores de resistência de união para o adesivo One-Up Bond F após 24 horas foram estatisticamente superiores aos valores dos demais grupos para o mesmo período. Entretanto, esses valores foram reduzidos significativamente após armazenagem em água por 6 e 12 meses. Quando o sistema convencional foi aplicado sobre a dentina seca, valores de resistência de união inferiores foram obtidos em comparação à sua aplicação sobre a dentina úmida. Entretanto, para ambas as condições, declínio da resistência de união foi observada após 12 meses. As fraturas ocorreram em maior número na camada híbrida para o sistema One-up Bond F e na dentina desmineralizada para o sistema Gluma One Bond após 6 e 12 meses. Isso foi creditado à eluição de monômeros resinosos e degradação hidrolítica do colágeno, embora esses eventos tenham ocorrido em função do tipo de sistema adesivo utilizado.

O objetivo do estudo de Hashimoto et al.<sup>22</sup> (2003) foi observar a degradação da união resina-dentina após um ano de exposição à água. O sistema adesivo convencional Scotchbond



Multi-Purpose foi aplicado sobre a dentina humana de 24 dentes, os quais foram armazenados em água por 24 horas ou 1 ano. Após esse período e obtenção de espécimes em forma de pilares (0,9 mm<sup>2</sup>) foi realizado o teste mecânico de microtração e as fraturas analisadas em MEV e MET. Diferenças estatisticamente significantes foram encontradas para resistência de união de 24 horas (40,3±15,1 MPa) e 1 ano de armazenagem (13,3±5,6 MPa). Para análise em MEV, após 1 ano, as fibrilas de colágeno presentes nos espécimes controle não foram observadas. As fraturas ocorreram mais freqüentemente no topo da camada híbrida para ambos os períodos estudados e degradação do colágeno foi encontrada na zona de dentina desmineralizada. Neste estudo foi possível observar duas formas de degradação hidrolítica da camada híbrida, uma que ocorre pela desorganização das fibrilas de colágeno e outra pela perda de material resinoso nos espaços interfibrilares.

Hashimoto et al.<sup>23</sup> (2003) avaliaram, através da MEV e MET, as alterações do colágeno dentinário impostas pela armazenagem em água por 500 dias. A exposição das fibrilas de colágeno na superfície da dentina foi obtida pela aplicação dos agentes condicionantes All-Etch (ácido fosfórico a 10%) e Uni-Etch (ácido fosfórico a 32%), ambos por 15 segundos. As principais alterações observadas após o período de armazenagem foram desarranjo das fibrilas de

colágeno, redução do diâmetro fibrilar e conseqüentemente, aumento dos espaços interfibrilares. Baseados nessas observações, os autores concluíram que a água apresenta ação deletéria sobre o colágeno dentinário quando desprovido da proteção mineral, resultando em sua degradação.

Kaaden et al.<sup>27</sup> (2003) avaliaram *in vitro* a união resina-dentina produzida em dentes decíduos após a aplicação dos sistemas adesivos autocondicionantes Prompt L-Pop, Clearfil SE Bond e Etch & Prime 3.0, ou do sistema convencional, Prime&Bond NT. Foram preparados discos de dentina com  $800\pm 200$   $\mu\text{m}$  de espessura, obtidos de 8 segundos molares decíduos. Após a utilização dos sistemas adesivos, foi aplicada uma camada de 1 mm de resina composta. Os discos de dentina foram seccionados ao meio e preparados para análise em FE-SEM. Características morfológicas distintas foram observadas para os quatro sistemas adesivos. Camadas híbridas visíveis foram observadas apenas para os sistemas Prompt L-Pop, Etch & Prime 3.0, e Prime&Bond NT, enquanto que para o sistema Clearfil SE Bond, zona de interdifusão evidente não foi observada. Em contrapartida, espessa camada de resina adesiva foi observada para esse sistema. Baseados nas características morfológicas da união, os autores concluíram que nenhum dos sistemas investigados produziu um selamento perfeito, sendo que para cada sistema, características particulares puderam ser observadas.

Nakajima et al.<sup>34</sup> (2003) avaliaram a durabilidade de interfaces produzidas com dois sistemas adesivos, um dos quais contendo flúor em sua composição. A dentina de dentes permanentes foi tratada com um primer experimental autocondicionante por 20 segundos, seguido da aplicação de um adesivo também experimental contendo flúor (KBF, Kuraray, Japan) ou o sistema adesivo Clearfil SE Bond. Espécimes em forma de ampulheta foram obtidos de cada dente e armazenados por 24 horas 3 ou 6 meses em água, sendo que para os últimos períodos, esses foram divididos em subgrupos. Em um subgrupo os espécimes foram completamente isolados com esmalte previamente à armazenagem, enquanto que no outro subgrupo, os espécimes foram expostos completamente ao meio. Após o ensaio mecânico de microtração, foi observada diferença estatisticamente significativa em relação aos tempos de armazenagem e ao isolamento com esmalte, porém não em relação aos materiais. Entretanto, as interações entre material/tempo e material/isolamento com esmalte foram significantes. Para o grupo não isolado do sistema Clearfil SE Bond, a resistência de união diminuiu significativamente após 3 e 6 meses comparado com o controle, enquanto que para o sistema experimental não houve diferença entre os 3 períodos. Quando as interfaces foram isoladas com esmalte e, portanto mantidas sem o contato com água, nenhuma diferença estatística nos períodos estudados foi observada para ambos os sistemas. Portanto os resultados indicaram que a

durabilidade das uniões resina-dentina criadas pelo adesivo experimental liberador de flúor aumentou em comparação ao grupo controle, ou seja, ao sistema adesivo sem liberação de flúor.

O estudo desenvolvido por Oliveira et al.<sup>38</sup> (2003) objetivou determinar o efeito da *smear layer* produzida por vários abrasivos na resistência de união dos sistemas Clearfil SE Bond e Single Bond à dentina. Em adição, as características de rugosidade e espessura da *smear layer* foram avaliadas. Para isso, superfícies dentinárias foram desgastadas por meio de 7 diferentes métodos: broca diamantada de granulação fina e grossa broca carbide, pasta de pó de alumínio de 0,05 µm, e lixas abrasivas de granulações 600, 320 e 240. Para o sistema Single Bond, os valores de resistência de união foram estatisticamente iguais, independentes do método abrasivo utilizado para a produção da *smear layer*. Entretanto, *smear layer* espessas tenderam a interferir com o desempenho adesivo do sistema Clearfil SE Bond. Em conclusão, o sistema autocondicionante investigado deveria ser utilizado clinicamente sobre *smear layers* finas, como as produzidas com a utilização de brocas carbides. Para os testes *in vitro*, lixas abrasivas de granulação 320 deveriam ser utilizadas por produzirem *smear layers* com características semelhantes às produzidas com brocas carbides.

Tay et al.<sup>63</sup> (2003) avaliaram a ocorrência de nanoinfiltração em interfaces produzidas com um sistema adesivo experimental contendo BisGMA, HEMA, monômeros funcionais ionizáveis, partículas de vidro e apenas acetona como solvente. Esse sistema foi aplicado à dez superfícies de dentina condicionadas com ácido fosfórico à 32% por 15 segundos. Fatias de 0,9 mm de espessura foram produzidas e armazenadas em saliva artificial por 24 horas, 1, 3, 6 e 12 meses, ou em óleo por 6 e 12 meses. Nitrato de prata foi utilizado como elemento para visualização da nanoinfiltração em MET. Dois padrões de nanoinfiltração foram observados ao longo das uniões resina-dentina, um na forma reticular e um na forma de pontos. Ambos tipos sofreram alterações substanciais em função do tempo de armazenagem em saliva artificial, enquanto que apenas pequenas alterações foram observadas para as interfaces armazenadas em óleo. Após 12 meses de armazenagem em saliva, nanoinfiltração na forma reticular foi observada abaixo da camada híbrida, em zonas incompletamente infiltradas por resina. Com o transcorrer do tempo, esse tipo de nanoinfiltração foi observada principalmente na metade superior da camada híbrida e depósitos de prata foram observados na interface entre essa estrutura e o adesivo. Após 6 e 12 meses foram formadas estruturas caracterizadas como *rosettes* e *water-trees* (canais preenchidos por água). Os autores concluíram que canais de água formados ao longo da união resina-dentina em

função do seu envelhecimento podem atuar como sítios que favorecem sua degradação hidrolítica.

A qualidade da interface adesiva formada sobre a dentina úmida foi determinada quantitativamente pela comparação entre a microespectroscopia Raman e a microscopia eletrônica de luz, no estudo de Wang e Spencer<sup>70</sup> (2003). Espécimes em dentina foram desmineralizados em 0,5M EDTA (pH 7,3) por 7 dias, desidratados, e mergulhados no sistema adesivo Single Bond. Desses espécimes, alguns foram aleatoriamente selecionados para a análise em espectroscopia Raman. Nas superfícies dentinárias adjacentes, não desmineralizadas, foram criadas *smear layers* padronizadas seguido da aplicação do sistema adesivo Single Bond. Secções incluindo as uniões resina-adesivo foram obtidas e coradas com tricômico de Goldner para análise em microscopia de luz. Infiltração completa de monômeros (100%) foi observada nos espécimes de dentina desmineralizada. Nas interfaces produzidas com a aplicação do sistema Single Bond sobre a dentina condicionada com ácido fosfórico, aproximadamente 98% dos monômeros resinosos foram capazes de penetrar o primeiro micrometro da dentina desmineralizada. Nas porções mais profundas, a porcentagem de penetração de BisGMA/HEMA foi de apenas 18%. Pelos resultados, foi demonstrado que a camada híbrida é composta predominantemente por HEMA e colágeno, sendo que o componente dimetacrilato (BisGMA), o

qual seria o mais importante constituinte devido a sua maior estabilidade longitudinal, infiltra apenas parte da dentina intertubular desmineralizada.

Yoshida et al.<sup>74</sup> (2004) caracterizaram comparativamente a interação de monômeros funcionais com a hidroxiapatita sintética para testar a hipótese de que o mecanismo de adesão dos sistemas autocondicionantes envolve interação química, em adição a hibridização micromecânica. Foram utilizados os monômeros funcionais 4 MET (4-metacrilóxi-etil tri-metílico), fenil-P (2-metacrilóxi-etil fenil hidrogênio fosfato) e 10-MDP (10-metacrilóxi-decil, di-hidrogênio fosfato) e seus respectivos sais de cálcio, 4METCa, phenyl-PCa e 10-MDPCa. Para cada monômero funcional foram preparadas soluções à 15% incluindo 45% de etanol e 40% de água por peso. Essas soluções foram utilizadas para o tratamento da hidroxiapatita artificial por 30 segundos ou 30 minutos, seguida da análise em espectroscopia de raios X. Soluções preparadas com os sais de cálcio foram utilizadas para determinar a estabilidade da reação química dos monômeros com esse elemento à água. Todos os monômeros funcionais investigados reagiram quimicamente com a hidroxiapatita após 30 segundos de contato, entretanto, os melhores resultados foram observados para o monômero 10-MDP. Essa adesão foi bastante estável, uma vez que o seu sal formado com íon cálcio apresentou baixa dissolução em água.

O potencial adesivo do 4-MET foi substancialmente menor, enquanto que a adesão do monômero fenil-P à hidroxiapatita não se apresentou hidroliticamente estável. Foi concluído pelos autores que além de condicionarem e impregnarem a dentina, monômeros funcionais específicos apresentam união química ao substrato, a qual pode contribuir ao seu desempenho adesivo.

O estudo desenvolvido por Abu-Hanna e Gordan<sup>1</sup> (2004) teve por objetivo investigar o efeito de diferentes tempos de condicionamento da dentina permanente na resistência de união de sistemas adesivos convencionais simplificados a esse substrato. Três sistemas adesivos, Single Bond, One-Step e Syntac Single Component, foram aplicados à dentina condicionada com ácido fosfórico por 5, 15 ou 30 segundos, seguido da confecção de um cilindro de resina com 5 mm de diâmetro. Após 48 horas de imersão em água e 300 ciclos térmicos os espécimes foram submetidos ao ensaio mecânico de cisalhamento. Para os sistemas Single Bond e One Step, influência do tempo de condicionamento ácido não foi observada, enquanto que para o sistema Syntac Single Component, os maiores valores de resistência de união foram obtidos após condicionamento da dentina por apenas 5 segundos. Em termos gerais, os autores concluíram que a redução do tempo de condicionamento ácido do substrato dentinário de 15, como recomendado pelos fabricantes, para 5



segundos, não causou efeito adverso na resistência de união dos sistemas investigados.

Angker et al.<sup>2</sup> (2004) avaliaram o conteúdo mineral da dentina decídua sadia e cariada utilizando a microscopia eletrônica de varredura de elétrons retroespalhados, a qual tem sido considerada efetiva para a quantificação do estado de mineralização de tecidos calcificados. A dentina foi dividida em superficial (200 µm da junção amelo-dentinária), profunda (500 µm da superfície pulpar) e média (região entre as duas anteriores). Especificamente em relação à dentina sadia, foi observada redução do conteúdo mineral no sentido da superfície pulpar em torno de 20%. Segundo os autores, o conteúdo mineral da dentina decídua sadia observada no estudo foi notoriamente inferior ao conteúdo mineral de dentes permanentes.

Carrilho et al.<sup>7</sup> (2004) avaliaram os efeitos de diferentes períodos de armazenagem em água e óleo nas propriedades mecânicas dos sistemas adesivos Single Bond, One-Step e Clearfil Liner Bond 2V. Foram confeccionados espécimes na forma de ampulheta para cada sistema adesivo por meio de desgaste com brocas, até a obtenção de uma área de 0,8 mm<sup>2</sup> na região de constrição. Os espécimes foram armazenados em água por 24 horas (controle), 3 ou 6 meses e em óleo por 3 ou 6 meses. As propriedades mecânicas, módulo

de elasticidade e resistência máxima à tração, foram determinadas com a utilização da máquina de testes Vitrodine V-1000. Os resultados mostraram uma redução das propriedades mecânicas após 3 meses em água, a qual foi mantida até o período de 6 meses para os sistemas Single Bond e One-Step. Para o sistema Clearfil Liner Bond 2V não houve alteração dessas propriedades após armazenagem em água. Quando armazenados em óleo, os sistemas convencionais apresentaram aumento das propriedades mecânicas após 3 meses, mantidas até 6 meses, enquanto que para o sistema autocondicionante houve aumento gradual dos valores para 3 e 6 meses. Assim, os autores concluíram que devido à ação plastificadora da água sobre a resina, os sistemas adesivos perdem suas propriedades mecânicas.

Wang e Spencer<sup>69</sup> (2004) examinaram os efeitos do tempo e da técnica de aplicação do agente condicionador na desmineralização da dentina e na interface adesivo-dentina. Sessenta molares extraídos foram divididos em 4 grupos segundo os tempos de condicionamento da dentina que foram de 10, 15, 30 ou 60 segundos. O ácido fosfórico a 35% foi aplicado de 3 formas: passivamente, com suave agitação durante a duração do procedimento e sem a utilização das pontas descartáveis da seringa. Decorrido o período determinado, o ácido foi lavado por 10 segundos e a dentina mantida com o aspecto úmido, para a aplicação do sistema

Single Bond. Os dentes foram seccionados em fatias de 3 µm de espessura e corados com Tricômico de Goldner para observação em microscópio de luz. Embora a profundidade de desmineralização da dentina não tenha sido detectável após 10 segundos de condicionamento ácido passivo, para os demais períodos a espessura dessa camada aumentou a medida que o ácido foi mantido em contato com a dentina por mais tempo. Isso foi observado para ambos os métodos de aplicação, com e sem agitação. Zonas mais profundas de desmineralização foram observadas quando o agente condicionador foi aplicado ativamente. Entretanto, essa técnica pode dificultar a posterior infiltração monomérica, resultando em camadas híbridas de pobre qualidade. Fibrilas de colágeno remanescentes na base das camadas híbridas foram freqüentemente observadas. Os resultados permitiram que os autores concluíssem que tanto a forma como o tempo de aplicação do agente condicionador tem um grande efeito no perfil da desmineralização da dentina e na morfologia da união adesivo-dentina.

Para avaliar a durabilidade *in vivo* de sistemas adesivos, Koshiro et al.<sup>29</sup> (2004) utilizaram 14 dentes molares de dois macacos (*Macaca fascicularis*). Cavidades de classe V foram preparadas nas faces vestibulares, e restauradas em resina composta após a aplicação dos sistemas adesivos Unifill Bond ou Single Bond. Decorrido um ano, os

animais foram novamente anestesiados e outros 10 dentes foram restaurados com o mesmo protocolo. Os animais foram sacrificados 24 horas após. Para o sistema adesivo Unifill Bond as interfaces de 1 dia e 1 ano, observadas em MEV não mostraram nenhuma alteração morfológica significativa, enquanto que para o sistema Single Bond, após 1 ano foram observadas fendas na interface e aumento da porosidade da camada híbrida, a qual se apresentou descontínua. Entretanto, para ambos os sistemas adesivos houve redução significativa dos valores de resistência de união após um ano. Os autores concluíram que as interfaces produzidas com o sistema autocondicionante foram mais estáveis ao longo do tempo quando comparadas às formadas com o sistema convencional simplificado.

No estudo de Oliveira et al.<sup>39</sup> (2004), foram elaboradas duas propostas, investigar o grau de desmineralização da dentina promovido pela aplicação de sistemas autocondicionantes, e determinar propriedades nanomecânicas ao longo da união adesivo-resina para detectar a presença de áreas de infiltração incompleta. Para responder à primeira proposta, foram utilizados discos de dentina obtidos de terceiros molares, sobre os quais foi aplicado o primer acidificado do sistema Clearfil SE Bond ou ácido fosfórico pH 1.94 em apenas metade da superfície. A outra metade, a qual foi protegida com fita adesiva para evitar o contato

com os agentes condicionadores, serviu como controle para a avaliação da profundidade de desmineralização. Após 20 segundos de contato com a dentina, os agentes condicionantes foram apenas secos por 5 segundos e os espécimes foram embebidos em etanol 100%, imediatamente após 5 minutos, 2 horas ou 12 horas. Para determinar as propriedades nanomecânicas, através da nanoindentação, novos discos de dentina foram divididos em 2 grupos. No grupo 1, o primer do sistema Clearfil SE Bond foi aplicado por 20 segundos e seco por 5 segundos, seguido da aplicação imediata da resina adesiva e resina composta. Esse espécimes foram mantidos em 100% de umidade a 37°C, por 5 minutos, 2 ou 12 horas e imersos em solução tamponada para limitar a reação ácida. No grupo 2, os procedimentos foram semelhantes aos do grupo 1, exceto pelo fato de que os espécimes foram mantidos em 100% de umidade pelos mesmo períodos, antes da aplicação da resina adesiva. Aumento significativo da profundidade de desmineralização foi observado para ambos agentes condicionadores em função do tempo, especialmente para o período de 2 horas. Para todos os grupos, as propriedades mecânicas da zona imediatamente abaixo da camada híbrida (módulo de elasticidade e dureza) foram inferiores quando comparadas às da dentina hígida. Essa zona foi identificada como dentina desmineralizada. Os autores concluíram que ocorre uma suave desmineralização adicional após os 20

segundos de contato do primer acidificado com a dentina, mesmo após a aplicação da resina adesiva e sua fotoativação.

A hipótese de que a degradação da matriz dentinária pode ocorrer na ausência de enzimas proteolíticas de origem bacteriana foi investigada por Pashley et al.<sup>42</sup> (2004). Superfícies dentinárias de 27 molares permanentes foram condicionadas com gel de ácido fosfórico a 32% por 15 segundos, sem a aplicação posterior de sistema adesivo. Os dentes foram divididos em grupos, de acordo com o meio de armazenagem, óleo mineral, saliva artificial e saliva artificial contendo enzimas inibidoras de proteases (controle), nos quais foram mantidos por 24 horas, 90 ou 250 dias. Esses espécimes foram analisados em MET para avaliação da espessura da dentina desmineralizada remanescente e da condição das fibrilas de colágeno. Também foi analisada a atividade colagenolítica da dentina. Após 24 horas de armazenagem em saliva, foi observado que fibrilas de colágeno ao longo da superfície dentinária foram parcialmente desnaturadas em suas extremidades e estas desapareceram após 90 dias de armazenagem. Após 250, todos os espécimes exibiram perda total ou parcial das matrizes de dentina desmineralizada, estrutura essa presente nos espécimes armazenados em óleo mineral, apesar de colapsadas devido à desidratação pelo meio. No grupo controle a espessura da camada de dentina desmineralizada foi normal

(5-6  $\mu\text{m}$ ), com fibrilas de colágeno bem organizadas após 250 dias de armazenagem. Os resultados da atividade colagenolítica demonstraram que a dentina apresenta pequena, porém mensurável atividade intrínseca. O condicionamento da superfície com ácido fosfórico a 37% reduziu essa atividade em até 65%. Os autores sugerem que a degradação das fibrilas de colágeno ocorreu devido a ação gradativa de metaloproteinases (MMPs) presentes na matriz dentinária, as quais foram lentamente liberadas em função do tempo.

O efeito de sistemas adesivos sobre a permeabilidade dentinária foi quantitativamente investigado por Pradelle-Plasse et al.<sup>44</sup> (2004). Os sistemas adesivos Touch and Bond, Etch and Prime 3.0, Etch Free Ternure, Clearfil SE Bond, Prompt L-Pop e um experimental, foram aplicados sobre discos de dentina de 1,1 mm de espessura, cuja permeabilidade foi mensurada antes e após a aplicação dos materiais. Alta queda de resistência, ou seja, aumento da permeabilidade, foi observada para o adesivo experimental (6,7%), a qual foi estatisticamente semelhante aos sistemas Touch and Bond (5,1%), Etch and Prime 3.0 (5,0%) e Etch Free Ternure (5,0%). Os menores valores de aumento da permeabilidade dentinária foram obtidos para o sistema Clearfil SE Bond (2%). Valores intermediários foram obtidos para o sistema Prompt L-Pop (4,3%). Os autores observaram que a acidez (pH) dos produtos

e o efeito de sua aplicação sobre a permeabilidade da dentina não apresentaram correlação consistente.

A avaliação da resistência de união de um sistema adesivo convencional simplificado, Single Bond, e um autocondicionante, Clearfil SE Bond, à dentina decídua e permanente foi realizado por Senawongse et al.<sup>52</sup> (2004). Discos de dentina de 1 mm de espessura foram obtidos de primeiros pré-molares, terceiros molares e molares decíduos, sobre os quais foram aderidos cilindros de resina composta com 0,8 mm de diâmetro por meio dos sistemas adesivos investigados. Foi realizado o teste de micro-cisalhamento e as partes fraturadas, como algumas interfaces adesivas, foram analisadas em microscópio eletrônico de laser confocal e MEV, respectivamente. Nenhuma diferença nos valores de resistência de união foi encontrada entre os sistemas adesivos, porém, em relação ao substrato, a dentina decídua obteve valores inferiores em relação a dentina de pré-molares quando aplicado o Single Bond, enquanto que, nenhuma diferença estatisticamente significativa foi encontrada entre dentina decídua e de molares permanentes. Não foram encontradas diferenças estatísticas nas análises das fraturas sendo estas predominantemente adesivas. As espessuras das camadas híbridas de ambos os substratos variaram entre 2-3  $\mu\text{m}$  para o sistema Single Bond e de 0,5-1  $\mu\text{m}$  para o sistema Clearfil SE Bond. Portanto, os autores



concluíram que a resistência de união mensurada através do teste mecânico de micro-cisalhamento, foi comparável para o sistema adesivo convencional e autocondicionante. Entretanto, quando o sistema convencional foi aplicado em dentina decídua, valores significativamente menores foram obtidos em comparação a sua aplicação em dentina permanente.

As características das interfaces adesivas produzidas por três sistemas adesivos convencionais simplificados que possuem diferentes proporções na composição hidrofílica/hidrofóbica, foram analisadas por Spencer et al.<sup>57</sup> (2004). Os sistemas Single Bond, Prime&Bond NT, e Uno foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes, em dentina de dentes extraídos. Secções histológicas com 3 µm de espessura foram coradas com o tricômico de Goldner e avaliadas em microscópio de luz. Para o sistema Single Bond, foi observada uma distinta zona de 4-5 µm de espessura, dos quais 1 a 2 µm representava a dentina desmineralizada que foi parcialmente protegida pela difusão de monômeros. Os resultados demonstraram que o sistema Uno foi capaz de penetrar em toda a extensão da dentina desmineralizada enquanto que o sistema Prime&Bond NT conseguiu penetrar até 85% da rede de colágeno exposta pelo condicionamento ácido. Em termos gerais, quanto maior a proporção dos componentes hidrofílicos/hidrofóbicos, melhor foi a penetração do adesivo na dentina desmineralizada. Os

autores concluíram que a composição dos sistemas convencionais de frasco único, incluindo a proporção de componentes hidrofílicos/hidrofóbicos e solventes, têm um efeito substancial na estrutura da união adesivo-dentina.

Yiu et al.<sup>73</sup> (2004) investigaram as alterações na resistência máxima à tração de adesivos com diferentes características hidrofílicas, após envelhecimento em água. Foram confeccionados espécimes na forma de "I" a partir de cinco diferentes resinas adesivas preparadas pelos autores, sem a inclusão de solventes. O grau de afinidade de água de cada resina foi determinado pela inclusão de monômeros funcionais hidrofílicos específicos. Alguns espécimes foram testados após 24 horas (controle), enquanto o restante foi armazenado em água ou óleo por 1, 3, 6 ou 12 meses, após terem a superfície isolada com verniz, deixando apenas a interface adesiva exposta. Houve significativa redução da resistência máxima à tração nos grupos II (23%), III (38%), IV (48%) e V (50%) armazenados em água após 12 meses, sendo que em 1 mês de armazenagem houve redução drástica nos grupos III e IV. O Grupo I (mais hidrofóbico) não mostrou nenhuma diferença significativa nos períodos analisados. Após 12 meses em óleo, a resistência máxima aumentou para os grupos I, II e V, mostrou-se inalterada para o grupo IV e reduzida para o grupo III. Os resultados do estudo mostraram que a porcentagem de redução na resistência máxima à tração

aumentou em função da hidrofília do adesivo. Nos resultados da MET, não foi observada nenhuma penetração da prata nos espécimes do grupo I e para o grupo IV foi observada grânulos de prata em toda a extensão do espécime, após 6 meses armazenados em água. Os autores concluíram que as misturas hidrofílicas absorvem água, resultando numa maior redução da força de resistência, principalmente durante o primeiro mês, enquanto misturas hidrofóbicas são mais resistentes ao envelhecimento em água.

Wang e Spencer<sup>72</sup> (2004) investigaram as interações físico-químicas entre sistemas adesivos autocondicionantes e o substrato por meio da microscopia de luz, MEV e espectroscopia Raman. Os sistemas Clearfil SE Bond, One-Up Bond F e Prompt L-Pop foram aplicados em superfícies dentinárias seguindo as recomendações dos fabricantes. Os resultados da MEV revelaram claramente, a presença de tags de resina de número variável em função dos sistemas adesivos. A menor quantidade foi observada para o sistema Clearfil SE Bond e a maior para o sistema Prompt L-Pop. Para a coloração de Goldner, a linha vermelha distinta que indica colágeno exposto, foi observada na interface formada com todos os sistemas, porém com espessura diferente. Respectivamente para os sistemas Clearfil SE Bond, One-Up Bond e Prompt L-Pop, essas zonas obtiveram 1 µm, 1,2 µm e 2-3 µm de espessura. De acordo com os resultados obtidos com a

microespectroscopia Raman, o sistema Prompt L-Pop foi o mais agressivo entre os três avaliados, enquanto que o sistema Clearfil SE Bond foi o menos. Em conclusão, foi observado que os sistemas autocondicionantes, a despeito de desmineralizarem e infiltrarem a dentina simultaneamente, não são capazes de preencher todos os espaços interfibrilares, resultando na manutenção de fibrilas de colágeno desprotegidas e na presença de micro espaços na camada híbrida.

Sistemas adesivos autocondicionantes simplificados e de dois passos foram investigados por Carvalho et al.<sup>10</sup> (2005) quanto a sua capacidade de desmineralização e infiltração simultânea. Também foi ojetivo do estudo avaliar a presença de porosidades na união resina-dentina. Os sistemas adesivos investigados, Xeno III, Adper Prompt, iBond, Brush&Bond, Clearfil SE Bond, Clearfil Protect Bond, AdheSE, Tyrian SPE+One Step Plus, Optibond Solo Plus self etch e um adesivo experimental, foram aplicados segundo a recomendação dos fabricantes sobre superfícies de dentina permanente e preparados para análise em MET. Uma zona parcialmente condicionada, porém não infiltrada por monômeros foi encontrada abaixo da camada híbrida dos sistemas adesivos considerados pouco agressivos, independente de serem simplificados ou não. Essa zona, evidenciada pela presença de prata nos espaços

interfibrilares, foi mais evidente para os sistemas Xeno III, iBond, Brush&Bond e o experimental, enquanto que para os sistemas Clearfil SE Bond e Clearfil Protect Bond foi de pequena espessura e observada apenas ocasionalmente. Para os sistemas Adper Prompt, AdheSE, 3C Tyrian/One Step Plus e OptiBond Solo Plus Self-Etch não foi observada a presença de espaços interfibrilares preenchidos com íons prata abaixo da camada híbrida. Os autores concluíram que o conceito de que, por desmineralizarem e infiltrarem a dentina simultaneamente, sistemas autocondicionante formam camadas híbridas sem imperfeições, não pode ser aplicado à todos os sistemas dessa categoria.

Para avaliar o efeito de diferentes condicionadores de dentina na resistência de união de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes, Jacques e Hebling<sup>26</sup> (2005) utilizaram 30 terceiros molares humanos que tiveram suas superfícies de dentina expostas e smear layer criadas com a lixa de carbureto de silício 600. A dentina foi condicionada por 3 diferentes soluções, o SE primer (20 segundos), EDTA (30 segundos), ácido fosfórico a 37% (15 segundos), aplicados os sistemas adesivos Single Bond (3M ESPE) e Clearfil SE Bond (Kuraray) para realização do ensaio mecânico de microtração e 50% dos espécimes fraturados foram examinados em MEV. A mais alta combinação de resistência de união foi resultante da combinação do SE primer/Single Bond

(58,5± 20,8 MPa), seguido do grupo EDTA/Clearfil SE Bond(47,8±15,1 MPa) e o ácido fosfórico/Single Bond (40,9±14,3 MPa), as demais combinações mostraram valores de resistência de união estatisticamente semelhantes ( $p < 0,05$ ). Através dos resultados, conclui-se que altos valores de resistência de união podem ser obtidos com a utilização de condicionadores dentinários menos agressivos do que o ácido fosfórico, sugerindo que a desmineralização menos profunda da dentina pode favorecer a infiltração adequada de monômeros resinosos.

Shirai et al.<sup>54</sup> (2005) analisaram o efeito das tensões geradas durante a contração de polimerização sobre a durabilidade da união resina-dentina. Foram realizados preparos cavitários padronizados de Classe I em 60 dentes hígidos extraídos, os quais foram divididos segundo os sistemas adesivos resinosos (OptiBond FL, Scotchbond 1, Clearfil SE Bond e Adper Prompt) e modificado por cimento de ionômero de vidro (FujiBond LC e Reactmer), aplicados segundo as recomendações dos fabricantes. Em um outro grupo de dentes (controle), superfícies planas de dentina foram preparadas e os mesmos procedimentos adesivos foram realizados. Os dentes foram armazenados por 1 dia ou 1 ano em água, e após este período submetidos ao ensaio mecânico de microtração. Especificamente entre os sistemas Clearfil SE Bond e Scotchbond 1, valores equivalentes de resistência

de união foram obtidos para a superfície plana de dentina após 24 horas de armazenagem. Entretanto, quando os mesmos sistemas foram comparados após aplicação em cavidade de classe I, maiores valores foram observados para o Clearfil SE Bond. O desempenho adesivo desse sistema foi influenciado apenas pelo envelhecimento em água, enquanto que o sistema Scotchbond 1 foi afetado apenas pela configuração cavitária. Os autores concluíram que a simplificação da utilização clínica de sistemas adesivos não necessariamente reflete em melhor desempenho adesivo, principalmente após envelhecimento.

Para investigar a influência da redução do tempo de condicionamento na resistência de união de um sistema adesivo convencional e um autocondicionante, Sardella et al.<sup>51</sup> (*in press*) utilizaram superfícies de dentina obtidas de 24 dentes decíduos sobre as quais foram aplicados os sistemas adesivos Single Bond ou Clearfil SE Bond. Para o sistema Single Bond, a dentina foi condicionada com ácido fosfórico a 35% por 15 ou 7 segundos, enquanto que para o sistema Clearfil SE Bond o condicionamento foi realizado com 20 ou 10 segundos de aplicação do primer acidificado (SE Primer). Os espécimes foram submetidos ao teste mecânico de microtração seguido da análise das partes fraturadas em MEV. Após 7 segundos de condicionamento da dentina com ácido fosfórico, os valores de resistência de união obtidos para o

sistema Single Bond foram estatisticamente superiores aos obtidos após 15 segundos,  $59,4 \pm 13,1$  MPa e  $47,5 \pm 14,4$  MPa, respectivamente. Influência do tempo de condicionamento não foi observada para o sistema Clearfil SE Bond. Portanto, os autores concluíram que a redução em 50% do tempo de condicionamento da dentina decídua não afetou negativamente a resistência de união do sistema autocondicionante, enquanto que melhorou significativamente o desempenho adesivo do sistema convencional simplificado.



### **3. Proposição**

A proposta deste estudo foi avaliar a influência da redução do tempo de condicionamento da dentina de dentes decíduos (1) na resistência de união imediata de um sistema adesivo convencional simplificado e um autocondicionante; (2) e na degradação da união resina-dentina após 6 meses de armazenagem em água.

## **4. Material e método**

### ***4.1. Seleção e Distribuição dos Dentes***

Esse estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, sob o protocolo número 66/03 (Anexo A).

Quarenta e oito dentes molares decíduos hígidos foram doados pelo Banco de Dentes Humanos da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo (Anexo B), os quais foram armazenados em solução de azida sódica a 0,2% em temperatura de 4°C até o momento de sua utilização. Os dentes apresentavam coroas hígidas com morfologia normal, ausência de áreas hipoplásicas e trincas quando inspecionados macroscopicamente (Figura 1).



FIGURA 1- Aspecto dos dentes molares decíduos selecionados para o estudo.

Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em 4 grupos experimentais (12 dentes por grupo), definidos segundo as variáveis tipo de sistema adesivo e tempo de condicionamento da dentina (recomendado pelo fabricante ou metade do tempo recomendado), conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1- Apresentação e identificação dos grupos de acordo com o tipo de sistema adesivo e tempo de condicionamento da dentina

		Tempo de Condicionamento		Total
		Total	Metade (T½)	
<b>Sistemas</b>	Adper Single Bond (SB)	SB (n=12)	SB½ (n=12)	24
	<b>Adesivos</b>	Clearfil SE Bond (CSE)	CSE (n=12)	CSE½ (n=12)
Total		24	24	48

Foram avaliados dois sistemas adesivos dentinários, Adper Single Bond<sup>φ</sup> (SB), classificado como um sistema adesivo convencional simplificado, e Clearfil SE Bond<sup>θ</sup> (CSE), classificado como um sistema adesivo auto-condicionante. A composição, fabricante e os lotes estão apresentados na Tabela 2.

<sup>φ</sup> 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA

<sup>θ</sup> Kuraray Co. Ltd., Osaka, Japão

Tabela 2 - Apresentação dos materiais

Nome Comercial	Fabricante	Composição	Ph	Lote
Clearfil SE Bond	Kuraray MED Inc., Tokyo - Japan	<u>Primer</u> : MDP, HEMA, dimetacrilato hidrofílico, canforoquinona, N,N dietanol toluidina, água	1,9	
		<u>Bond</u> : MDP, Bis-GMA, HEMA, Dimetacrilato hidrofóbico, canforoquinona N,N-dietanol toluidina, sílica coloidal silanizada		4115I
Adper Single Bond	3M ESPE St. Paul MN USA.	Bis-GMA, HEMA, dimetacrilatos, fotoiniciador, copolímero, metacrilato funcional dos ácidos poliacrílico e politacônico, etanol e água	4,3	3 HL
Ácido fosfórico	3M ESPE St. Paul MN, USA	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> a 35%	0,1	01073
Z250	3M ESPE St. Paul MN, USA	Resinas Bis-GMA, UDMA, Bis- HEMA, Zircônia, sílica		3 XY

MDP = metacriloiloxidecil dihidrogenio fosfato; HEMA = 2-hidroxietil metacrilato; Bis-GMA = bisfenol-glicidil metacrilato

#### 4.2. Obtenção da Superfície de Dentina

Como os dentes decíduos apresentavam um processo de rizólise avançado (Figura 1), as raízes foram reconstruídas em resina composta para facilitar o manuseio dos mesmos. As câmaras coronárias, após condicionamento com ácido fosfórico e aplicação do sistema adesivo Adper Single Bond, foram

preenchidas com resina composta de baixa viscosidade<sup>φ</sup> pigmentada com rodamina<sup>‡</sup> (Figura 2), para melhor visualização de prováveis "exposições pulpares" durante o desgaste da superfície e orientação do posicionamento dos espécimes na máquina de ensaios mecânicos.

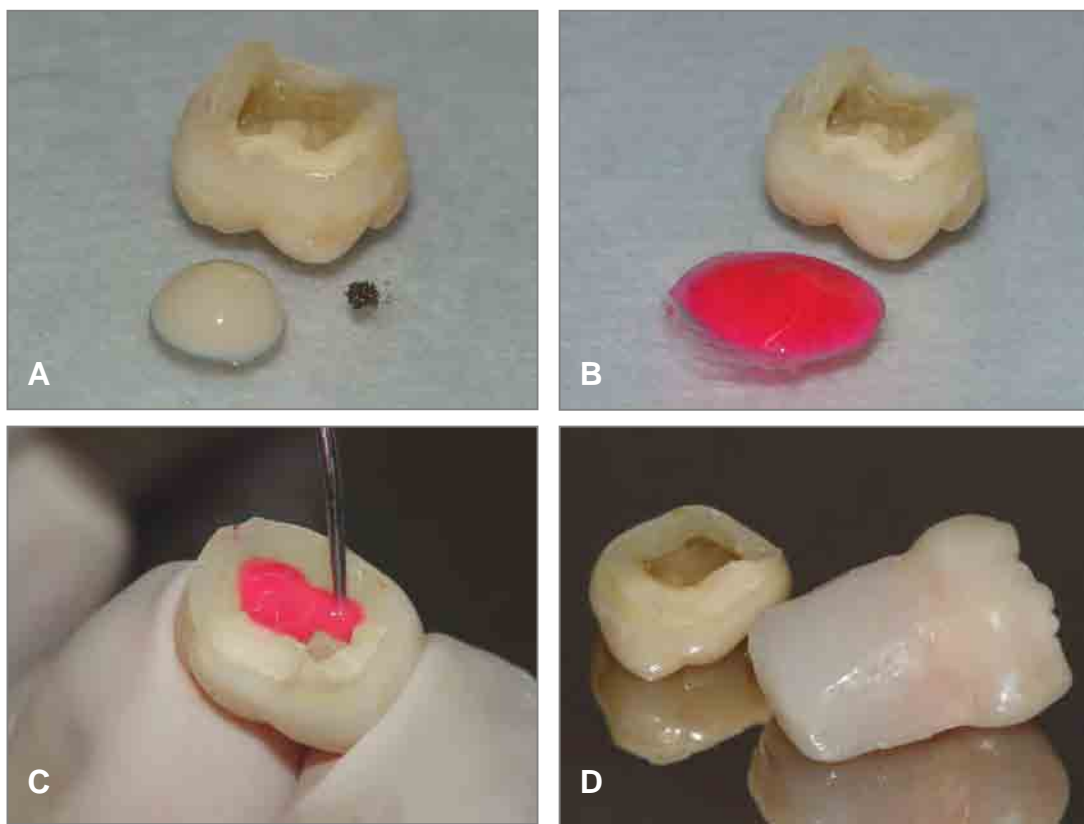


FIGURA 2- Ilustração dos passos para confecção das raízes em resina composta. **A)** Proporção aproximada de resina de baixa viscosidade e rodamina; **B)** mistura da resina + rodamina; **C)** inserção da resina em pequenas quantidades até o preenchimento total da câmara coronária; **D)** reconstrução da raiz em resina composta Z250.

<sup>φ</sup> Filtek Flow, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA

<sup>‡</sup> LABSYNTH Prod para Lab. Ltda., São Paulo, Brasil

Por meio de desgaste em politriz<sup>0</sup> com lixa de carbeto de silício de granulação 320, 500 rpm e refrigeração constante, as superfícies oclusais foram desgastadas até que uma superfície plana totalmente em dentina fosse obtida. Com o objetivo de padronizar a formação da *smear layer*, após o desgaste inicial, todas as superfícies foram lixadas manualmente com lixa de carbeto de silício 320 por 60 segundos, a qual produz uma *smear layer* clinicamente significativa (OLIVEIRA et al.<sup>38</sup>) (Figura 3).



FIGURA 3- **A)** Desgaste da superfície oclusal do dente em politriz; **B)** aspecto da superfície plana em dentina na qual pode ser observada, devido à pequena espessura da dentina remanescente, a pigmentação rósea da resina utilizada para o preenchimento da câmara coronária.

<sup>0</sup> DP10, Panambra Industrial e Técnica Ltda, São Paulo, Brasil.

### 4.3. Procedimentos Adesivos

Sobre a superfície plana de dentina e coberta com *smear layer*, foi aplicado o sistema adesivo Adper Single Bond ou Clearfil SE Bond de acordo com as recomendações dos respectivos fabricantes, com exceção nos grupos onde o tempo de condicionamento da dentina foi reduzido (T½).

**Grupo SB:** a superfície dentinária foi condicionada com ácido fosfórico a 35% por 15 segundos, lavada abundantemente com água destilada por 10 segundos e seca com papel absorvente para obtenção de uma superfície úmida. O adesivo foi aplicado com auxílio de pincel descartável do tipo *microbrush* em 2 camadas consecutivas, as quais foram secas com leves jatos de ar por 5 segundos e fotoativadas por 10 segundos.

**Grupo SB½:** o tratamento foi igual ao Grupo SB com exceção do tempo de condicionamento ácido da dentina, o qual foi de 7 segundos.

**Grupo CSE:** o sistema Clearfil SE Bond foi aplicado, segundo as recomendações do fabricante, sobre superfícies secas de dentina. Com auxílio de um *microbrush*, o primer (SE Primer) foi aplicado em toda a superfície de dentina exposta, e mantido passivamente por 20 segundos. Em seguida, após breve secagem com leves jatos de ar, foi aplicada uma única camada do adesivo (SE Bond), também submetido a leve

secagem com jatos de ar e fotoativado por 10 segundos (Figura 4).

**Grupo CSE ½:** o tratamento foi igual ao Grupo CSE, com exceção do tempo de aplicação do primer (SE Primer), o qual foi reduzido para 10 segundos.

Para todos os procedimentos envolvendo fotoativação, foi utilizado um mesmo aparelho fotopolimerizador<sup>∞</sup> previamente avaliado quanto à intensidade de luz. Essa avaliação foi realizada por meio de um radiômetro<sup>‡</sup>, não sendo inferior a 400 mW/cm<sup>2</sup>. Os passos dos procedimentos adesivos estão descritos na Tabela 3.

Tabela 3. Procedimentos adesivos/restauradores

Sistema Adesivo	Passos técnicos
Adper Single Bond (SB)	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ condicionamento da superfície com ácido fosfórico por 15 ou 7 segundos;</li> <li>▪ lavagem abundante;</li> <li>▪ secagem com papel absorvente (superfície úmida);</li> <li>▪ aplicação de duas camadas de adesivo;</li> <li>▪ secagem com leves jatos ar;</li> <li>▪ fotoativação por 10 s;</li> <li>▪ aplicação da resina em incrementos fotoativados por 20 s (reconstrução coroa).</li> </ul>
Clearfil SE Bond (CSE)	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ condicionamento da superfície com primer (SE primer) por 20 ou 10 segundos;</li> <li>▪ secagem com leves jatos de ar;</li> <li>▪ aplicação do adesivo SE Bond (1 camada);</li> <li>▪ secagem com leves jatos de ar;</li> <li>▪ fotoativação por 10s;</li> <li>▪ aplicação da resina composta em incrementos fotoativados por 20s (reconstrução da coroa).</li> </ul>

<sup>∞</sup> Optilux 500, Kerr Company, Alemanha

<sup>‡</sup> Model 100 Optilux Radiometer, Kerr, Danbury, CT, EUA



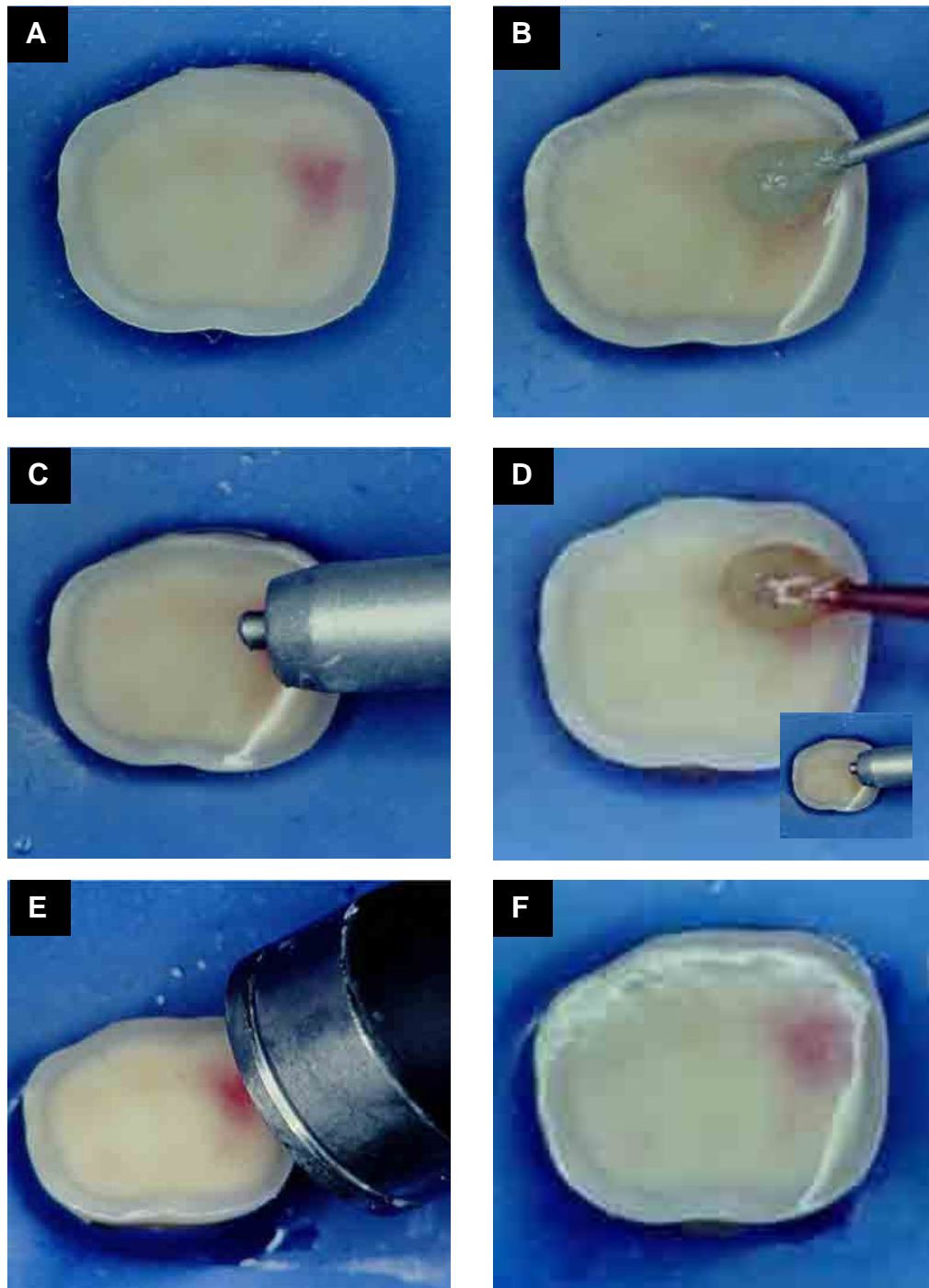


FIGURA 4- Procedimentos adesivos realizados nos grupos CSE e CSE½. **A)**Aspecto da superfície de dentina após desgaste da porção oclusal; **B)**Aplicação do SE Primer; **C)**Secagem com suave jato de ar; **D)**Aplicação do SE Bond e nova secagem; **E)** Fotoativação por 10 segundos; **F)**Aspecto do brilho superficial ao final do procedimento.

Seguida à aplicação dos sistemas adesivos, uma matriz metálica de 7 mm de altura foi adaptada ao redor da coroa dentária com o auxílio de um porta matriz do tipo Toflemire, para permitir a construção da restauração em resina composta Z250 na cor A3 (Figura 5). Foram realizados incrementos de 1 mm, 2 mm e 2 mm consecutivamente, fotoativados individualmente por 20 segundos.

Concluídas as etapas adesivas, os dentes foram imersos em água destilada e armazenados em estufa à 37°C por 24 horas.

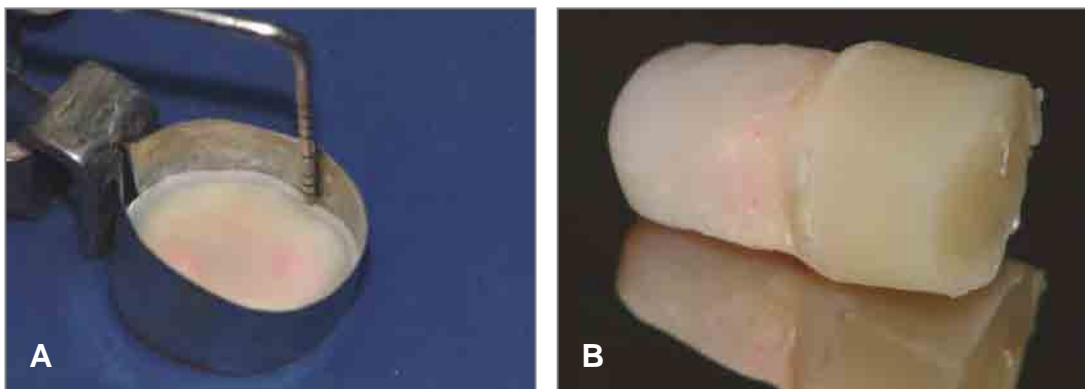


FIGURA 5- Reconstrução da coroa. **A)** mensuração da matriz para inserção da resina em camadas incrementais de 1, 2 e 2 mm; **B)** aspecto da coroa reconstruída.

#### **4.4. Preparo dos espécimes para microtração**

Dos 12 dentes preparados para cada grupo, dez foram utilizados para o ensaio mecânico de microtração.

Inicialmente, dois cortes, um na superfície da coroa e outro na raiz de resina (Figura 6B), foram realizados para facilitar o posicionamento dos dentes em uma base de madeira (Figura 7A). Esses e os cortes subsequentes foram realizados em uma máquina para cortes<sup>‡</sup> (Figura 6A) equipada com disco diamantado de 0,3 mm de espessura<sup>‡</sup>, sob refrigeração constante, peso de 200 gf e velocidade de 300 rpm.

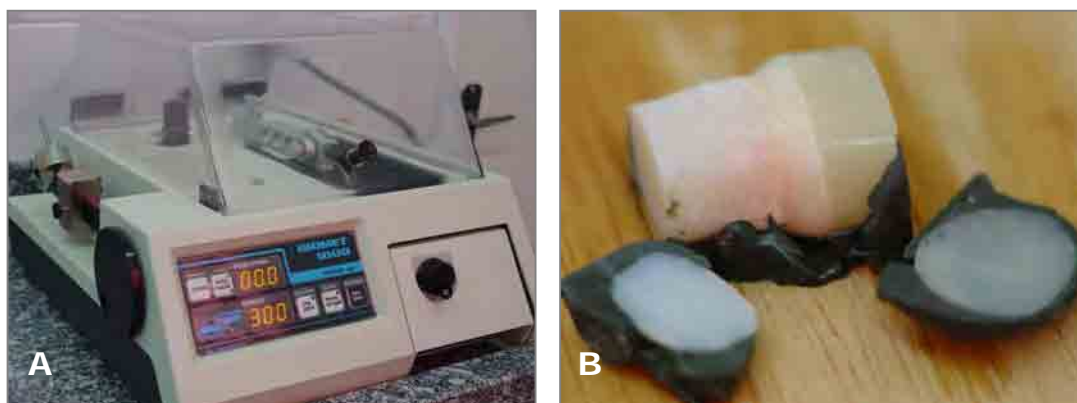


FIGURA 6- **A)** Máquina de corte e **B)** Paralelismo do dente obtido após os cortes nas extremidades oclusal e apical.

Em seguida, o dente foi posicionado na máquina de tal forma que seu longo eixo ficou paralelo ao longo eixo do disco diamantado (Figura 7B) e foi cortado em fatias de 0,7 mm de espessura, perpendicularmente à interface adesiva (Figuras 7B e 7C). Após rotação do dente em 90°, uma nova série de cortes foi realizada, também com 0,7 mm de distância entre eles (Figura 7D). Ao final, os espécimes em

<sup>‡</sup> ISOMET 1000, Buehler Ltd, Lake Bluf, IL, EUA.

<sup>‡</sup> Diamond Wafering Blade, Buehler Ltd. Lake Bluf, IL, EUA

forma de palitos com área transversal de secção de aproximadamente  $0,49 \text{ mm}^2$  (Figura 7E) foram separados da porção radicular do dente com um corte transversal realizado aproximadamente 2 mm abaixo da junção amelo-cementária.



FIGURA 7- Confeção dos espécimes (palitos). **A)** Dente posicionado no seu longo eixo na base de madeira; **B)** e **C)** cortes realizados em fatias de 0,7 mm de espessura; **D)**rotação do dente em 90° e nova série de cortes; **E)** obtenção dos espécimes em forma de palito com área transversal quadrangular.

Cada espécime foi cuidadosamente inspecionado em lupa estereoscópica<sup>‡</sup> com 30X de aumento. Todos os que apresentaram interfaces defeituosas, com irregularidades ou bolhas nas proximidades da união resina-dentina e presença de esmalte, foram excluídos da amostra. Esse processo de seleção permitiu, em média, a utilização de 10-15 espécimes por dente, totalizando para cada grupo aproximadamente 100 a 150 espécimes. Os espécimes selecionados tiveram sua área adesiva individualmente mensurada com paquímetro digital<sup>§</sup> com resolução de 0,01 mm.

Os espécimes de cada grupo experimental foram ainda divididos de acordo com a condição de armazenagem. Desta forma, alguns espécimes foram tracionados imediatamente após as 24h de armazenagem em água destilada e os restantes após 6 meses de armazenagem em água destilada contendo azida de sódio à 0,2% ou em óleo mineral<sup>¶</sup> (Tabela 4). A armazenagem em óleo mineral serviu como controle quanto à possível ação da água na degradação da interface adesiva. A água não foi trocada durante o período de 6 meses, e seu pH foi mensalmente monitorado com auxílio de um pHmetro<sup>‡</sup>.

---

<sup>‡</sup> Carl Zeiss, 475200/9901, Germany

<sup>§</sup> Mod. 500-144B, Mytutoyo Sul Americana Ltda., SP, BR

<sup>¶</sup> Schering Plough, Rio de Janeiro, BR

<sup>‡</sup> PG 2000, Ind.e Com. Eletro Eletrônica Gehaka Ltda., São Paulo, BR

Tabela 4- Distribuição dos espécimes de acordo com todas as variáveis analisadas no estudo, sistema adesivo, tempo de condicionamento do substrato e tempo de armazenagem

Condição de armazenagem	Água Destilada				Óleo Mineral		
	24 h		6 meses		6 meses		
Tempo condicionamento dentina	Total	½	Total	½	Total	½	
<b>Sistemas Adesivos</b>	Adper						
	Single Bond	SB24h	SB½24h	SB6m	SB½6m	SB6m	SB½6m
	(SB)	G1	G4	(água)	(água)	(óleo)	(óleo)
				G2	G5	G3	G6
	Clearfil SE	CSE24h	CSE½24h	CSE6m	CSE½6m	CSE6m	CSE½6m
	Bond (CSE)	G7	G10	(água)	(água)	(óleo)	(óleo)
			G8	G11	G9	G12	

#### 4.5. Ensaio Mecânico de Microtração

Os testes de microtração foram realizados em máquina de ensaios mecânicos<sup>∞</sup> (Figura 8A) previamente ajustada para forças de tração com célula de carga de capacidade máxima de 1 kN.

Os espécimes foram individualmente fixados com adesivo de cianoacrilato<sup>‡</sup> associado a um acelerador à base de cianoacrilato<sup>‡</sup>, a um dispositivo metálico o qual foi adaptado na máquina de ensaios mecânicos para o teste de microtração (Figura 8B), atuando com a velocidade de 0,5 mm/min.

<sup>∞</sup> Material Testing System, MTS 810, Mineapolis, EUA

<sup>‡</sup> Super Bonder Gel e Ativador 7456, Henkel Loctite Ltda, São Paulo SP

Os espécimes armazenados em óleo mineral foram previamente lavados com água e detergente e secos com papel absorvente antes da fixação no dispositivo de microtração.

Os movimentos de tração foram iniciados através de um programa computadorizado<sup>φ</sup> específico, até o momento de rompimento do espécime (Figura 8C), quando o movimento foi cessado e os valores de carga máxima registrados. Imediatamente após a fratura, os espécimes foram armazenados em glutaraldeído 2% por 48 horas. Em seguida, as superfícies de ambas as partes dos espécimes (dentina e resina) foram examinadas em lupa estereoscópica<sup>θ</sup> com 30X de aumento para determinação do tipo de fratura, classificada em: coesiva da resina, coesiva da dentina, adesiva ou mista.

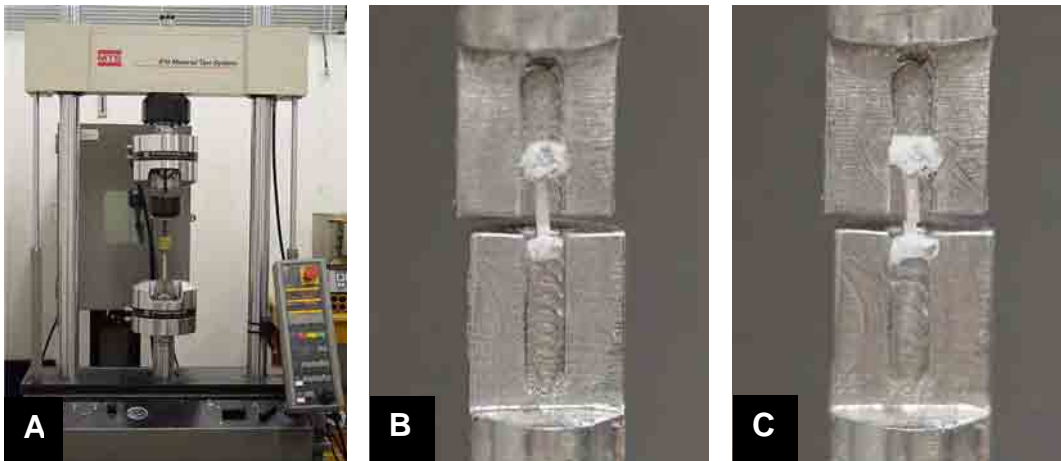


FIGURA 8- (A) Máquina de ensaios mecânicos MTS-810; (B) Espécime posicionado no dispositivo fixado à máquina; (C) Espécime após ruptura na região da união resina-dentina.

<sup>φ</sup> Test Works, Star IV, MTS System Corporation, Mineapolis, EUA

<sup>θ</sup> Carl Zeiss, 475200/9901, Germany

#### **4.6. Preparo dos espécimes para observação em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

Os dois dentes restantes para cada tipo de tratamento proposto foram cortados em secções de 0,5 mm de espessura, perpendiculares à interface adesiva para a observação da sua morfologia. As secções centrais de cada dente foram selecionadas, sendo que duas foram avaliadas após as 24 horas de imersão em água destilada e as outras foram avaliadas após 6 meses de armazenagem no mesmo meio.

Os espécimes foram embebidos em resina epóxica<sup>â</sup> deixando exposta a superfície a ser analisada. Os blocos foram polidos com lixas de carbetto de silício de granulação decrescente (600, 1200 e 2000), para redução das irregularidades superficiais. Em seguida foram submetidos ao tratamento com ácido clorídrico 6N (HCl) por 15 segundos, e aplicação de hipoclorito de sódio 1% (NaOCl) por 10 minutos. Após esse procedimento foi realizada a desidratação dos mesmos por meio de imersão em soluções de concentração crescente de etanol (30%, 50%, 75%, 95% e 100%). O tempo de permanência em cada solução foi de 30 minutos, sendo que para as duas últimas, foram realizadas duas imersões. Em seguida os espécimes foram tratados com hexametildisilazano<sup>∞</sup> (HMDS) a 98% por 30 minutos e armazenados em dessecadora à vácuo por 24 horas.

---

<sup>â</sup> Epoxide, Buehler Ltd, Lake Bluf, IL, EUA

<sup>∞</sup> UltraChem® Scientific Products, New Jersey, EUA



Decorrido esse período, as bases com os espécimes foram aderidas a *stubs* com cola de prata<sup>♠</sup> e levados em estufa à 60° C por 2 a 3 minutos antes da metalização para a remoção de qualquer eventual umidade presente. Os espécimes foram metalizados com uma camada de ouro de 20 nm (180 segundos).

As interfaces foram avaliadas em microscopia eletrônica de varredura<sup>‡</sup> (MEV) e fotomicrografias ilustrativas foram realizadas em aumentos de 500X à 5000X.

Após o ensaio mecânico de microtração e fixação em glutaraldeído, três espécimes pertencentes a cada grupo foram selecionados ao acaso e ambos os lados, resina e dentina, foram avaliados. Os mesmos procedimentos preparatórios, com exceção do tratamento com HCL e NaOCl, foram repetidos para esses espécimes antes da metalização e observação em MEV.

#### **4.7. Tratamento Estatístico dos Dados**

O teste estatístico de Kruskal-Wallis foi utilizado para verificar a igualdade das áreas adesivas. Uma vez que pequenas diferenças foram detectadas ( $p < 0,05$ ), os valores de resistência de união (carga máxima/área adesiva) foram ajustados para a área média da amostra, 0,53 mm<sup>2</sup>. Os novos valores de resistência de união foram obtidos pela aplicação da fórmula  $MPa_2 = MPa_1 + (slope)(\Delta a)$ , onde  $MPa_2$  é o novo valor

---

<sup>♠</sup> Pc 200, lote 90262

<sup>‡</sup> DSM 960, Zeiss, West Germany

em megapascal da resistência de união em função da área média,  $MPa_1$  é o valor original obtido pela divisão da carga máxima pela área real, *slope* é o valor numérico que indica a inclinação da reta de regressão, e  $\Delta a$  é a diferença entre a área média ( $0,53 \text{ mm}^2$ ) e a área real obtida. O *slope* foi determinado individualmente para cada grupo pela aplicação de regressão linear (CARVALHO et al.<sup>9</sup>).

Os valores ajustados de resistência de união foram avaliados quanto a distribuição normal pelo teste de Kolmogorov-Smirnov, e a homogeneidade de variâncias dos grupos a serem comparados pelo teste de Levene. A análise de variância a dois critérios fixos (sistema adesivo e tempo de condicionamento) foi utilizada para a comparação dos grupos quanto ao valor imediato de resistência de união (armazenagem em água por 24 horas). O mesmo teste foi aplicado separadamente para cada um dos sistemas adesivos para avaliar a influência da condição de armazenagem (3 níveis) e do tempo de condicionamento do substrato (2 níveis) na degradação das interfaces adesivas. Testes complementares de comparação múltipla (Tukey e Student-Newman-Keuls) foram aplicados quando necessário. Todos os testes estatísticos foram considerados com nível de significância de 5% ( $\alpha = 0,05$ ).

A análise fractográfica foi realizada pela observação da frequência dos tipos de fratura para cada grupo. Nenhum teste estatístico foi aplicado a esses dados.

A análise estatística teve como objetivo testar a hipótese nula ( $H_0$ ) de que o tempo de condicionamento da dentina não interfere nos valores imediatos de resistência de união e na degradação das interfaces produzidas com os sistemas Adper Single Bond e Clearfil SE Bond aplicados à dentina decídua.

## 5. Resultado

A análise das áreas adesivas demonstrou haver diferenças entre os grupos (Kruskal-Wallis,  $p < 0,05$ ) e por essa razão, os valores de resistência de união obtidos após a divisão da carga máxima (N) pela área ( $\text{mm}^2$ ) do respectivo espécime, foram ajustados para a área  $0,53 \text{ mm}^2$ , a qual representa a área média do conjunto de dados (Tabela 5).

Tabela 5- Médias e desvios-padrões para a variável área adesiva segundo os grupos

<b>Grupos</b>	<b>Média (<math>\text{mm}^2</math>)</b>	<b>Desvio Padrão</b>
G1: SB 15s_24h água	0,55	0,03
G2: SB 15s_6m água	0,52	0,01
G3: SB 15s_6m óleo	0,52	0,02
G4: SB 7s_24h água	0,54	0,03
G5: SB 7s_6m água	0,53	0,03
G6: SB 7s_6m óleo	0,52	0,02
G7: CSE 20s_24h água	0,49	0,02
G8: CSE 20s_6m água	0,52	0,01
G9: CSE 20s_6m óleo	0,50	0,02
G10: CSE 10s_24h água	0,48	0,02
G11: CSE 10s_6m água	0,53	0,02
G12: CSE 10s_6m óleo	0,53	0,02
TOTAL (área média)	0,53	0,01

Nos Anexos C e D (p. 164 e 167) estão apresentados todos os dados referentes a área adesiva, carga máxima, resistência de união ( $MPa_1$ ), *slope*, resistência de união ajustada para a área de  $0,53 \text{ mm}^2$  ( $MPa_2$ ) e fratura utilizados para análise, para os sistemas Adper Single Bond e Clearfil SE Bond, respectivamente. Os valores de resistência de união ( $MPa_2$ ) apresentaram distribuição normal (Figura 9) segundo o teste de Kolmogorov-Smirnov ( $p=0,200$ ).

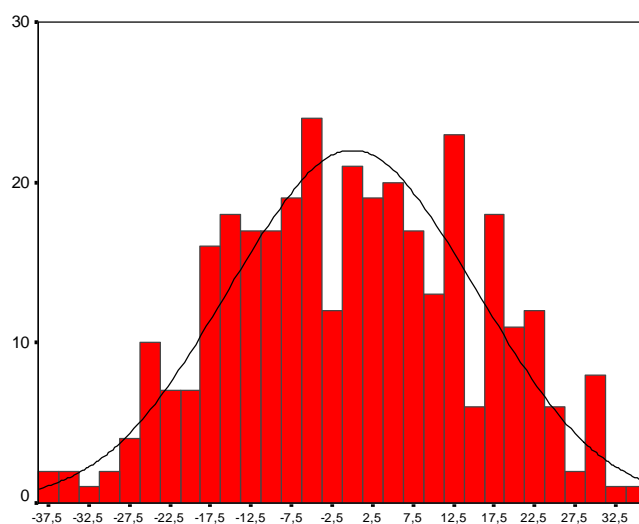


FIGURA 9. Distribuição dos resíduos para a variável Resistência de União após ajuste.

Na Tabela 6 são apresentados dados descritivos para a variável Resistência de União ( $MPa_2$ ). Trezentos e trinta e seis ( $N=336$ ) espécimes distribuídos em 12 grupos foram submetidos ao ensaio mecânico de microtração.

Tabela 6- Dados descritivos para a variável Resistência de União (MPa) após ajuste das áreas adesivas

Grupos	N	Mínimo	Máximo	Média	DP	CV
G1: SB 15s_24h água	34	23,6	71,7	52,5	12,2	0,23
G2: SB 15s_6m água	32	9,7	58,5	33,1	12,3	0,37
G3: SB 15s_6m óleo	26	31,9	82,9	53,6	13,1	0,24
G4: SB 7s_24h água	34	29,8	76,0	48,2	14,2	0,29
G5: SB 7s_6m água	26	24,8	60,1	40,2	10,4	0,26
G6: SB 7s_6m óleo	21	10,2	76,7	48,2	19,1	0,39
G7: CSE 20s_24h água	26	30,3	64,7	47,5	10,2	0,21
G8: CSE 20s_6m água	30	19,2	75,5	49,9	15,6	0,31
G9: CSE 20s_6m óleo	22	26,9	76,9	55,2	15,4	0,28
G10: CSE 10s_24h água	26	21,1	68,4	47,1	13,8	0,29
G11: CSE 10s_6m água	35	14,9	72,8	40,1	14,2	0,35
G12: CSE 10s_6m óleo	24	10,6	76,9	50,2	18,2	0,36

### 5.1. Avaliação da resistência de união imediata (24 h água)

Os grupos foram inicialmente comparados no período de 24 horas da realização dos procedimentos adesivos. Após a verificação da homogeneidade de variâncias (Levene,  $p=0,138$ ) o teste de ANOVA a dois critérios fixos, sistema adesivo e tempo de condicionamento, foi aplicado. O resultado deste teste pode ser visualizado na Tabela 7.

Tabela 7- Análise de variância para a variável Resistência de União no período de 24 horas

Critério	Soma dos quadrados	G1	Quadrado médio	F	Sig. (p)
Modelo corrigido	577,849	3	192,616	1,176	,322
ADESIVO	263,994	1	263,994	1,612	,207
TACIDO	163,426	1	163,426	,998	,320
ADESIVO * TACIDO	109,221	1	109,221	,667	,416
Erro	18991,904	116	163,723		
Total	308021,563	120			
Total corrigido	19569,753	119			

Nenhum dos critérios avaliados, sistema adesivo e tempo de condicionamento, assim como a interação entre eles, influenciou de forma significativa os valores de resistência de união imediata ao substrato dentinário ( $p > 0,05$ ). Desta maneira podemos dizer que ambos os sistemas adesivos apresentaram desempenho semelhante e que a redução do tempo de condicionamento ácido não interferiu nesse desempenho (Figura 10).

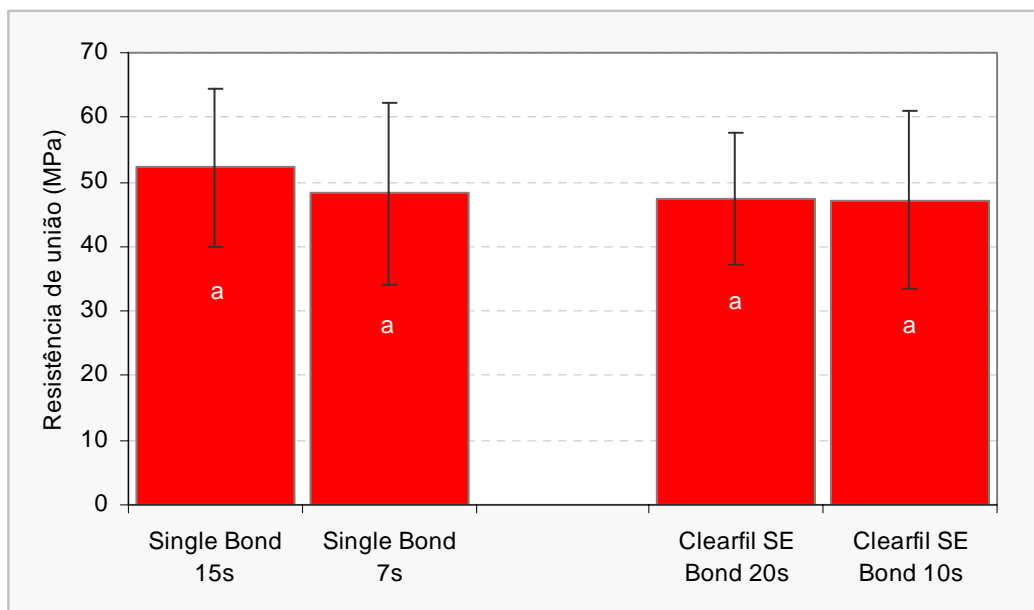


FIGURA 10. Comparação entre a resistência de união à dentina decídua após 24 horas de armazenagem em água, segundo o sistema adesivo e o tempo de condicionamento do substrato. Colunas com letras iguais representam médias não diferentes estatisticamente (Student-Newman-Keuls e Tukey,  $p>0,05$ ).

### **5.2. Degradação da interface de união obtida com o sistema adesivo Adper Single Bond (SB)**

A aplicação da análise de variância a dois critérios fixos, condição de armazenagem e tempo de condicionamento do substrato, aos valores de resistência de união obtidos quando da utilização do sistema adesivo Single Bond (Tabela 8), resultou nos dados apresentados na Tabela 9.



Tabela 8- Médias e desvios-padrões dos valores de resistência de união para o sistema Adper Single Bond, segundo a condição de armazenagem e tempo de condicionamento do substrato

Tempo de condicionamento	Condição de armazenagem		
	24 h água	6 m água	6 m óleo
15 s (total)	52,5±12,2 (n=34)	33,1±12,3 (n=32)	53,6±13,1 (n=26)
7 s (metade)	48,2±14,2 (n=34)	40,2±10,4 (n=26)	48,2±19,1 (n=21)

Tabela 9- Análise de variância a dois critérios fixos (condição de armazenagem e tempo de condicionamento) para a variável resistência de união obtida com a aplicação do sistema adesivo Adper Single Bond

Critério	Soma dos quadrados	gl	Quadrado médio	F	Sig.(p)
Modelo corrigido	9530,101	5	1906,020	10,282	,000
TACIDO	55,020	1	55,020	,297	,587
ARMAZEN	7730,896	2	3865,448	20,852	,000
TACIDO * ARMAZEN	1252,319	2	626,160	3,378	,036
Erro	31142,500	168	185,372		
Total	403721,218	174			
Total corrigido	40672,601	173			

Pelos dados da análise de variância apresentados na Tabela 9, apenas o critério condição de armazenagem e a

interação (tempo de condicionamento vs. condição de armazenagem) exerceram efeito significativo nos valores de resistência de adesão ( $p < 0,001$ ,  $p = 0,036$ , respectivamente). A aplicação de testes complementares para a comparação dos níveis do fator condição de armazenagem (24 h água, 6 m água e 6 m óleo) revelou redução significativa da resistência de união após 6 meses de armazenagem em água (Tabela 10). Após o mesmo período de armazenagem em óleo, os valores de resistência de união foram estatisticamente semelhantes aos observados após 24 horas de armazenagem em água (grupo controle).

Tabela 10- Testes complementares (Student-Newman-Keuls e Tukey) para comparação dos níveis definidos para a variável condição de armazenagem

Condição de armazenagem (I)	N	Conjunto	
		1	2
6 m água	58	36,30	
24 h água	68		50,33
6 m óleo	47		50,36
Sig. SNK		1,000	0,990
Sig. Tukey		1,000	1,000

Os testes complementares de Student-Newman-Keuls (SNK) e Tukey foram aplicados aos grupos resultantes da interação dos fatores tempo de condicionamento e condição de armazenagem, uma vez que tal interação foi estatisticamente

significante (Tabela 9,  $p=0,036$ ). O resultado foi exatamente o mesmo para os dois testes e incluído na Figura 11 na forma de letras representativas da igualdade das médias. A análise da Figura 11 demonstra que a redução dos valores de resistência de união após 6 meses de armazenagem em água foi maior quando do condicionamento do substrato dentinário por 15 segundos com ácido fosfórico, uma vez que as médias dos grupos G1 e G2 foram estatisticamente diferentes (Tukey,  $p<0,0001$ ). O mesmo não ocorreu entre os grupos G4 e G5 (Tukey,  $p=0,213$ ), onde a dentina foi condicionada por apenas 7 segundos.

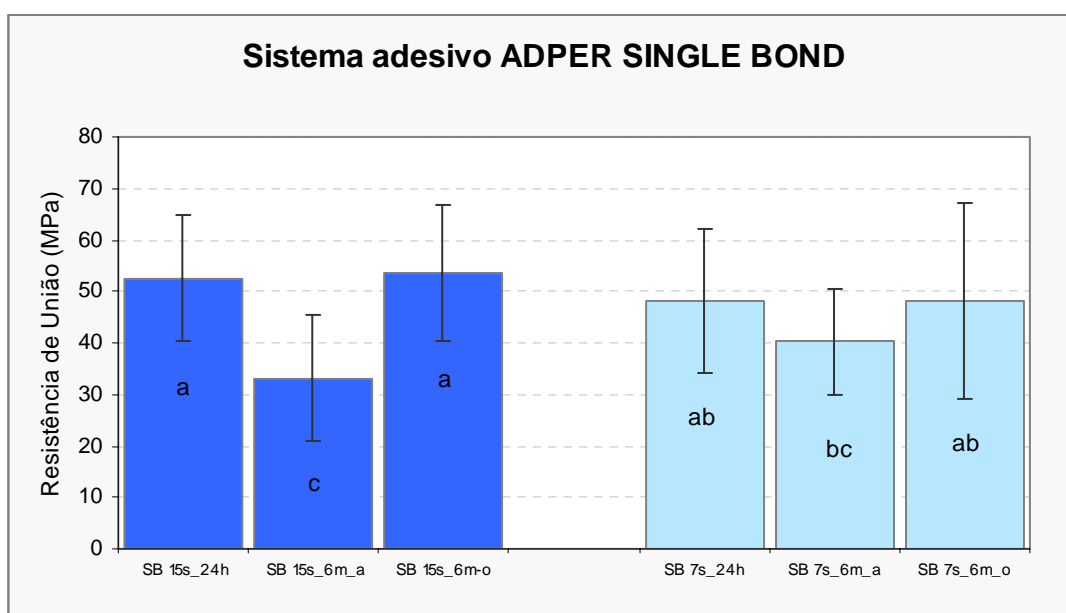


FIGURA 11. Resistência de união do sistema adesivo Adper Single Bond à dentina decídua em função da condição de armazenagem para ambos os tempos de condicionamento do substrato com ácido fosfórico. Colunas com letras iguais representam médias que não diferem entre si estatisticamente (Student-Newman-Keuls e Tukey,  $p>0,05$ ).

A porcentagem de redução da resistência de união para o grupo G2 foi de 36,7% enquanto que para o grupo G5 foi de apenas 16,6%, quando comparados com seus respectivos controle, grupos G1 e G4.

### **5.3. Degradação da interface de união obtida com o sistema Clearfil SE Bond (CSE)**

Os mesmos testes estatísticos aplicados aos dados de resistência de união do sistema Adper Single Bond foram utilizados para a análise do comportamento desta variável para o sistema Clearfil SE Bond, cujos dados analisados estão apresentados na Tabela 11.

Tabela 11- Médias e desvios-padrões dos valores de resistência de união para o sistema Clearfil SE Bond, segundo a condição de armazenagem e tempo de condicionamento do substrato

Tempo de condicionamento	Condição de armazenagem		
	24 h água	6 m água	6 m óleo
20 s (total)	47,5±10,2 (n=26)	49,9±15,6 (n=30)	55,2±15,4 (n=22)
10 s (metade)	47,1±13,8 (n=26)	40,1±14,2 (n=35)	50,2±18,2 (n=24)

Os resultados da análise de variância a dois critérios fixos (condição de armazenagem e tempo de condicionamento)

aplicada aos dados apresentados na Tabela 11, podem ser observados na Tabela 12.

Tabela 12- Análise de variância a dois critérios fixos (condição de armazenagem e de condicionamento) para a variável resistência de união com a aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond

Critério	Soma dos quadrados	Gl	Quadrado médio	F	Sig. (p)
Modelo corrigido	3543,741	5	708,748	3,287	,008
TACIDO	1028,198	1	1028,198	4,768	,030
ARMAZEN	1598,175	2	799,087	3,706	,027
TACIDO *	635,083	2	317,542	1,473	,232
ARMAZEN					
Erro	33852,869	157	215,623		
Total	408783,681	163			
Total corrigido	37396,611	162			

Para o sistema Clearfil SE Bond, ambos os critérios, condição de armazenagem e tempo de condicionamento ácido, exerceram efeito significativo sobre os valores de resistência de união ( $p=0,030$  e  $p=0,027$ , respectivamente). Entretanto, ao contrário do observado para o sistema Single Bond, não houve redução dos valores de resistência de união após armazenagem em água por 6 meses e a armazenagem em óleo pelo mesmo período aumentou significativamente esses valores,

em comparação aos observados para o grupo controle (24 h em água) (Tabela 13).

Tabela 13- Testes complementares (Student-Newman-Keuls e Tukey) para comparação aos pares dos níveis definidos para a variável condição de armazenagem

Condição de armazenagem (I)	N	Conjunto	
		1	2
6 m água	61	44,64	
24 h água	69	47,33	47,33
6 m óleo	47		52,56
Sig. SKN		0,344	0,066
Sig. Tukey		0,611	0,158

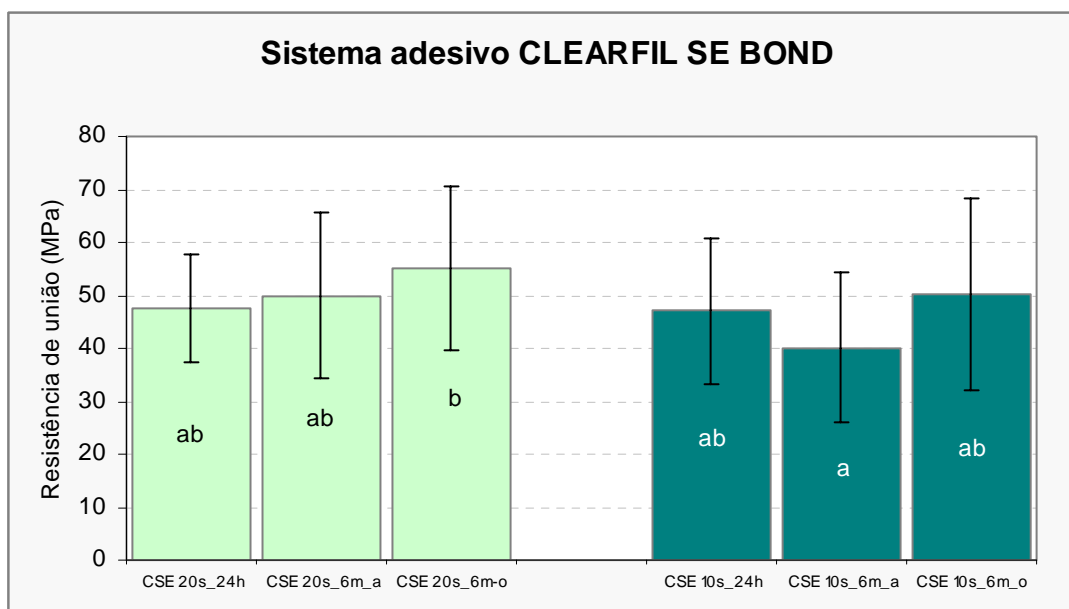


FIGURA 12- Resistência de união do sistema adesivo Clearfil SE Bond à dentina decídua em função da condição de armazenagem para ambos os tempos de condicionamento do

substrato com SE Primer. Colunas com letras iguais representam médias que não diferem estatisticamente (Student-Newman-Keuls e Tukey,  $p>0,05$ )

Embora não significativa (Tabela 12,  $p=0,232$ ), a interação entre os critérios tempo de condicionamento e condição de armazenagem para o sistema Clearfil SE Bond, pode ser visualizada na Figura 12.

#### 5.4. Análise das fraturas e da interface adesiva

A distribuição dos tipos de fratura para os grupos, determinadas pela avaliação em estereomicroscópio, está apresentada na Tabela 14. No presente estudo, a maioria das fraturas ocorreu exclusivamente (adesiva) ou envolvendo a interface adesiva (mista). Isso foi observado para ambos os sistemas adesivos, independente do tempo de condicionamento do substrato e da condição de armazenagem.

Tabela 14- Frequência dos tipos de fratura segundo os grupos

Grupo	N	Tipo de fratura N(%)			
		Adesiva (1)	Coesiva: resina (2)	Coesiva: dentina (3)	Mista (4)
G1: SB 15s_24h água	34	18 (52,9)	1 (2,9)	5 (14,7)	10 (29,4)
G2: SB 15s_6m água	31	20 (64,5)	4 (12,9)	0 (0)	7 (22,6)
G3: SB 15s_6m óleo	26	12 (46,2)	4 (15,4)	4 (15,4)	6 (23,1)
G4: SB 7s_24h água	34	15 (44,1)	4 (11,8)	5 (14,7)	10 (29,4)
G5: SB 7s_6m água	26	17 (65,4)	6 (23,1)	2 (7,7)	1 (3,8)
G6: SB 7s_6m óleo	13	7 (53,8)	3 (23,1)	0 (0)	3 (23,1)
G7: CSE 20s_24h água	26	13 (50,0)	3 (11,5)	4 (15,4)	6 (23,1)
G8: CSE 20s_6m água	28	19 (67,9)	3 (10,7)	1 (3,6)	5 (17,9)
G9: CSE 20s_6m óleo	21	10 (47,6)	1 (4,8)	4 (19,0)	6 (28,6)

G10: CSE 10s_24h água	26	11 (42,3)	6 (23,1)	3 (11,5)	6 (23,1)
G11: CSE 10s_6m água	34	23 (67,6)	6 (17,6)	1 (2,9)	4 (11,8)
G12: CSE 10s_6m óleo	20	8 (40,0)	3 (15,0)	1 (5,0)	8 (40,0)

A representação gráfica da distribuição das fraturas para o sistema adesivo Adper Single Bond, de acordo com o tempo de condicionamento da dentina e condição de armazenagem, pode ser vista na Figura 13, enquanto que para o sistema Clearfil SE Bond, a distribuição das fraturas está graficamente apresentada na Figura 14.

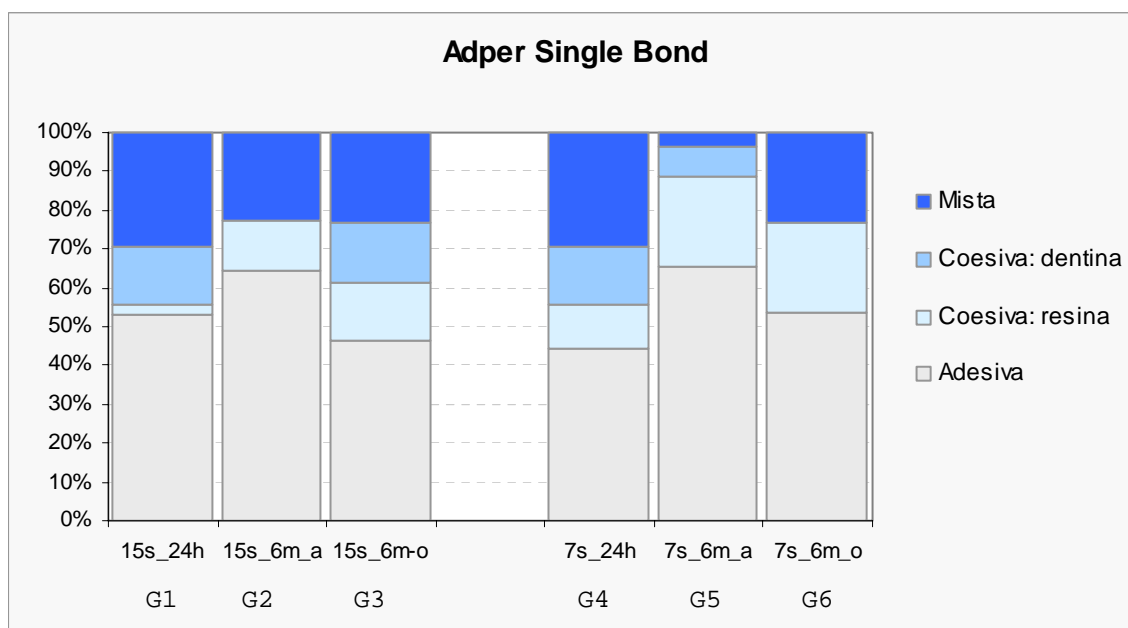


Figura 13- Distribuição dos tipos de fratura para o sistema adesivo Adper Single Bond.

Aumento da frequência de fraturas adesivas foi observado em função do tempo de armazenagem em água, para



ambos os sistemas adesivos, independente do tempo de condicionamento da dentina, enquanto que a frequência de fraturas coesivas da dentina e mistas foi reduzida.

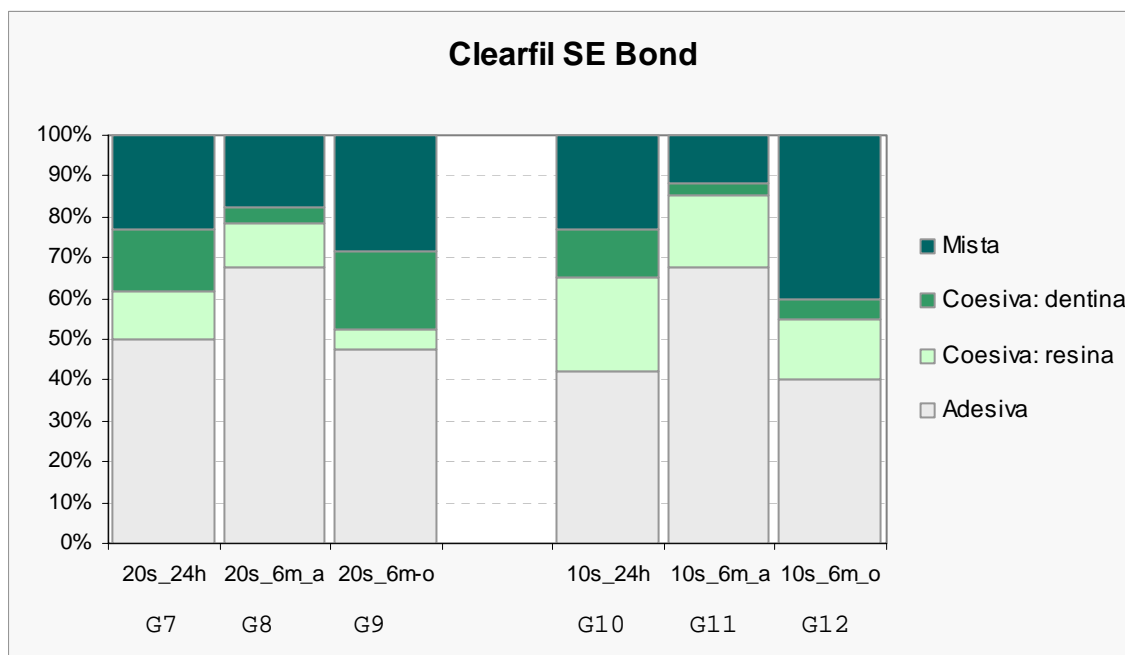


Figura 14- Distribuição dos tipos de fratura para o sistema adesivo Clearfil SE Bond.

Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura (MEV) representativas das interfaces adesivas produzidas com a aplicação dos sistemas adesivos Adper Single Bond e Clearfil SE Bond, armazenadas por 24 horas (grupos controles) e 6 meses em água, são apresentadas nas Figuras 15 e 16, respectivamente.

Após a fratura, ambos os lados (dentina e resina) de três espécimes de cada grupo foram analisados e fotografados

em microscópio eletrônico de varredura (MEV). As fotomicrografias obtidas estão apresentadas nas Figuras de 17 a 29.

FIGURA 15- Interfaces produzidas com o sistema Adper Single Bond, armazenadas em água por 24 horas (15A e 15C) e por 6 meses (15B e 15D). Um grande número de *tags* de resina, longos e em forma de funil, contendo inúmeras ramificações laterais (*pointers*) foram observados em todas as interfaces. (15A) Condicionamento com ácido fosfórico por 15 segundos. A espessura da camada híbrida formada pode ser visualizada entre as setas. (15B) Condicionamento por 15 segundos e armazenagem em água por 6 meses. Nenhuma alteração morfológica evidente foi detectada em comparação com a interface apresentada na figura 15A. (15C) Condicionamento da dentina por 7 segundos. A espessura da camada híbrida formada (entre setas) foi aproximadamente metade da observada na figura 15A. (15D) Condicionamento por 7 segundos e armazenagem em água por 6 meses. Também não foi observada nenhuma alteração morfológica significativa quando comparada à interface ilustrada na figura 15C. RC = resina composta; RA = resina adesiva; D = dentina.

FIGURA 16- Interfaces produzidas com o sistema Clearfil SE Bond. (16A) Um menor número de *tags* de resina pode ser observado quando comparado ao número presente nas interfaces produzidas com o sistema Single Bond (Figura 15). Essas estruturas são curtas e cilíndricas com ramificações laterais em pequeno número e pouco evidentes (*pointers*). (16A) Condicionamento com SE Primer por 20 segundos. A camada híbrida, devido à pequena espessura, não pôde ser mensurada. Entretanto, pôde ser identificada pela linha eletrodensa na superfície da dentina (setas). A camada de resina adesiva (RA) é espessa, principalmente quando comparada com a camada observada nas interfaces obtidas com o sistema Single Bond. (16B) Condicionamento por 20 segundos e armazenagem em água por 6 meses. Nenhuma alteração morfológica evidente foi observada. (16C) Aplicação do SE Primer por 10 segundos. A região eletrodensa demarcada pelas setas representa a camada híbrida. A espessura da resina adesiva (RA) foi maior nesse espécime. (16D) Condicionamento por 10 segundos e armazenagem em água por 6 meses. Espessa camada de resina adesiva (RA). Sem alterações morfológicas evidentes. RC = resina composta; D = dentina.

FIGURA 17. Espécime armazenado em água por 24 horas, o qual recebeu a aplicação do sistema Adper Single Bond após o condicionamento da dentina por 15 segundos (G1). (17A) Lado resina do espécime fraturado. (17B) Região demarcada [b] na figura 17A. (17C) Maior aumento da figura 17B evidenciando a presença de fibrilas de colágeno sobre toda a superfície. (17D) Lado dentina do espécime. (17E) Região demarcada [e] na figura 17D. Imagem sugestiva de fratura coesiva da resina adesiva. (17F) Região demarcada [f] na figura 17D, demonstrando a presença de fibrilas de colágeno e vários túbulos dentinários preenchidos por *tags*, indicando fratura coesiva dessas estruturas (*pointers*).

FIGURA 19- Espécime do grupo G4, Adper Single Bond após condicionamento ácido por 7 segundos e armazenagem em água por 24 horas. (19A) Lado resina do espécime. (19B) Área demarcada como [b] na figura 19A. Presença de fibrilas de colágeno expostas sobre toda a superfície e *tags* de resina fraturados. (19C) Maior aumento da figura 19B. (19D) Lado dentina. (19E) Área demarcada como [e] na figura 19D. Observamos alguns túbulos dentinários abertos e outros obliterados por *tags* de resina fraturados. (19F) Maior aumento da figura 19E evidenciando a presença de fibrilas de colágeno e de túbulos obliterados (*pointers*). Pela análise conjunta das partes fraturadas, o aspecto morfológico sugere fratura na zona de dentina desmineralizada.

FIGURA 20- Espécime do grupo Adper Single Bond após 7 segundos de condicionamento ácido, armazenado em água por 24 horas (G4). (20A) Lado dentina. (20B) Maior aumento da figura 20A demonstrando a presença de fibrilas de colágeno e fratura coesiva de *tags* de resina. (20C) Lado dentina. (20D) Maior aumento da figura 20C. A morfologia observada representa exatamente o negativo dos detalhes da figura 20B. A análise conjunta das partes do espécime fraturado sugere que a fratura ocorreu na zona de dentina desmineralizada.

FIGURA 21- Espécime que recebeu aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond após condicionamento da dentina com SE Primer por 20s segundos. Armazenagem em água por 24 horas (G7). (21A) Lado resina do espécime fraturado. (21B) Região demarcada [b] na figura 21A. Imagem sugestiva de exposição de tecido dentinário, com muitos túbulos abertos. (21C) Região [c] da figura 21A, sugerindo fratura coesiva da resina adesiva. (21D) Lado resina do espécime. (22E) Região [e] da figura 21D. Interface entre resina adesiva (RA) e *smear layer* hibridizada (SH), caracterizada por numerosas estruturas globulares. (21F) Presença de estruturas globulares pequenas, dispersas em meio à estruturas globulares de maior tamanho sugestivas da hibridização da *smear plug* presente no interior dos túbulos dentinários (*pointers*). Essa imagem representa a região [f] da figura 21D. Embora complexa, a fratura, pelo menos em parte, ocorreu entre a *smear layer* hibridizada e a camada de resina adesiva.



FIGURA 22- Espécime pertencente ao grupo que recebeu a aplicação do sistema Clearfil SE Bond após 20 segundos de condicionamento com SE Primer, armazenado em água por 24 horas (G7). (22A). Lado resina do espécime. (22B) e (22C) Imagens sugestivas de fratura na camada de resina adesiva. (22D) Lado dentina. (22E) Aspecto globular da superfície sugerindo a presença da *smear layer* hibridizada após dissolução parcial. (22F) Maior aumento da figura 22E onde os glóbulos podem ser facilmente identificados. A fratura desse espécime provavelmente ocorreu entre a *smear layer* hibridizada e a resina adesiva.

FIGURA 23- Espécime pertencente ao Grupo 10, Clearfil SE Bond aplicado após condicionamento por 10 segundos com SE Primer, armazenado em água por 24 horas. (24A) Lado resina do espécime fraturado. (24B) Região demarcada [b] na figura 23A. Presença de pequenos glóbulos na metade inferior da imagem e de estruturas morfológicas sugestivas da entrada dos túbulos dentinários contendo a *smear plug* hibridizada (*pointers*) na metade superior. (23C) Superfície contendo parte da *smear layer* hibridizada (SH) e resina adesiva (RA). (23E) Superfície coberta pela *smear layer* hibridizada ilustrando a região [e] demarcada na figura 23D. (23F) Maior aumento da figura 23E. A análise conjunta dos fragmentos sugere que a ocorrência da fratura foi parcialmente na *smear layer* hibridizada e, parcialmente, entre essa camada e a de resina adesiva.

FIGURA 24- Espécime que recebeu aplicação do sistema Adper Single Bond após 15 segundos de condicionamento, envelhecido em água por 6 meses (G2). (24A) Lado resina do espécime. (24B) Região demarcada [b] na figura 24A. (24C) Maior aumento da figura anterior, demonstrando porosidades na superfície, sugestivas da degradação do constituinte polimérico. (24D) Lado dentina. (24E) Região destacada como [e] na figura 24D, com muitos túbulos dentinários fechados por *tags* de resina fraturados. (24F) Maior aumento da figura 24E onde podem ser identificadas fibrilas de colágeno na superfície. As imagens sugerem que ocorreu degradação da camada híbrida a qual favoreceu a ocorrência de fratura nessa região.

FIGURA 25- Espécime pertencente ao G2, onde após o condicionamento da dentina por 15 segundos com ácido fosfórico, foi aplicado o sistema adesivo Adper Single Bond e realizada a armazenagem em água por 6 meses. (25A) Lado resina do espécime. Presença de *tags* de resina fraturados (*pointers*). (25B) Região demarcada [b] na figura 25A. Túbulos dentinários preenchidos por *tags* fraturados e regiões com escassas fibrilas de colágeno. Presença de porosidades (★) que sugerem extração do componente polimérico. (25C) Lado dentina do espécime. (25D) Maior aumento da figura 25C, exibindo túbulos dentinários obliterados (*pointers*) e superfície de dentina desprovida de colágeno sugerindo degradação hidrolítica dessas estruturas (►). Fratura adesiva ocorrida provavelmente na base da camada híbrida.

FIGURA 26- Espécime pertencente ao grupo onde o sistema Adper Single Bond foi aplicado após 15 segundos de condicionamento da dentina, armazenado em água por 6 meses (G2). (26A) Lado resina do espécime. (26B) Detalhe da região central da figura 26A, com grande número de porosidades, evidenciadas em maior aumento na figura 26C. (26D) Lado dentina do mesmo espécime. (26E) Região central da figura 26D em maior aumento demonstrando túbulos dentinários abertos, parcialmente ou totalmente obliterados por material resinoso. (26F) Maior aumento da figura 26E. Ausência de fibrilas de colágeno sugerindo degradação hidrolítica desse componente. Em conjunto, as figuras demonstram degradação da camada híbrida, provavelmente iniciada em sua base.

FIGURA 27- Espécime onde a dentina foi condicionada por 7 segundos seguido da aplicação do sistema adesivo Adper Single Bond e armazenagem em água por 6 meses (G5). (27A) Lado resina do espécime. (27B) Região [b] demarcada na figura anterior. Fratura coesiva de *tags* de resina (*pointers*). (27C) Região demarcada [c] na figura 27A evidenciando a presença de adesivo em grande parte da superfície (A). (27D) Lado dentina do espécime. (27E) Região [e] da figura 27D. Interface entre adesivo (A) e zona de dentina desmineralizada (DD). (27F) Região demarcada como [f] na figura anterior em maior aumento. Presença de fibrilas de colágeno expostas na superfície sem sinais de degradação e túbulos dentinários obliterados por material resinoso (*pointers*). Provavelmente a fratura ocorreu entre a camada de adesivo e a resina composta e na zona de dentina desmineralizada.

FIGURA 28- Espécime pertencente ao G8, Clearfil SE Bond após condicionamento por 20 segundos com SE Primer, armazenado em água por 6 meses. (28A) Lado resina do espécime. (28B) Região [b] da figura 28A, sugerindo fratura coesiva da resina composta ou da resina adesiva. Sinais de degradação polimérica podem ser visualizados na figura 28C, representados pelas porosidades presentes. (28D) Lado correspondente à dentina. As regiões [e] e [f] destacadas na figura estão respectivamente apresentadas em maior aumento nas figuras 28E e 28F.

FIGURA 29- Espécime pertencente ao grupo onde o sistema Clearfil SE Bond foi aplicado após 10 segundos de condicionamento. Armazenagem em água por 6 meses (G10). (29A) Lado resina do espécime. (29B) Região [b] demarcada na figura 29A sugerindo fratura coesiva da resina adesiva. (29C) Maior aumento da região [c] destacada na figura 29A, caracterizando fratura coesiva da resina composta. (29D) Lado correspondente à dentina. (29E) Região [e] da figura anterior demonstrando a presença de algumas estruturas globulares sugestivas de regiões expostas da *smear layer* hibridizada (★). Essas estruturas são vistas em maior aumento na figura 29F.



## 6. Discussão

A longevidade de restaurações adesivas depende em grande parte da durabilidade da união entre resina e substrato dentário (OKUDA et al.<sup>37</sup>; KOSHIRO et al.<sup>29</sup>). Porém, antes mesmo de ser desafiada pela hostilidade da cavidade bucal, a interface adesiva deve superar o desafio imposto pela contração de polimerização da resina composta. A avaliação da resistência de união imediata, conseqüentemente, é importante não apenas para a comparação entre materiais e técnicas, mas como critério a ser considerado no desenvolvimento de novos produtos. A partir dos valores imediatos também é possível registrar a degradação da união adesiva, a qual vem sendo o objeto de investigação de inúmeros estudos (SANO et al.<sup>50</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>17,21,22,23</sup>; OKUDA et al.<sup>37</sup>; DE MUNCK et al.<sup>12</sup>; NAKAJIMA et al.<sup>34</sup>; SHIRAI et al.<sup>54</sup>; YIU et al.<sup>73</sup>; KOSHIRO et al.<sup>29</sup>).

Sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes utilizam diferentes mecanismos para promover a retenção micromecânica de resinas ao substrato dentinário. Os primeiros são aplicados após a remoção completa da *smear layer* e desmineralização superficial da dentina via condicionamento com agentes quelantes ou ácidos minerais. Os segundos são aplicados diretamente sobre a dentina coberta com *smear layer*, a qual é dissolvida e incorporada à interface adesiva. A desmineralização da dentina subjacente

é realizada via monômeros funcionais ácidos polimerizáveis (TAY e PASHLEY<sup>61</sup>). O grau de agressividade dos sistemas autocondicionantes, ou seja, sua capacidade de dissolver a *smear layer* e desmineralizar a dentina subjacente está diretamente relacionada à sua acidez (pH). Sistemas considerados agressivos podem desmineralizar a dentina com a mesma intensidade do ácido fosfórico (TAY e PASHLEY<sup>61</sup>; WANG e SPENCER<sup>70</sup>).

A despeito dos diferentes mecanismos de adesão, valores equivalentes de resistência de união imediata a dentina têm sido demonstrados para sistemas convencionais e autocondicionantes quando aplicados em dentes permanentes (BURROW et al.<sup>5</sup>; NAKAJIMA et al.<sup>34</sup>; SHIRAI et al.<sup>54</sup>) e em dentes decíduos (BURROW et al.<sup>5</sup>; SENAWONGSE et al.<sup>52</sup>). No presente estudo, após 24 horas de armazenagem em água, resistência de união comparável foi observada entre os sistemas Adper Single Bond e Clearfil SE Bond. Alguns eventos poderiam explicar esse resultado como a qualidade da camada híbrida, união química ao substrato e espessura da camada de adesivo.

A permeação da dentina desmineralizada por monômeros resinosos resulta na formação de uma camada híbrida (NAKABAYASHI et al.<sup>32</sup>) a qual representa a principal estrutura promotora da retenção micromecânica das resinas à dentina. Conseqüentemente, seria plausível concluir que o aumento da espessura dessa estrutura resultaria em melhor

desempenho adesivo. Entretanto, enquanto a espessura da camada híbrida formada com a aplicação do sistema Single Bond é, em média, de 2 a 4  $\mu\text{m}$  (BURROW et al.<sup>5</sup>; WANG e SPENCER<sup>69</sup>), camadas híbridas formadas com a utilização do sistema Clearfil SE Bond correspondem à espessura aproximada de cinco fibrilas de colágeno, ou seja, 0,5  $\mu\text{m}$  (TAY e PASHLEY<sup>61</sup>). Embora poucas interfaces adesivas tenham sido avaliadas em microscopia eletrônica de varredura, observamos a formação de uma distinta zona de interdifusão quando da utilização do sistema Single Bond após o condicionamento da dentina por 15 segundos, com espessura de aproximadamente 4  $\mu\text{m}$ . Essa espessura foi reduzida para cerca de 2  $\mu\text{m}$  quando o tempo de condicionamento foi realizado por apenas 7 segundos, o que não resultou em redução dos valores de resistência de união. A mesma ausência de influência do tempo de aplicação do primer acidificado foi verificada para o sistema Clearfil SE Bond, contudo, a camada híbrida não pôde ser mensurada em MEV devido a sua pequena espessura. Impossibilidade de distinção dessa estrutura também foi observada por Kaaden et al.<sup>27</sup> e Wang e Spencer<sup>72</sup>. Camadas híbridas finas, porém detectáveis, com aproximadamente 2  $\mu\text{m}$  de espessura, foram observadas por Burrow et al.<sup>5</sup> em dentes decíduos. Entretanto, em seu estudo foi utilizado o sistema adesivo Prime & Bond NT/NRC, o qual é mais agressivo do que o sistema adesivo autocondicionante utilizado em nosso

estudo, por apresentar um pH mais baixo de 1,2 (TAY E PASHLEY<sup>61</sup>). Camadas híbridas claramente visíveis também foram detectadas após a utilização de sistemas autocondicionantes agressivos como o Prompt L-Pop (pH 1,0) e o Etch & Prime 3.0 (pH 0,7) (KAADEN et al.<sup>27</sup>).

Inexistência de correlação positiva entre espessura da camada híbrida e resistência de união tem sido demonstrada para dentes permanentes (PIOCH et al.<sup>43</sup>; PRATI et al.<sup>45</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>16</sup>). Valores de resistência de união menores foram observados quando a dentina foi condicionada por períodos que excediam 15 segundos nos sistemas convencionais, simplificados ou não, que foram subsequentemente aplicados (PIOCH et al.<sup>43</sup>). Redução da resistência de união com o aumento da espessura da camada híbrida também foi observada por Hashimoto et al.<sup>16</sup>. Desta forma, a espessura da camada híbrida não pode ser considerada isoladamente como fator indicativo da resistência e qualidade da interface adesiva (PIOCH et al.<sup>43</sup>). A presença de porosidades e áreas de colágeno exposto são mais comuns nas camadas híbridas espessas devido a redução gradual da infiltração monomérica ao longo da dentina desmineralizada (SANO et al.<sup>47</sup>; NAKABAYASHI et al.<sup>31</sup>; TAY et al.<sup>62</sup>). Alterações dimensionais dessa estrutura, representadas pela contração das fibrilas de colágeno e redução do espaço inter-fibrilar, são induzidas por componentes dos sistemas adesivos, como os solventes

(NAKAJIMA et al.<sup>33</sup>). Associado a esse fato, a porção superior da dentina intertubular desmineralizada pode se tornar relativamente menos porosa devido ao colapso das fibrilas de colágeno após rápida secagem da dentina (PASHLEY et al.<sup>41</sup>), permitindo que apenas uma pequena quantidade de monômeros consiga impregná-la. Desta forma, a hibridização inadequada pode aumentar consideravelmente com o aumento da espessura da camada híbrida, refletindo em redução da resistência de união (PIOCH et al.<sup>43</sup>) e maior susceptibilidade à degradação da interface adesiva.

Hibridização incompleta e presença de uma zona de colágeno exposto não encapsulado por monômeros resinosos na base da camada híbrida têm sido demonstradas em vários estudos (SPENCER e SWAFFORD<sup>55</sup>; WANG e SPENCER<sup>69</sup>; SPENCER et al.<sup>57</sup>). Essa zona é considerada a menos resistente da interface (SANO et al.<sup>50</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>16,20</sup>) e altamente vulnerável à degeneração ao longo da vida útil da restauração (SPENCER e SWAFFORD<sup>55</sup>). Utilizando espécimes corados com tricrômico de Goldner avaliados em microscopia de luz, Spencer e Swafford<sup>55</sup> observaram a presença de uma distinta zona corada em vermelho na interface resina-dentina formada com o sistema Single Bond, de aproximadamente 2 µm de espessura, a qual representa proteína disponível para a reação com o corante ácido utilizado. Em estudos subsequentes utilizando a mesma técnica, também foi demonstrado que o sistema adesivo Single Bond não foi capaz

de penetrar completamente a dentina desmineralizada (WANG e SPENCER<sup>69</sup>; SPENCER et al.<sup>57</sup>).

Nos espécimes tratados com Single Bond, avaliados em MEV após o teste de microtração, fibrilas de colágeno foram observadas em ambos os lados fraturados, dentina e resina, indicando que a fratura ocorreu na zona de dentina desmineralizada. Esse padrão de fratura foi observado em cinco dos seis espécimes avaliados. Os mesmos resultados foram observados por Shirai et al.<sup>54</sup> após 1 dia de armazenagem dos espécimes em água.

Infiltração incompleta pode ocorrer por várias razões, entretanto, duas são reconhecidamente limitantes da infiltração do sistema Single Bond entre as fibrilas de colágeno. A primeira é a presença de um copolímero do ácido polialcenóico em sua composição, o qual apresenta um elevado peso molecular (PM=14.000-20.000) e uma alta afinidade por cálcio (SHIRAI et al.<sup>54</sup>). Esse componente não consegue penetrar por entre os espaços nanométricos criados entre as fibrilas de colágeno pela remoção ácida do conteúdo mineral, resultando na formação de uma película na superfície da dentina desmineralizada a qual bloqueia fisicamente a infiltração de outros monômeros (VAN MEERBEEK et al.<sup>67</sup>; ELIADES et al.<sup>13</sup>). A segunda é a separação física dos componentes hidrofílicos e hidrofóbicos constituintes desse sistema devido à presença excessiva de água nos espaços inter-fibrilares. O fenômeno de separação de fases pode

comprometer a integridade estrutural da camada híbrida, tornando-a mais porosa e impedindo a penetração do adesivo ao longo da dentina desmineralizada (SPENCER e WANG<sup>56</sup>; SPENCER et al.<sup>57</sup>).

Enquanto a identificação de uma zona de dentina desmineralizada é comum nas interfaces adesivas formadas com o emprego de sistemas convencionais (SANO et al.<sup>48,49</sup>; SPENCER e SWAFFORD<sup>55</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>17</sup>; WANG e SPENCER<sup>69,70</sup>; SPENCER et al.<sup>57</sup>), tal ocorrência não deveria ser esperada para os sistemas autocondicionantes, uma vez que a desmineralização da dentina e a infiltração monomérica ocorrem simultaneamente (WANG e SPENCER<sup>72</sup>). Entretanto, enquanto a desmineralização pelo ácido fosfórico é completamente interrompida com sua remoção pela lavagem, a promovida pelos monômeros funcionais ácidos poderia prosseguir uma vez que esses monômeros não são removidos da interface. Oliveira et al.<sup>39</sup> demonstraram que mesmo após a aplicação da resina adesiva e sua fotoativação, houve uma pequena desmineralização adicional à observada após os 20 segundos de aplicação do primer autocondicionante. Desta forma, a interrupção da desmineralização da dentina não ocorreu imediatamente após a fotoativação do agente adesivo, resultando na formação de uma fina camada de dentina desmineralizada na base da camada híbrida, inadequadamente protegida por monômeros resinosos. Recentemente, Wang e Spencer<sup>69</sup> e Carvalho et al.<sup>10</sup> também observaram zonas de

dentina parcialmente desmineralizada e não infiltrada na base de camadas híbridas produzidas após a utilização de alguns sistemas adesivos autocondicionantes, incluindo o sistema Clearfil SE Bond.

Fibrilas de colágeno desnudas não foram observadas na superfície dos espécimes analisados em MEV após o ensaio mecânico, como ocorreu para o sistema Adper Single Bond. Embora possivelmente presente, a ação deletéria dessa zona para os sistemas autocondicionantes, ou seja, sua contribuição no processo de degradação da união resina-dentina, ainda precisa ser investigada. Em contrapartida, partículas globulares em meio a estruturas amorfas foram freqüentemente observadas, sugerindo que as falhas ocorreram ao longo do complexo hibridizado. De fato, devido a sua pequena agressividade, o sistema Clearfil SE Bond não dissolve completamente a *smear layer* a qual torna-se hibridizada pelo componente polimérico (TAY e PASHLEY<sup>61</sup>). Poderíamos especular que essa camada seria a mais frágil da interface resultante da aplicação de sistemas adesivos pouco agressivos. Entretanto, a remoção da *smear layer* com ácido etileno diaminotetraacético (EDTA 0,5M) previamente à aplicação do sistema Clearfil SE Bond, embora tenha aumentado significativamente a resistência de união imediata (JACQUES e HEBLING<sup>26</sup>) não exerceu influência sobre a degradação da interface adesiva após 24 meses de armazenagem em água (dados não publicados).



Os altos valores de resistência de união alcançados por sistemas autocondicionantes, igualando-se ou até mesmo superando os valores obtidos com a utilização de sistemas convencionais, a despeito da diferença em espessura da camada híbrida e incorporação da *smear layer* na interface de união, também podem ser parcialmente creditados à união química desses sistemas ao substrato. Yoshida et al.<sup>74</sup> demonstraram que monômeros funcionais presentes nas formulações de sistemas autocondicionantes reagem quimicamente com a hidroxiapatita remanescente ao redor das fibrilas de colágeno parcialmente desmineralizadas. O monômero funcional 10-metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato (10-MDP) presente no sistema Clearfil SE Bond adere rapidamente à hidroxiapatita, formando ligações bastante estáveis e resistentes à ação da água. O melhor desempenho adesivo à dentina observado para o sistema Clearfil SE Bond em comparação a sistemas adesivos que contém outros monômeros funcionais como o 4-MET (4-metacriloxietil trimetílico) têm sido atribuídos à sua forte união química ao substrato (INOUE et al.<sup>25</sup>).

Por fim, para explicar a equivalência de desempenho adesivo imediato entre os sistemas Single Bond e Clearfil SE Bond, além da superior qualidade da camada híbrida e adesão química ao componente mineral do substrato, observados para o último, podemos considerar a contribuição da camada de resina adesiva. Camadas espessas de resina adesiva podem

funcionar como uma estrutura intermediária de liberação de tensões, compensando o estresse resultante da contração de polimerização da resina composta, devido ao seu baixo módulo de elasticidade (CHOI et al.<sup>11</sup>). No presente estudo, pôde ser claramente visualizado nos espécimes analisados em MEV, que a espessura da camada adesiva resultante da utilização do sistema Clearfil SE Bond foi muito maior do que a obtida com o sistema Single Bond, mesmo após 2 aplicações. Essa maior espessura é resultante da maior viscosidade desse componente (SE Bond), o que por sua vez é consequência da presença de partículas de carga e a ausência de solventes.

Camadas híbridas mais espessas têm sido observadas em dentes decíduos quando o mesmo tempo de condicionamento ácido indicado para a dentina permanente é utilizado (NÖR et al.<sup>35,36</sup>; SHASHIKIRAN et al.<sup>53</sup>; BURROW et al.<sup>5</sup>). Tal fato tem sido atribuído à maior reatividade da dentina decídua à substâncias ácidas (NÖR et al.<sup>35,36</sup>; SARDELLA et al.<sup>51</sup>), provavelmente relacionada ao menor conteúdo mineral desse substrato em comparação ao da dentina de dentes permanentes (ANGKER et al.<sup>2</sup>), refletindo em inferior capacidade tampão de neutralização de ácidos (SARDELLA et al.<sup>51</sup>). Camadas híbridas equivalentes em espessura foram obtidas em dentes decíduos e permanentes quando o tempo de condicionamento ácido nos primeiros foi reduzido em 50% (NÖR et al.<sup>35,36</sup>; SHASHIKIRAN et al.<sup>53</sup>).

Após 24 horas de armazenagem em água, a redução do tempo de condicionamento ácido da dentina decídua não influenciou negativamente os valores de resistência de união de ambos os sistemas adesivos avaliados. Esses valores foram estatisticamente comparáveis após 20 e 10 segundos de condicionamento da dentina com SE Primer e 15 e 7 segundos de utilização do ácido fosfórico. Os resultados observados em nosso estudo para o sistema Clearfil SE Bond são corroborados por Sardella et al.<sup>51</sup>. Entretanto em seu estudo, valores estatisticamente superiores de resistência de união foram observados para o sistema Single Bond quando o tempo de condicionamento com ácido fosfórico foi reduzido em aproximadamente 50%. Abu-Hanna e Gordan<sup>1</sup> também observaram que a redução do tempo de condicionamento da dentina permanente, de 15 para 5 segundos, não exerceu efeito adverso nos valores de resistência de união de sistemas adesivos convencionais simplificados, incluindo o sistema Single Bond, ao substrato.

Embora períodos mais longos de condicionamento não tenham sido deletérios ao desempenho adesivo, observação essa contrária ao demonstrado por alguns estudos (UNO e FINGER<sup>65</sup>; PIOCH et al.<sup>43</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>20</sup>; WANG e SPENCER<sup>69</sup>), a extensão da desmineralização pode ter sido influenciada (UNO e FINGER<sup>64</sup>). Aumento do tempo de contato do ácido com a dentina resulta em maior desmineralização e conseqüentemente na formação de zonas de interdifusão mais

espessas (UNO e FINGER<sup>64</sup>; PIOCH et al.<sup>43</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>20</sup>; WANG e SPENCER<sup>69</sup>). Conseqüentemente, como já mencionado, a presença de porosidades e áreas de colágeno exposto é mais provável (SANO et al.<sup>47</sup>; TAY et al.<sup>62</sup>), favorecendo sobremaneira a degradação da união resina-dentina (NAKABAYASHI et al.<sup>30,31</sup>).

A armazenagem em água tem sido frequentemente utilizada como método de investigação da longevidade de interfaces adesivas (OKUDA et al.<sup>37</sup>; DE MUNCK et al.<sup>12</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>17,18,19,21,23</sup>; NAKAJIMA et al.<sup>34</sup>; SHIRAI et al.<sup>54</sup>; YIU et al.<sup>73</sup>), embora não reproduza fielmente a dinâmica da cavidade bucal, desconsiderando a contribuição das forças oclusais, alterações de temperatura e enzimas proteolíticas bacterianas. Nesse sentido, são poucos os estudos sobre a degradação de interfaces adesivas realizados *in vivo* (SANO et al.<sup>50</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>17,18</sup>; TAKAHASHI et al.<sup>60</sup>; KOSHIRO et al.<sup>29</sup>).

No presente estudo, redução significativa dos valores de resistência de união após 6 meses de armazenagem em água, foram observados para o sistema Adper Single Bond. Embora não tenha sido detectada diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união imediata para os tempos de condicionamento da dentina, em longo prazo, maior redução foi observada quando o ácido foi aplicado pelo período mais longo. Valores aproximadamente 36,7% inferiores aos obtidos no período de 24 horas foram

observados quando o sistema convencional foi aplicado após 15 segundos de condicionamento, enquanto que valores aproximadamente 16,6% menores foram observados quando a dentina foi condicionada por aproximadamente metade desse tempo. A redução do tempo de condicionamento da dentina decídua, embora não tenha impedido a ocorrência de deterioração dos componentes da interface adesiva, parece tê-la tornado menos susceptível aos fenômenos de degradação, provavelmente pela formação de camadas híbridas contendo um menor número de imperfeições em função da reduzida desmineralização da dentina em profundidade.

Vários fenômenos têm sido reconhecidamente associados à deterioração em longo prazo dos constituintes da união resina-dentina, entre eles, a degradação hidrolítica polimérica e do colágeno. Ambos os fenômenos estão relacionados à presença de água, originária tanto do próprio substrato dentinário, quanto da composição e técnica de aplicação dos sistemas adesivos e da infiltração marginal.

A permeação de líquidos via espaços nanométricos presentes entre as fibrilas de colágeno expostas na camada híbrida, denominada de nanoinfiltração, tem sido considerada altamente prejudicial à longevidade da união resina-dentina (SANO et al.<sup>49</sup>; HASHIMOTO et al.<sup>17,20</sup>; TAY et al.<sup>63</sup>). Esse fenômeno tem sido observado em interfaces produzidas com ambos os sistemas adesivos, convencionais e autocondicionantes. Enquanto que para os primeiros, o

principal caminho para a nanoinfiltração são os espaços existentes ao longo da camada híbrida devido à infiltração incompleta de monômeros (OKUDA et al.<sup>37</sup>), para os últimos, esse fenômeno tem sido atribuído à remoção incompleta de água, a qual é retida via ligações de hidrogênio estabelecidas com o polímero hidrofílico (SANO et al.<sup>50</sup>; PASHLEY et al.<sup>42</sup>).

Perda de resistência mecânica tem sido considerada um sinal da degradação de polímeros. Quando espécimes produzidos com o sistema Adper Single Bond foram armazenados em água por 3 e 6 meses, redução significativa da resistência máxima à tração e módulo de elasticidade foi observada (CARRILHO et al.<sup>7</sup>). A absorção de água por sistemas adesivos resulta na plastificação dos componentes resinosos e expansão higroscópica do polímero, reduzindo as forças friccionais existentes entre as cadeias poliméricas (FERRACANE et al.<sup>15</sup>). Ainda no mesmo estudo, manutenção ou aumento das propriedades mecânicas após 180 dias de armazenagem em óleo foi observado. Considerando o componente polimérico constituinte das interfaces adesivas avaliadas no presente estudo, os mesmos argumentos descritos por Carrilho et al.<sup>7</sup> poderiam ser utilizados para explicar nossos resultados, uma vez que valores estatisticamente comparáveis foram observados para os espécimes armazenados em água por 24 horas e em óleo por 6 meses. Neste sentido, a armazenagem em óleo pode ter favorecido a conversão de monômeros em

polímeros, assim como ter removido qualquer água remanescente na interface, desidratando os espécimes e tornando-os mais rígidos e resistentes à fratura.

Aumento da porosidade na superfície foi observado em todos os espécimes avaliados em MEV, pertencentes ao grupo onde a dentina foi condicionada por 15 segundos com ácido fosfórico e armazenados em água por 6 meses. O mesmo não foi visto para os espécimes do grupo de 7 segundos de condicionamento. Provavelmente, pela desmineralização mais profunda nos primeiros, infiltração incompleta e inconsistente ao longo da dentina desmineralizada ocorreu em maior magnitude, favorecendo a permeação dos constituintes da união resina-dentina pela água. O aumento da porosidade na superfície dos espécimes foi resultado da extração pela água de monômeros não polimerizados presentes na interface e da degradação do poli-HEMA (SANO et al.<sup>50</sup>). Essa mesma alteração morfológica foi observada em outros estudos (HASHIMOTO et al.<sup>17-22</sup>).

As porosidades observadas nos espécimes fraturados não foram observadas na análise da seção transversal da união resina-dentina. Nenhuma alteração morfológica foi identificada quando interfaces armazenadas por 24 horas foram comparadas as armazenadas por 6 meses em água. Possivelmente, as porosidades presentes foram inadvertidamente preenchidas durante o polimento dos

espécimes para análise em MEV, mascarando a natureza porosa da camada híbrida.

A técnica empregada no presente estudo para a avaliação morfológica da união resina-dentina em MEV, a qual inclui o polimento sequencial da superfície seguido do tratamento com ácido clorídrico e hipoclorito de sódio, tem sido amplamente utilizada. Entretanto, Wang e Spencer<sup>71</sup> recentemente demonstraram que a morfologia da camada híbrida é profundamente afetada pelo polimento dos espécimes previamente à análise em MEV, induzindo a conclusões falso-positivas sobre a qualidade dessa estrutura. As observações do estudo de Wang e Spencer<sup>71</sup> poderiam explicar a ausência de alteração visível na morfologia das interfaces adesivas produzidas com o sistema adesivo Adper Single Bond, após condicionamento ácido por 15 segundos e armazenagem em água por 6 meses, uma vez que esse achado não condiz com as características morfológicas observadas para o mesmo grupo nos espécimes fraturados, onde um grande número de porosidades pôde ser identificado, sugerindo degradação polimérica.

Associada à degradação polimérica, degradação de fibrilas de colágeno desprovidas de proteção mineral também tem sido demonstrada. Após 500 dias de imersão em água foi observada desorganização da rede de colágeno exposta pela depleção ácida do conteúdo mineral da dentina, redução da espessura da camada de dentina desmineralizada, aumento dos



espaços interfibrilares e redução do diâmetro das fibrilas de colágeno (HASHIMOTO et al.<sup>22</sup>). Todas essas alterações são resultantes da degradação hidrolítica do colágeno. Em nosso estudo, áreas sugestivas de degradação de fibrilas de colágeno foram observadas apenas para espécimes pertencentes ao grupo de 15 segundos de condicionamento da dentina com ácido fosfórico, armazenados em água por 6 meses. Apesar desses achados, Carvalho et al.<sup>8</sup> demonstraram manutenção das propriedades mecânicas, resistência máxima à tração e módulo de elasticidade, da dentina desmineralizada em EDTA, após 48 meses de armazenagem em tampão fosfato.

Pelo fato de que apenas no grupo armazenado em água houve redução da resistência de união, enquanto que no grupo armazenado em óleo os valores foram mantidos ao nível dos observados após 24 horas de armazenagem, poderíamos afirmar que a degradação das interfaces adesivas ocorreu exclusivamente devido à ação da água. Entretanto, tem sido demonstrado que enzimas proteolíticas tanto de origem bacteriana como do próprio hospedeiro também estão envolvidas no processo de degradação do colágeno (PASHLEY et al.<sup>42</sup>). Como no presente estudo os espécimes foram armazenados *in vitro* em solução aquosa contendo um agente antimicrobiano para impedir o crescimento de microrganismos, a ação de enzimas proteolíticas de origem bacteriana fica desconsiderada. Pashley et al.<sup>42</sup> demonstraram recentemente, que enzimas liberadas do substrato dentinário pelo

condicionamento ácido têm a capacidade de degradar componentes da matriz extracelular, incluindo o colágeno. Essas enzimas são produzidas durante a dentinogênese por células pulpares como odontoblastos e fibroblastos e ficam aprisionadas ao tecido dentinário na forma latente após sua mineralização. A maior redução dos valores de resistência de união observados após 6 meses de armazenagem em água para o grupo onde a dentina foi condicionada por um período mais longo, pode ter sido resultado, em parte, da maior liberação de MMPs, uma vez que a extensão da desmineralização foi maior. Entretanto, a degradação hidrolítica, tanto dos componentes poliméricos quanto do componente orgânico presente na união resina-dentina, ainda deve ser considerada como principal fenômeno responsável pela deterioração da interface adesiva ao longo do tempo. Se a ação das MMPs fosse significativa e predominasse sobre outros fenômenos de degradação, redução dos valores de resistência de união deveriam também ter sido observados para os espécimes armazenados em óleo.

Interfaces adesivas produzidas com o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond foram resistentes à degradação após 6 meses de armazenagem em água, sem nenhuma interferência do tempo de condicionamento. Isso significa dizer que, independentemente do tempo de aplicação do primer acidificado, os valores de resistência de união obtidos após a armazenagem em água por 6 meses foram estatisticamente

equivalentes aos obtidos após 24 horas. Carrilho et al.<sup>7</sup> observaram que as propriedades mecânicas do sistema Clearfil Liner Bond 2V, resistência máxima à tração e módulo de elasticidade, não foram alteradas após 6 meses de armazenagem dos espécimes em água. Sano et al.<sup>50</sup> também observaram estabilidade das interfaces adesivas criadas com esse sistema, após 12 meses em função na cavidade bucal de primatas, enquanto Takahashi et al.<sup>60</sup> observaram estabilidade com outro sistema autocondicionante após 12 meses de armazenagem *in vitro*.

Nossos resultados podem ser parcialmente explicados pela qualidade da camada híbrida formada com a utilização do sistema Clearfil SE Bond. Uma vez que a desmineralização da dentina é pequena e acompanhada simultaneamente pela infiltração monomérica, camadas híbridas mais homogêneas e consistentes são provavelmente produzidas. Associado a isso, a pequena capacidade de dissolução da *smear layer* apresentada pelo primer (pH 1,9) resulta na manutenção de muitos túbulos dentinários bloqueados pela *smear plug*. Isso pôde ser observado nas micrografias eletrônicas das interfaces adesivas formadas com esse sistema. Comparado ao sistema Single Bond, um número menor de *tags*, curtos e cilíndricos, foi observado. A manutenção do vedamento tubular pela *smear plug* limita a ação direta da água na base da camada híbrida advinda do substrato dentinário, favorecendo a conversão monômeros-polímero nas porções mais

profundas da camada híbrida. De fato, Pradelle-Plasse et al.<sup>44</sup> observaram que dos seis sistemas autocondicionantes investigados, os menores valores de aumento da permeabilidade dentinária foram obtidos para o sistema Clearfil SE Bond (2%). Oliveira et al.<sup>38</sup> demonstraram que quando aplicado sobre *smear layers* criadas com a mesma granulação de lixa abrasiva utilizada em nosso estudo, apenas 33,4% dos túbulos dentinários estavam parcialmente ou completamente abertos.

Contrário aos nossos resultados, degradação tem sido observada para interfaces obtidas com a utilização de sistemas adesivos autocondicionantes (NAKAJIMA et al.<sup>33</sup>; OKUDA et al.<sup>37</sup>; KOSHIRO et al.<sup>29</sup>; SHIRAI et al.<sup>54</sup>). Redução significativa dos valores de resistência de união foram observados para o sistema Clearfil SE Bond após 6 meses de armazenagem dos espécimes em água no estudo de Nakajima et al.<sup>33</sup>. Entretanto, nesse estudo, o meio de armazenagem foi trocado diariamente, o que provavelmente acelerou a deterioração dos componentes da interface. No presente estudo, o meio de armazenagem não foi trocado durante o período de envelhecimento dos espécimes, e o seu pH foi avaliado semanalmente. A mesma troca diária foi realizada no estudo desenvolvido por Okuda et al.<sup>37</sup>. Nos estudos de Koshiro et al.<sup>29</sup> e Shirai et al.<sup>54</sup> o tempo de avaliação foi duas vezes maior do que o do presente estudo, 12 e 6 meses respectivamente, sendo que o último estudo foi realizado *in*

vivo em cavidades de classe I. Todas essas particularidades metodológicas podem explicar as diferenças observadas entre nossos resultados e outros da literatura. Nós especulamos que em períodos de armazenagem superiores a 6 meses, redução dos valores de resistência de união poderiam ser detectados.

O sistema adesivo Clearfil SE Bond reage quimicamente com o conteúdo mineral resultante da dissolução parcial da dentina e forma sais de cálcio resistentes à hidrólise (YOSHIDA et al.<sup>74</sup>). Em comparação a outros monômeros funcionais ácidos, o MDP presente nesse sistema é o mais reativo (YOSHIDA et al.<sup>74</sup>), o que poderia explicar parcialmente os melhores resultados observados em nosso estudo quando comparados aos de outros estudos utilizando sistemas autocondicionantes com diferentes monômeros funcionais como 4-MET e fenil-P.

Em consonância com os resultados de resistência de união, degradação das interfaces fraturadas não foi detectada nos espécimes avaliados em MEV, uma vez que nenhuma alteração significativa da morfologia foi observada quando os espécimes armazenados por 6 meses em água foram comparados aos armazenados por apenas 24 horas. Esse achado está de acordo com as observações morfológicas do estudo de Koshiro et al.<sup>29</sup> (2004). Nos estudos onde degradação ocorreu, aumento da porosidade na superfície foi atribuído a extração pela água de monômeros não polimerizados (TAKAHASHI et al.<sup>61</sup>).

Finalmente, a hipótese nula inicialmente estabelecida nesse estudo deve ser parcialmente rejeitada, uma vez que a redução do tempo de condicionamento ácido da dentina decídua influenciou a degradação da união resina-dentina apenas para um dos sistemas investigados, o sistema Adper Single Bond.

As principais limitações do presente estudo devem ser consideradas. Primeiro, os sistemas adesivos foram aplicados sobre dentina hígida, a qual não é representativa da condição do substrato dentinário utilizado para a adesão, na maioria dos procedimentos clínicos. A redução do tempo de condicionamento, que ora se mostrou eficiente, deve também ser investigada utilizando-se um substrato mais significativo clinicamente, representado pela dentina afetada por cárie. Segundo, como na maioria dos procedimentos adesivos esmalte também está envolvido, a influência da redução do tempo de condicionamento desse substrato também deveria ser investigada, principalmente para os sistemas autocondicionantes. A adesão desses sistemas ao esmalte ainda não reproduz os mesmos resultados favoráveis observados para o ácido fosfórico, e a redução do tempo de aplicação parece ser prejudicial ao desempenho adesivo da união resina-esmalte (BOJ et al.<sup>3</sup>). Por fim, o envelhecimento de interfaces adesivas em água não reproduz integralmente a condição hostil da cavidade bucal. Conseqüentemente, estudos *in vivo* são ainda necessários para

que protocolos diferenciais de adesão entre dentes decíduos e permanentes sejam seguramente recomendados.

## 7. Conclusão

Com base na metodologia empregada e nos resultados obtidos, foi possível concluir que:

1. Após 24 horas de armazenagem em água, os sistemas adesivos, Adper Single Bond e Clearfil SE Bond, apresentaram resistência de união estatisticamente comparáveis. A redução do tempo de condicionamento do substrato não influenciou a resistência de união imediata (24 horas em água) de ambos os sistemas adesivos;
2. Para o sistema Adper Single Bond, a armazenagem dos espécimes em água por 6 meses reduziu significativamente a resistência de união quando a dentina foi condicionada por 15 segundos (36,7%). Quando o condicionamento foi realizado por apenas 7 segundos, não foi observada redução significativa da resistência de união;
3. Para o sistema Clearfil SE Bond, independentemente do tempo de condicionamento do substrato, não houve redução da resistência de união após 6 meses de armazenagem dos espécimes em água.



## 8. Referências\*

1. ABU-HANNA, A.; GORDAN, V. V. Evaluation of etching time on dentin bond strength using single bottle bonding systems. **J. Adhes. Dent.** New Maldin, v.6, n.2, p.105-110, Summer 2004.
2. ANGKER, L. et al. Quantitative analysis of the mineral content of sound and carious primary dentine using BSE imaging. **Arch. Oral. Biol.**, Oxford, v.49, n.2, p.99-107, Feb. 2004.
3. BOJ, J. R. et al. Bond strength and micro morphology of a self-etching primer versus a standard adhesive system with varying etching times in primary teeth. **Eur. J. Paediatr. Dent.**, Milano, v.5, n.4, p.233-238, Dec. 2004
4. BORDIN-AYDROYD, S.; SEFTON, J.; DAVIES, EH. In vitro bond strengths of three current dentin adhesives to primary and permanent teeth. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.8, n.2, p.74-78, Mar. 1992.
5. BURROW MF; NOPNAKEEPONG U; PHRUKKANON S. A comparison of microtensile bond strengths of several dentin bonding systems to primary and permanent dentin. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.18, n.2, p.239-245, Mar. 2002.
6. BURROW, M.F.; SATOH, M.; YAGAMI, J. Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. **Dent. Mater.**,

---

\* ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6023: informação e documentação - referência - elaboração. Rio de Janeiro, 2002. 24p

- Copenhagen, v.12, n.5, p.302-7, Sept. 1996.
7. CARRILHO, M. et al. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v.17, n.2, p.104-108, Apr. 2004.
  8. CARVALHO, R.M. et al. Long-term mechanical properties of ETDA-demineralized dentin matrix. **J. Adhes. Dent.**, New Maldin, v.2, n.3, p.193-199, Autumn 2000.
  9. CARVALHO, R.M. et al. Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.82, n.8, p.597-601, Aug. 2003.
  10. CARVALHO, R.M. et al. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. **Biomaterials**, Guildford, v.26, n.9, p.1035-1042, Mar. 2005.
  11. CHOI, K.K. et al. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.79, n.3, p.812-817, Mar. 2000.
  12. DE MUNCK, J. et al. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.82, n.2, p.136-140, Feb. 2003.
  13. ELIADES, G.; VOUGIOUKLAKIS, G.; PALAGHIAS, G. Heterogeneous distribution of single bottle adhesive monomers in the resin-dentin interdiffusion zone. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.17, n.4, p.277-283, July 2001.
  14. EL-KALLA, I.H.; GARCIA-GODOY, F. Bond strength and interfacial micro-morphology of four adhesive systems

- in primary and permanent molars. **J. Dent. Child.**, Fulton, v.65, n.3, p.169-176, May/June 1998.
15. FERRACANE, J.L.; Berge, H.X.; Condon, J.R. In vitro aging of dental composites in water-effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. **J. Biomed. Mater. Res.**, Hoboken, v.42, n.3, p.465-72, Dec. 1998
16. HASHIMOTO, M. et al. The effect of hybrid layer thickness on bond strength: demineralized dentin zone of the hybrid layer. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.16, n.6, p.406-411, Nov. 2000.
17. HASHIMOTO, M. et al. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1-3 years. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.79, n.6, p.1385-1391, June 2000.
18. HASHIMOTO, M. et al. Resin-tooth adhesive interfaces after long-term function. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v.14, n.4, p.211-215, Aug. 2001.
19. HASHIMOTO, M. et al. Micromorfological changes in resin dentin bonds after 1 year of water storage. **J. Biomed. Mater. Res.**, Hoboken, v.63, n.3, p.306-311, 2002.
20. HASHIMOTO, M. et al. Over-etching effects on micro-tensile bond strength and failures patters for two dentin bonding systems. **J. Dent.**, Bristol, v.30, n.2, p.99-105, Mar. 2002.
21. HASHIMOTO, M. et al. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. **J. Biomed. Mat. Res. Part B Appl. Biomater.**, Hoboken, 66B, n.1, p.324-330,

July 2003.

22. HASHIMOTO, M. et al. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. **Biomaterials**, Guildford, v.24, n.1, p.3795-9803, Sept. 2003.
23. HASHIMOTO, M. et al. SEM and TEM analysis of water degradation of human dentinal collagen. **J. Biomed. Mater. Res.**, Hoboken, v.66B, p.287-298, Mar. 2003.
24. HIRAYAMA, A.; YAMADA, M.; MIAKE, K. An electron microscope study on dentinal tubules of human deciduous teeth. *Shikwa Gakuho*, v.86, p.1021-1031, 1992 apud SUMIKAWA, D.A. et al. Microstructure of primary tooth dentin. **Pediatr. Dent.**, Chicago, v.21, n.7, p.439-444, Nov/Dec. 1999.
25. INOUE, S. et al. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. **J. Adhes. Dent.**, New Maldin, v.3, n.3, p.237-245, Fall 2001.
26. JACQUES, P.; HEBLING, J. Effects of dentin conditioners on the microtensile bond strength of a conventional and a self-etching primer adhesives system. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.21, n.2, p.103-110, Feb. 2005.
27. KAADEN, C.; SCHMALZ, G.; POWERS, J. M. Morphological characterization of the resin-dentin interface in primary teeth. **Clin. Oral Investing.**, Berlim, v.7, n.4, p.235-240, Oct. 2003.

- 
28. KITASAKO, Y. et al. The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.16, n.1. p.1-6, Jan. 2000.
29. KOSHIRO, K. et al. In vivo degradation of resin-dentin bonds produced by a self-etch vs. a total-etch adhesive system. **Eur. J. Oral. Sci.**, Copenhagen, v.112, n.4, p.368-375, Aug. 2004.
30. NAKABAYASHI, N.; ASHIZAWA, M.; NAKAMURA, M. Identification of resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. **Quintessence Int.**, Berlin, v.23, n.2, p.135-141, Feb. 1992.
31. NAKABAYASHI, N.; Watanabe, A.; Arao, T. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. **J. Adhes. Dent.**, New Maldin, v.3, n.3, p.237-245, Fall 1998.
32. NAKABAYASHI, N. et al. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into substrates. **J. Biomed. Mat. Res.**, Hoboken, v.16, n.3, p.265-273, May 1982.
33. NAKAJIMA, M. et al. Dimensional changes and ultimate tensile strengths of wet decalcified dentin applied with one-bottle adhesives. **Dent Mater**, Copenhagen, v.18, n.8, p.603-608, Dec. 2002.
34. NAKAJIMA, M. et al. The durability of a fluoride-releasing resin adhesive system to dentin. **Oper Dent**, Seattle, v.28, n.2, p.186-192, Mar/Apr. 2003.
35. NÖR, J.E. et al. Dentin bonding: SEM comparison of the

- resin-dentin interface in primary and permanent teeth. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.75, n.6, p.1396-1403, June 1996.
36. NÖR, J.E. et al. Dentin bonding: SEM comparison of the dentin surface in primary and permanent teeth. **Pediatr. Dent.**, Chicago, v.19, n.4, p.246-252, May/June 1997.
37. OKUDA, M. et al. Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs. microtensile bond strength. **Oper. Dent.**, Seattle, v.27, n.3, p.289-296, May/June 2002.
38. OLIVEIRA, S.S.A. et al. The influence of the dentin smear layer on adhesion: A self-etching primer vs. total-etch system. **Dent. Mater**, Copenhagen, v.19, n.8, p.758-767, Dec. 2003.
39. OLIVEIRA, S.S.A. et al. The effect of a self-etching primer on the continuous demineralization of dentin. **Eur. J. Oral. Sci.** Copenhagen, v.112, n.4, p.376-83, Aug. 2004.
40. PASHLEY D.H.; Carvalho, R.M. Dentine permeability and dentine adhesion. **J. Dent.**, Bristol, v.25, n.5, p.355-372, Sept. 1997.
41. PASHLEY, D.H. et al. Permeability of dentin to adhesive agents. **Quintessence Int.**, Berlin, v.24, n.9, p.618-631, Sept. 1993.
42. PASHLEY, D.H. et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.83, n.2, p.216-221, Mar. 2004.

- 
43. PIOCH, T. et al. Influence of different etching times on hybrid layer formation and tensile bond strength. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v.11, n.5, p.202-206, Oct. 1998.
44. PRADELLE-PLASSE, N. et al. Quantitative evaluation of self-etching primer action on dentin permeability: a correlation between impedance measurements and acidity. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v.17, n.2, p.131-136, Apr. 2004.
45. PRATI, C. et al. Resin-infiltrated dentin layer formation of new bonding system. **Oper. Dent.**, Seattle, v.23, n.4, p. 185-194, May 1998.
46. SALAMA, F.S.; TAO, L. Comparison of Gluma bond strength to primary vs. permanent dentin. **Pediatr. Dent.**, Chicago, v.13, n.3, p.163-165, May/June 1991.
47. SANO, H. et al. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. **Oper. Dent.**, Seattle, v.19, n.2, p.59-64, Mar/Apr. 1994.
48. SANO, H. et al. Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer. **Oper. Dent.**, Seattle, v.20, n.4, p.160-167, July/Aug. 1995.
49. SANO, H. et al. Nanoleakage: Leakage within the hybrid layer. **Oper Dent**, Seattle, v.20, n.1, p.16-25, Jan/Feb. 1995.
50. SANO, H. et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. **J. Dent.**

- Res.**, Chicago, v.78, n.4, p.906-911, Apr. 1999.
51. SARDELLA, T.N. et al. Shortening of primary dentin etching time and its implication on bond strength. **J. Dent.**, Bristol, 2004. (*in press*).
52. SENAWONGSE, P. et al. Effective bond strength of current adhesive system on deciduos and permanent dentin. **Oper. Dent.**, Seattle, v.29, n.2, p.196-202, Mar. 2004.
53. SHASHIKIRAN, N.D.; GUNDA, S.; SUBBA REDDY, V.V. Comparison of resin-dentine interface in primary and permanent teeth for three different durations of dentine etching. **J. Indian. Soc. Pedod. Prev. Dent.**, Chandigarh, v.20, n.4, p.124-131, Dec. 2002.
54. SHIRAI, K. et al. Effect of cavity configuration and aging on the bonding effectiveness of six adhesives to dentin. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.21, n.2, p. 110-124. Feb. 2005.
55. SPENCER, P.; SWAFFORD, J.R. Unprotected protein at the dentin-adhesive interface. **Quintessence Int.**, Berlim, v.30, n.7 p.501-507, July 1999.
56. SPENCER, P.; WANG, Y. Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. **J. Biomed. Mater. Res.**, Hoboken, v.62, n.5, p.447-456, Dec. 2002.
57. SPENCER, P.; WANG, Y.; Katz, J.L. Identification of collagen encapsulation at the dentin/adhesive interface. **J. Adhes. Dent.**, New Maldin, v.6, n.2, p.91-



- 95, Mar. 2004.
58. SPENCER, P. et al. Interfacial chemistry of the dentin/adhesive bond. **J Dent Res.**, Chicago v.79, n.7, p.1458-1463, July 2000.
59. SUMIKAWA, D.A.; Marshall, G.W.; Marshall, S. J. Microstructure of primary tooth dentin. **Pediatr Dent.** Chicago, v.21, n.7, p.439-444, Nov/Dec. 1999.
60. TAKAHASHI, A. et al. In vivo long-term durability of the bond to dentin using two adhesive system. **J. Adhes. Dent.**, New Maldin, v.4, n.2, p.151-159, Summer 2002.
61. TAY, F.R.; PASHLEY, D.H. Aggressiveness of contemporary self-etching system. I: depth of penetration beyond dentin smear layer. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.17, n. 14, p.296-308, July 2001.
62. TAY, F.R.; Gwinnett, J.A.; Wei, S.H.Y. Micromorfological spectrum of acid-conditioned dentin following the application of a water based adhesive. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.14, n.5, p. 329-338, Sept. 1998.
63. TAY, F.R. et al. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.87, n.2, p.537-541, July 2003.
64. UNO, S.; FINGER, W.J. Effects of acid conditioners on dentine demineralization and dimension of hybrid layer. **J. Dent.**, Bristol, v.24, n.3, p.111-216, May 1996.

- 
65. VAN MEERBEEK, B. et al. Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.72, n.20, p.1434-1442, Oct. 1993.
66. VAN MEERBEEK, B. et al. Comparative SEM and TEM examination of the ultra-structure of the resin-dentin interdiffusion zone. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.72, n.2, p.495-501, Feb. 1993.
67. VAN MEERBEEK, B. et al. Correlative transmission electron microscopy examination of nondemineralized and demineralized resin-dentin interfaces formed by two dentin adhesive system. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.75, n.3, p.879-888, Mar. 1996.
68. VAN MEERBEEK, B. et al. A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.77, n.1, p.50-59, Jan. 1998.
69. WANG, Y.; SPENCER, P. Effect of acid etching time and technique on interfacial characteristics of the adhesive-dentin bond using differential staining. **Eur. J. Oral. Sci.**, Copenhagen, v.112, n.3, p.293-299. June 2004.
70. WANG, Y.; SPENCER, P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding. **J. Dent. Res.**, Chicago v.82, n.2, p.141-145, Feb.2003.
71. WANG, Y., SPENCER, P. Overestimating hybrid layer quality in polish adhesive/dentin interfaces. **J. Biomed. Mater. Res.**, Hoboken, v.68, n.4, p.735-746, Mar. 2004

- 
72. WANG, Y.; SPENCER, P. Physicochemical interactions at the interfaces between self-etch adhesives system and dentine. **J. Dent.**, Bristol, v.32, n.7, p.567-579, Sept. 2004.
73. YIU, C.K.Y. et al. Effects of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. **Biomaterials**, Guildford, v.25, p.5789-5796, Nov. 2004.
74. YOSHIDA, Y. et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. **J. Dent. Res.**, Chicago, v.83, n.6, p.454-458, June 2004.

SANABE, M.E. *Efeito do tempo de condicionamento na degradação da união resina-dentina decídua*. 2005. 175f. Dissertação (Mestrado em Ciências Odontológicas - Área de Concentração Odontopediatria) - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2005.

### **RESUMO**

O presente estudo teve como objetivo investigar o efeito da redução do tempo de condicionamento da dentina decídua na resistência de união imediata de um sistema convencional e um autocondicionante, e na degradação da união resina-dentina após 6 meses de armazenagem em água. Foram utilizados quarenta e oito molares decíduos hígidos foram aleatoriamente divididos em 4 grupos (n=12) de acordo com o sistema adesivo (Adper Single Bond e Clearfil SE Bond) e o tempo de condicionamento da dentina (como recomendado pelo fabricante e metade desse tempo). Desta forma, o sistema Single Bond foi aplicado sobre a dentina condicionada com ácido fosfórico a 35% por 15 ou 7 segundos, enquanto que o sistema Clearfil SE Bond foi aplicado à dentina condicionada com SE Primer por 20 ou 10 segundos. Em seguida, coroas em resina composta foram reconstruídas incrementalmente e os dentes foram mantidos hidratados em estufa à 37° C por 24 horas. Dez dentes de cada grupo foram utilizados para o ensaio mecânico de microtração. Os demais

foram preparados para análise da interface adesiva em MEV. Espécimes em forma de pilar de secção transversal quadrangular ( $0,49 \text{ mm}^2$ ) foram obtidos e divididos de acordo com a condição de armazenagem, 24 horas em água (controle), 6 meses em água e 6 meses em óleo. Os espécimes foram tracionados a velocidade de  $0,5 \text{ mm/min}$  em máquina de ensaios mecânicos e as fraturas classificadas em adesiva, coesiva em dentina, coesiva em resina ou mista. Os dados foram analisados estatisticamente pela análise de variância e testes complementares de comparação múltipla, considerando-se o nível de significância de 5%. Após 24 horas de armazenagem, os sistemas adesivos apresentaram valores de resistência de união comparáveis estatisticamente, não influenciados pela redução do tempo de condicionamento ácido. Para o sistema Single Bond, a armazenagem em água por 6 meses reduziu de forma significativa os valores de resistência de união, enquanto que a armazenagem em óleo manteve inalterados os valores quando comparados aos espécimes mantidos em água por 24 horas. Maior redução (36,7%) foi observada quando o substrato foi condicionado por 15 segundos, em comparação à redução observada quando o substrato foi condicionado por apenas 7 segundos (16,6%). Para o sistema Clearfil SE Bond, não foi detectada redução de resistência de união após armazenagem em água por 6 meses, independentemente do tempo de condicionamento ácido. Entretanto, aumento significativo foi observado após

armazenagem dos espécimes em óleo pelo mesmo período. A redução do tempo de condicionamento ácido não alterou a resistência de união imediata dos sistemas avaliados à dentina decídua. Entretanto, exerceu influência positiva na longevidade das interfaces produzidas com o sistema Adper Single Bond.

**Palavras-chave:** Dente decíduo; ataque ácido dentário; adesivos dentinários; resistência de união.

SANABE, M.E. Effect of acid etching time on the degradation of resin-primary dentin bonds. 2005. 175f. Dissertação (Mestrado em Ciências Odontológicas - Área de Concentração Odontopediatria) - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2005.

### **ABSTRACT**

To evaluate the effect of reducing the acid etching of primary dentin on the immediate bond strength of a conventional and a self-etching primer system, and on the degradation of the resin-dentin bonds after 6 months aging. Forty-eight sound primary molars were randomly divided into 4 groups of investigation (n=12) according to the adhesive system (Adper Single Bond and Clearfil SE Bond) and the period of acid etching (as recommended by the manufacturers and half of this time). Single Bond was applied to dentin after 35% phosphoric acid etching for 15 seconds or 7 seconds, whereas Clearfil SE Bond was applied to dentin after the application of SE Primer for 20 seconds or 10 seconds. Following the adhesive systems, composite resin crowns were incrementally built-up and the teeth were stored in water at 37° C for 24 hours. Specimens with a cross-sectional area of 0,49 mm<sup>2</sup> were produced from each one of the teeth (10 teeth per group) and further divided according



to the storage condition, 24 hours in water, 6 months in water and 6 months in mineral oil, when they were tested under tension until failure in a machine operating at a cross-head speed of 0.5 mm/min. After the microtensile test, the failures were classified as adhesive, cohesive in dentin, cohesive in resin or mixed. The two remaining teeth per group were prepared to SEM evaluation of the interfaces. Two-way analysis of variance and multiple comparison testes were applied at a significance level of 5%. When bond strength was evaluated after 24 hours storage in water there was no significant difference between the adhesive systems, irrespective of the periods of acid etching. For Single Bond, water storage for 6 months in water significantly reduced bond strength, especially when the dentin was phosphoric acid conditioned for 15 seconds (36.7% reduction). For Clearfil SE Bond, no significant alteration in bond strength was seen for the same period regardless the time of SE Primer application. Oil storage for 6 months significantly increase Clearfil SE Bond bond strength when compared to the storage periods of 24 hours and 6 months in water. The reduction in acid etching time of primary dentin did not adversely affect immediate bonding to dentin for both adhesive systems Single Bond and Clearfil SE Bond. However, resin-dentin bonds became less prone to degradation when phosphoric acid etching time was reduced nearly 50%.



**Keywords:** Primary teeth; acid etching; dentin-bonding agents; bond strength.

## Anexo A - Comitê de Ética em Pesquisa

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO DE MESQUITA FILHO"  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA


Comitê de Ética em Pesquisa

## Certificado

**Certificamos** que o projeto de pesquisa intitulado "**DEGRADAÇÃO DA INTERFACE ADESIVA EM FUNÇÃO DO TEMPO DE ARMAZENAGEM E DO CONDICIONAMENTO DA DENTINA DECÍDUA**", sob o protocolo nº 66/03, de responsabilidade do Pesquisador (a) **MARJANE EMI SANABE**, está de acordo com a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde/MS, de 10/10/96, tendo sido aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa-FOAr, com validade de 02 (dois) anos, quando será avaliado o relatório final da pesquisa.

**Certify** that the research project titled "**EFFECT OF STORAGE AND CONDITIONING TIME OF PRIMARY DENTIN OF RESIN-DENTIN BOND DEGRADATION**", protocol number 66/03, under Dr **MARJANE EMI SANABE** responsibility, is under the terms of Conselho Nacional de Saúde/MS resolution # 196/96, published on May 10, 1996. This research has been approved by Research Ethic Committee, FOAR-UNESP. Approval is granted for 02 (two) years when the final review of this study will occur.

Araraquara, 18 de dezembro de 2003.



Prof.ª Dra.ª **Mirian Aparecida Onofre**  
Coordenadora

## Anexo B – Banco de Dentes Humanos - Decíduos da FOU SP



**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
Banco de Dentes Humanos - Decíduos**

**DECLARAÇÃO**

Para fins de avaliação pelo Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) dessa instituição, o Banco de Dentes Humanos da FOU SP (divisão dentes decíduos) compromete-se, mais uma vez, em auxiliar pesquisadores na realização de seus projetos.

Sendo assim, após a aprovação do CEP, nossa contribuição consistirá no oferecimento de 48 molares decíduos higienizados para a execução do trabalho de pesquisa intitulado : *"Nanoinfiltração em interfaces adesivas em função do tempo de armazenagem e do tempo de condicionamento da dentina decídua"* a ser realizado por **Mariane Emi Sanabe** e orientado pela **Profa. Dra. Josimeri Hebling**.

São Paulo , 04 de agosto de 2003 .

  
José Carlos Pettorossi Imparato

  
Alessandra Cristina da Silva Nassif

**ANEXO C. Dados originais para o sistema adesivo Adper  
Single Bond**

Grupo	Área de união	Carga máxima	RU (MPa_1)	RU ajustada (MPa_2)*	Fratura
	,57	9,93	17,4	23,6	1
	,49	18,71	38,2	32,0	1
	,56	16,52	29,5	34,1	4
	,57	16,57	29,1	35,2	1
	,55	18,66	33,9	37,0	4
	,59	17,02	28,8	38,1	1
	,50	22,36	44,7	40,1	4
	,54	22,13	41,0	42,5	3
	,58	20,31	35,0	42,7	1
	,55	23,31	42,4	45,5	1
	,57	24,05	42,2	48,3	2
	,56	24,50	43,7	48,4	1
	,59	23,66	40,1	49,3	1
<u>G1</u>	,56	25,64	45,8	50,4	1
	,56	26,09	46,6	51,2	1
Single Bond 15 s	,56	26,55	47,4	52,0	1
24 horas água	,55	27,05	49,2	52,3	4
	,50	29,96	59,9	55,3	1
N=34	,55	29,14	53,0	56,1	4
	,58	28,45	49,1	56,7	4
Slope=-153,70	,52	30,65	58,9	57,4	4
	,55	29,97	54,5	57,6	3
	,55	30,17	54,9	57,9	4
	,55	31,01	56,4	59,5	4
	,57	31,65	55,5	61,7	1
	,52	33,62	64,7	63,1	1
	,58	32,40	55,9	63,5	1
	,56	33,32	59,5	64,1	1
	,52	34,25	65,9	64,3	1
	,59	34,24	58,0	67,3	3
	,56	35,13	62,7	67,3	3
	,53	36,25	68,4	68,4	4
	,51	36,85	72,3	69,2	1
	,59	36,88	62,5	71,7	3
	,53	5,33	10,1	9,7	1
	,51	9,53	18,7	17,0	1
	,53	9,24	17,3	17,6	4
	,51	10,51	20,6	18,9	1
	,53	10,85	20,4	20,6	1
	,51	11,47	22,4	20,8	1
	,52	12,33	23,8	22,8	4
	,51	12,80	25,0	23,4	1
	,50	13,38	26,5	24,3	1
	,53	13,53	25,7	25,4	1
	,54	13,26	24,5	25,4	1
	,53	14,08	26,4	26,7	1
<u>G2</u>	,52	15,02	29,0	28,0	4
	,50	16,66	33,0	30,8	1
Single Bond 15 s	,50	16,82	33,4	31,1	1
6 meses água	,53	16,87	31,7	31,9	2
	,51	17,17	33,6	32,0	2
N=32	,50	17,72	35,2	32,9	2
	,52	18,05	34,8	33,8	1
Slope=-86,70	,52	18,77	36,2	35,2	1
	,53	19,82	37,8	37,3	4
	,50	20,20	40,1	37,8	4
	,53	20,24	38,5	38,1	1
	,53	21,52	40,9	40,6	1
	,53	21,71	41,3	40,9	1
	,54	22,91	42,4	43,3	n.a.**
	,52	24,12	46,5	45,5	4
	,49	24,84	50,7	47,2	1
	,48	26,36	54,6	50,5	1
	,54	28,59	53,0	53,8	4
	,51	30,63	59,9	58,3	1
	,54	31,14	57,6	58,5	2

	,49	14,71	29,8	33,2	1
	,51	15,42	30,2	31,9	1
	,47	16,39	35,2	41,1	1
	,51	20,45	40,0	41,7	1
	,53	21,49	40,9	41,3	1
	,51	22,59	44,2	45,9	4
	,52	23,42	45,4	46,7	2
	,54	24,66	45,7	44,7	1
	,52	25,49	49,2	50,3	2
	,56	25,90	46,0	43,1	4
	,56	26,18	47,2	44,9	4
	,52	27,07	52,1	53,0	4
Single Bond 15 s	,54	27,21	50,5	49,7	2
6 meses óleo	,53	27,63	52,6	53,0	4
N=26	,53	27,63	52,6	53,0	3
Slope=89,39	,51	27,70	54,2	55,9	3
	,50	28,52	57,5	60,5	1
	,53	30,68	57,6	57,3	3
	,55	31,62	57,8	56,2	1
	,52	31,69	61,1	62,2	2
	,57	32,45	57,1	53,6	1
	,49	34,25	69,9	73,5	1
	,53	35,14	66,9	67,3	3
	,52	35,83	69,2	70,2	1
	,52	40,94	79,0	80,1	1
	,52	42,45	81,9	82,9	4
	,52	16,49	31,7	29,8	1
	,52	16,49	31,7	29,8	1
	,55	14,35	26,1	29,9	2
	,53	16,08	30,2	30,7	1
	,49	18,94	38,7	31,1	1
	,55	15,51	28,2	32,0	3
	,54	17,21	31,9	33,8	4
	,55	16,90	30,7	34,5	1
	,55	17,63	32,1	35,9	3
	,54	19,11	35,4	37,3	3
	,49	22,51	45,9	38,3	4
	,50	22,49	45,0	39,3	2
	,55	19,53	35,5	39,3	4
	,55	19,87	36,1	39,9	1
	,50	23,37	46,7	41,0	1
Single Bond 7 s	,57	20,06	35,2	42,8	4
24 horas água	,57	21,08	37,0	44,6	1
	,55	22,60	41,1	44,9	1
N=34	,58	21,35	36,9	46,1	1
Slope=-189,94	,58	24,81	43,0	51,9	4
	,55	27,19	49,7	52,9	2
	,52	29,40	56,5	54,6	4
	,50	32,13	64,3	58,6	1
	,49	32,53	66,4	58,8	4
	,58	28,97	50,1	59,2	4
	,58	29,30	50,7	59,8	1
	,55	33,06	60,1	63,9	3
	,50	34,83	69,7	64,0	1
	,56	32,75	58,3	64,4	3
	,55	33,53	61,0	64,8	4
	,58	33,90	58,4	67,9	2
	,50	37,91	75,8	70,1	4
	,52	37,62	72,3	70,4	1
	,51	40,67	79,6	76,0	1
	,51	13,48	26,4	24,8	1
	,52	13,95	26,9	25,9	1
Single Bond 7 s	,53	15,35	28,8	29,0	4
6 meses água	,53	15,48	29,5	29,1	1
	,51	15,71	30,7	29,1	1
N=26	,52	15,99	30,8	29,8	1
Slope=-85,58	,56	15,48	27,6	30,3	1
	,51	16,37	32,0	30,4	2
	,51	18,60	36,4	34,8	1
	,53	19,12	35,9	36,1	1
	,54	19,67	36,4	37,3	1
	,53	20,58	38,6	38,9	1

	,54	20,81	38,5	39,4	2
	,59	20,35	34,4	39,7	1
	,56	21,39	38,1	40,8	1
	,51	22,57	44,2	42,5	2
	,53	22,89	43,2	43,2	1
	,56	23,44	42,2	44,4	3
	,53	23,81	45,3	44,9	3
	,55	24,80	45,3	46,8	1
	,59	25,48	43,0	48,4	2
	,53	26,28	50,0	49,6	1
	,55	26,42	48,3	49,8	1
	,48	30,96	64,1	60,1	2
	,51	31,54	61,7	60,1	1
	,50	31,41	62,3	60,1	2
<hr/>					
	,53	5,46	10,4	10,2	1
	,52	11,40	22,0	21,4	1
	,51	14,04	27,5	26,5	1
	,52	15,49	29,9	29,3	4
	,53	17,93	34,1	33,9	2
	,53	18,36	35,0	34,7	1
	,52	18,97	36,6	36,0	2
<u>G6</u>	,53	20,60	39,2	39,0	1
Single Bond 7 s	,51	20,90	40,9	39,9	1
6 meses óleo	,53	21,16	40,2	40,0	2
	,53	25,30	47,5	47,6	4
N=21	,53	28,75	54,7	54,5	1
	,49	28,36	57,9	55,8	n.a.
Slope=-51,96	,53	30,06	56,7	56,7	4
	,55	34,01	62,1	63,0	n.a.
	,49	32,74	66,9	64,8	n.a.
	,55	37,06	67,7	68,6	n.a.
	,50	35,57	71,6	69,8	n.a.
	,51	36,30	71,0	70,0	n.a.
	,53	39,39	74,0	74,1	n.a.
	,53	40,39	76,9	76,7	n.a.

\* valor de resistência de união ajustado para área padrão de 0,53 mm<sup>2</sup>

\*\* n.a.= não avaliado

ANEXO D. Dados originais para o sistema adesivo Clearfil SE Bond

Grupo	Área de união	Carga máxima	RU (MPa_1)	RU ajustada (MPa_2)*	Fratura
	,48	19,57	41,1	30,3	1
	,48	20,18	42,0	32,1	4
	,48	20,84	43,4	33,4	1
	,49	20,56	42,0	34,0	1
	,48	21,08	43,7	34,2	3
	,50	21,60	43,2	37,2	1
	,48	23,81	49,6	39,6	2
	,47	24,81	52,3	41,2	1
	,46	25,86	56,2	42,2	1
	,48	25,21	52,5	42,5	1
G7	,49	25,47	52,0	44,0	1
Clearfil SE Bond 20 s	,49	26,35	53,8	45,8	4
24 horas água	,48	26,82	55,9	45,9	2
N=26	,50	28,08	56,2	50,2	4
Slope=-199,65	,50	28,30	56,6	50,6	4
	,51	28,93	56,7	52,7	4
	,49	30,64	62,5	54,5	3
	,53	28,91	54,5	54,5	4
	,49	30,70	62,7	54,7	3
	,50	31,74	63,5	57,5	1
	,50	31,90	63,8	57,8	3
	,53	30,83	58,2	58,2	1
	,50	32,24	64,5	58,5	2
	,47	33,64	71,6	59,6	1
	,51	32,81	64,3	60,3	1
	,49	35,60	72,7	64,7	1
	,52	11,91	23,0	19,2	4
	,52	12,63	24,4	20,5	1
	,53	11,62	22,1	20,7	1
	,52	17,83	34,4	30,6	2
	,55	16,81	30,7	36,4	1
	,51	22,44	43,9	37,8	1
	,50	25,25	50,8	40,0	4
	,50	25,69	51,7	40,9	1
	,52	23,77	45,9	42,0	1
	,53	23,28	44,4	42,7	1
	,53	23,37	43,9	44,8	1
	,54	23,09	42,7	46,1	1
G8	,55	21,53	38,8	46,9	1
Clearfil SE Bond 20 s	,53	25,58	48,7	47,2	4
6 meses água	,52	26,50	51,2	47,2	2
N=30	,53	26,28	49,3	50,3	1
Slope=-326,00	,51	28,92	56,6	50,4	2
	,53	27,29	51,9	50,4	1
	,53	28,70	53,9	54,6	1
	,52	32,29	62,4	58,3	1
	,55	29,17	53,3	59,0	n.a.**
	,53	32,76	62,3	60,9	1
	,52	33,94	65,5	61,6	1
	,53	35,08	66,8	65,3	n.a.
	,54	33,70	62,4	65,7	1
	,50	38,20	75,8	67,3	1
	,50	39,53	78,4	70,0	1
	,53	38,87	74,0	72,5	3
	,52	39,76	76,8	72,8	4
	,52	41,19	79,6	75,5	4
G9	,50	15,45	30,7	26,9	1
Clearfil SE Bond 20 s	,49	17,74	36,2	30,4	3
6 meses óleo	,51	18,79	36,8	34,0	4
N=22	,50	19,74	39,5	35,2	1
Slope=-144,23	,50	22,79	45,3	41,4	1
	,49	23,67	48,3	42,5	2
	,50	23,50	46,6	42,9	3
	,49	28,70	58,6	52,8	4
	,50	28,99	57,5	53,8	1

,47	29,41	62,9	53,9	4
,50	30,35	60,2	56,5	3
,52	30,29	58,5	56,7	1
,53	30,86	58,7	58,1	1
,56	32,77	58,3	62,9	4
,54	34,26	63,5	64,9	1
,50	34,79	69,0	65,3	3
,51	35,57	69,6	66,9	n.a.
,49	36,01	73,5	67,7	4
,49	38,36	78,3	72,5	1
,50	39,70	78,7	75,0	4
,49	40,39	82,4	76,7	1
,46	40,01	87,0	76,9	1
<hr/>				
,50	12,66	25,3	21,1	1
,46	15,29	33,2	23,5	2
,49	16,15	32,9	27,4	1
,49	18,51	37,8	32,2	4
,49	20,12	41,1	35,5	4
,50	19,98	40,2	35,6	2
,48	20,72	42,9	36,3	1
,48	20,93	43,3	36,8	1
,47	22,62	48,1	39,8	1
,50	23,48	47,2	42,6	1
,50	24,63	49,3	45,1	2
,48	25,04	52,2	45,2	4
,49	24,99	51,0	45,4	1
,48	26,05	54,7	47,2	4
,46	26,72	58,1	48,3	3
,50	27,80	55,2	51,5	4
,48	28,50	59,4	52,4	3
,46	28,62	62,2	52,5	2
,47	29,95	63,7	55,4	1
,47	31,04	66,0	57,7	2
,48	31,80	65,8	59,3	1
,48	33,96	70,8	63,8	3
,53	35,34	66,7	66,7	1
,46	35,38	76,9	67,1	2
,48	36,17	75,4	68,4	1
,50	36,31	72,6	68,4	4
<hr/>				
,52	7,71	14,9	14,9	1
,53	9,64	18,1	18,1	1
,52	9,57	18,5	18,5	1
,53	11,55	21,7	21,7	1
,55	12,65	22,8	22,7	1
,51	12,66	24,8	24,9	1
,55	15,82	28,9	28,8	2
,55	16,32	29,5	29,4	2
,52	15,72	30,3	30,4	1
,49	14,91	30,4	30,6	4
,56	17,44	31,4	31,3	4
,52	16,88	32,2	32,2	1
,54	17,50	32,4	32,4	n.a.
,52	17,46	33,7	33,7	1
,56	19,67	35,4	35,3	1
,55	20,40	37,3	37,2	1
,56	21,29	38,4	38,2	1
,55	22,89	41,8	41,7	1
,52	21,70	41,9	41,9	2
,52	22,07	42,6	42,6	4
,52	22,15	42,7	42,8	4
,51	23,18	45,3	45,4	3
,55	25,26	46,1	46,1	1
,54	24,99	46,3	46,2	1
,55	26,16	47,3	47,2	1
,54	26,56	49,2	49,1	1
,53	26,37	49,5	49,5	1
,53	26,31	50,1	50,1	1
,51	25,64	50,2	50,3	2
,55	28,20	51,5	51,4	2
,53	28,63	54,5	54,5	1
,51	31,60	61,8	61,9	1
,54	35,18	65,1	65,1	1



	,52	33,70	65,1	65,1	2
	,54	39,35	72,9	72,8	1
	,54	5,60	10,4	10,6	1
	,55	5,69	10,4	10,8	4
	,50	11,73	23,3	22,6	n.a.
	,49	17,05	34,8	33,8	1
	,50	18,86	37,4	36,8	1
	,53	20,91	39,2	39,3	2
	,49	22,23	45,4	44,4	4
	,53	24,20	45,4	45,5	n.a.
	,54	24,81	45,9	46,2	4
G12	,51	24,79	48,5	48,0	4
Clearfil SE Bond 10 s	,51	26,33	51,5	51,1	2
6 meses óleo	,50	26,35	53,0	52,2	1
	,53	28,15	52,8	52,9	4
N=24	,56	29,43	52,3	53,1	4
	,51	28,32	55,4	55,0	3
Slope=-24,24	,51	28,89	56,5	56,1	1
	,53	31,54	59,2	59,3	2
	,56	32,59	58,7	59,3	1
	,54	32,53	60,2	60,5	4
	,53	36,01	67,6	67,6	4
	,53	36,26	69,0	68,9	1
	,51	39,10	76,5	76,1	n.a.
	,56	42,29	76,2	76,8	1
	,55	42,32	76,3	76,9	n.a.

\* valor de resistência de união ajustado para área padrão de 0,53 mm<sup>2</sup>

\*\* n.a.= não avaliado