



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JULIO DE MESQUITA FILHO”
Campus de São José dos Campos
Faculdade de Odontologia

RENATA MARQUES DE MELO

**INFLUÊNCIA DE SISTEMAS ADESIVOS E REGIÃO DO DENTE
NA DURABILIDADE DA UNIÃO ENTRE DENTINA E PINO DE
FIBRA**



2009

RENATA MARQUES DE MELO

**INFLUÊNCIA DE SISTEMAS ADESIVOS E REGIÃO DO DENTE NA
DURABILIDADE DA UNIÃO ENTRE DENTINA E PINO DE FIBRA**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Especialidade Prótese Dentária.

Orientador Prof. Tit. Marco Antônio Bottino

São José dos Campos
2009

Apresentação gráfica e normalização de acordo com: Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para Normalização de Trabalhos Acadêmicos da FOSJC. São José dos Campos: FOSJC/UNESP; 2008.

Melo, Renata Marques de
Influência de sistemas adesivos e da região do dente na durabilidade da união entre dentina e pino de fibra/Renata Marques de Melo__São José dos Campos: [s.n.], 2008
133.f.: il.

Tese (Programa de Pós- Graduação em
Odontologia Restauradora) – Faculdade de Odontologia de São Jose dos Campos, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, 2008
Orientador: Marco Antonio Bottino

1. Sistemas adesivos - 2. Adesão dentinária – 3. Dentina do canal radicular - 4. Grau de conversão. Bottino, Marco Antonio. II. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Odontologia de São José dos Campos. III. Título.

Catálogo – Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação
Faculdade de Odontologia de São José dos campos - UNESP

AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 08/05 /2009

Assinatura :

E-mail: marquesdemelo@gmail.com

BANCA EXAMINADORA

Prof. Tit. Marco Antonio Bottino

Faculdade de Odontologia do Campus de São José dos Campos da UNESP.

Prof. Adj. Luiz Felipe Valandro

Faculdade de Odontologia do Campus de São José dos Campos da UNESP.

Prof. Assoc. Marcelo Giannini,

Faculdade de Odontologia de Piracicaba da UNICAMP.

Profa. Dra. Marcela Rocha de Oliveira Carrilho

Faculdade de Odontologia da USP

Prof. Dr. Maximiliano Piero Neisser

Faculdade de Odontologia do Campus de São José dos Campos da UNESP.

São José dos Campos, 08 de maio de 2009.

DEDICATÓRIA

A Deus. "Porque dEle, para Ele e por meio dEle são todas as coisas. A Ele pois a glória eternamente. Amém" (Romanos 11:36).

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Devo a **Jesus** o privilégio de ter feito este trabalho. Ele morreu em meu lugar. Deus tornou pecado aquele que não conheceu pecado para que, em **Jesus Cristo**, eu, que sou pecadora, pudesse ser considerada justa. Ele curou a cegueira do meu coração, concedeu-me fé e levou-me ao arrependimento. Por seu Espírito, ele tornou-se vivo em meu coração mediante a fé e, aos poucos, está inculcando seu caráter em minha personalidade obstinada. E mais: **Jesus Cristo** criou o mundo, inclusive a mim, e mantém este mundo em funcionamento pela manifestação do seu poder. Cada expirar ou inspirar, cada batida de meu coração, cada momento em que vejo e ouço alguma coisa, cada pensamento que me ocorre, tudo isso eu devo à misericórdia constante e ao poder criativo de **Jesus**. Todos os outros agradecimentos são secundários e dependem exclusivamente dele (adaptado de "Um Homem chamado Jesus Cristo"- Ed. Vida, por John Piper).

Agradeço ao meu amado esposo **Cleverson** pelo amor, dedicação e paciência inesgotáveis. Juntos nós temos visto e experimentado o Senhor Jesus. Amo você.

Agradeço muito aos meus queridos pais **Fred e Celia** porque com amor me educaram, inculcaram em mim o gosto pelo aprendizado e me proporcionaram todas as condições para que este

momento viesse a existir. Também ao meu irmão **Fernando** meu amor e gratidão, pois dividiu comigo muitos momentos dessa jornada, dando do seu tempo para me ajudar.

Obrigada às famílias **Melo** e **Marinho**, que apesar de distante, sempre estiveram próximas nos seus cuidados. Um agradecimento especial à minha Tia, **Dirce Fernandes de Melo**, cuja carreira e seriedade científica sempre me inspiraram. Também aos meus sogros **Cori** e **Leonor Marinho** pelo carinho e pelas orações.

Um agradecimento especial ao Professor Titular **Marco Antonio Bottino**, meu orientador. "Obrigada por ter se deixado usar por Deus para me ajudar. Você confiou em mim quando eu ainda era só uma aluna de iniciação científica e nunca deixou de levar em consideração as minhas opiniões. Mesmo sendo tão solicitado e importante pelo seu trabalho, você foi sempre gentil e acessível, me provendo com todos os recursos para que os nossos trabalhos dessem certo. Por tudo, muito obrigada".

Thanks to Professor Wole Soboyejo (The Aerospace and Mechanical Engineering Department, Princeton University) for accepting my visit to his laboratory at Princeton University. "Words cannot express adequately my immense gratitude for the financial support, the words of encouragement and your gentle attention."

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Adj. **Luiz Felipe Valandro**, pela mentoria e amizade. "Nossas conversas sempre foram muito frutíferas e renderam bons trabalhos".

Ao Professor **Ivan Balducci** pela amizade, paciência e presteza na realização dos tratamentos estatísticos, fundamental para os nossos trabalhos.

À Professora **Sandra Marcia Habitante** pela gentileza no acesso ao banco de dentes da Universidade de Taubaté, onde coletei a maior parte dos dentes usados no trabalho.

Ao Professor **Thomas Duffy** e seu aluno **Fuming Jiang** (*The Department of Geosciences, Princeton University*) pela cortesia na utilização do equipamento Raman em seu laboratório.

A Professora **Paulette Spencer** e seu aluno **Qiang Ye** (*The University of Kansas*) pela ajuda na utilização do equipamento Raman em seu laboratório e pelas discussões proveitosas sobre μ -Espectroscopia Raman da interface adesivo-dentina.

Ao Professor **Roberto Kawakami Harrop Galvão** (Divisão de Engenharia Eletrônica do ITA) pelo processamento digital dos espectros com transformadas *wavelets*.

Aos colegas de pós-graduação: **Aleska, Anderson, Celina, Diana, Kaizo, Fernanda, Liliana, Lucas, Guilherme Macedo, Humberto, Marianna, Paula, Priscilla, Regina, Rodrigo Othávio, Sandra, Sheila, Silvia Masae e Susana.** Um agradecimento especial ao colega **Rodrigo Othávio** pela imensa ajuda quando fiquei ausente do país. Obrigada também à **Fernanda** e à **Regina**, pela amizade e pela ajuda em tantos momentos.

Àqueles que já passaram pela pós-graduação, mas a quem devo muito: à **Graziela Galhano** pela amizade, ajuda e companhia nos trabalhos; à **Renata Faria**, que me ajudou em momentos decisivos, também abrindo as portas da sua casa para me receber; à **Sílvia Helena Barbosa** pela parceria nos trabalhos e pelas risadas juntas.

A dois casais maravilhosos que me tratam como filha e cuja providência e amor divinos colocaram em minha vida. "Obrigada **Orcino e Lucia Albuquerque**, que desde 1999 tem me amado e cuidado de mim. Obrigada **Samuel e Célia Santos**, que me conhecem somente há dois anos, mas que tem em seus corações um amor como de uma longa amizade".

Às minhas amigas de oração: **Lia, Naty, Marcinha, Eliége, Flaviana e Viviane.** Agradeço pelo apoio e pela alegria dos momentos juntas. Também, a todos os membros do meu " **PG**", pelas orações.

Aos Professores **José B. Amorim e Antônio Brulino de Melo Filho** pela amizade e pelos sábios conselhos.

Aos Professores do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese que muito contribuíram pra minha formação. Em especial, aos docentes **Carlos Augusto Pavanelli, Fernando Eidi Takahashi, Renato Sussumu Nishioka, Estevão Tomomitsu Kimpara, Alexandre Luiz Souto Borges e Tarcisio J. de Arruda Paes Junior.**

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos-Unesp, na pessoa do diretor **José Roberto Rodrigues**, por oferecer condições à realização do meu doutorado.

Ao coordenador da Pós-graduação em Odontologia Restauradora, **Clóvis Pagani**, pela atenção e disponibilidade.

Às secretárias da pós-graduação, **Erena, Cidinha, Rose e Lilian** pela ajuda constante e pelos inúmeros lembretes para que eu não perdesse os prazos.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo apoio financeiro para este trabalho, e pela seriedade e eficiência. À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da bolsa de Doutorado Sanduíche.

SUMÁRIO

RESUMO	12
LISTA DE FIGURAS	13
LISTA DE QUADROS E TABELAS	19
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	20
1 INTRODUÇÃO	23
1.1 Relevância do trabalho	27
2 REVISÃO DA LITERATURA	28
2.1 Substrato dentinário	28
2.2 Sistemas adesivos	30
2.3 Adesão à dentina	33
2.4 Interface adesivo- dentina: qualidade e longevidade	39
2.5 Polimerização da resina	46
3 PROPOSIÇÃO	50
4 MATERIAL E MÉTODO	52
4.1 Preparo dos espécimes	55
4.2 Teste de Push-out (Resistência de união):	58
4.3 Estudo preliminar de mecânica da fratura da interface	60
4.4 Microespectroscopia Raman	65
4.4.1 Quantidade de impregnação da resina	65
4.4.2 Duplas ligações residuais C=C (Grau de conversão)	70
4.5 Análise com MEV e EDS	73
4.6 Delineamento experimental e análise estatística	73
5 RESULTADOS	76
5.1 Resistência de união	76
5.2 Mecânica da fratura da interface	85
5.3 Impregnação do adesivo	91
5.4 Duplas ligações residuais (grau de conversão)	100

5.5 Correlação Resistência de união/Grau de conversão	103
6 DISCUSSÃO	105
7 CONCLUSÃO	116
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	117
APÊNDICE A - Resultado do teste T de Student de amostras pareadas para o grau de conversão do cimento nas diferentes regiões.....	130
ANEXO A – Certificado de aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa..	131
ANEXO B – Declaração do comitê de ética em pesquisa da UNITAU sobre doação de dentes.	132
ABSTRACT	133

Melo, RM. Influência de sistemas adesivos e região do dente na durabilidade da união entre dentina e pino de fibra [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”; 2009.

RESUMO

Esse estudo avaliou a performance de dois adesivos com condicionamento ácido prévio (All-Bond 2 e One-step Plus - Bisco) e dois sistemas adesivos autocondicionantes (Clearfil SE Bond- Kuraray e Xeno III- Dentsply) quanto à resistência de união à dentina coronária e do canal radicular, penetração do adesivo na dentina desmineralizada e influência sobre o grau de conversão do cimento resinoso. Também foi determinada, com mecânica da fratura, a tenacidade da interface pino/cimento/dentina formada com o adesivo All-Bond 2. O canal radicular de 80 dentes humanos anteriores superiores foi instrumentado e, em seguida, preparado com brocas do sistema de pinos FRC Postec (Ivoclar). A dentina foi tratada com um dos sistemas adesivos e o pino foi cimentado com cimento Duo-link (Bisco). Oito grupos foram formados de acordo com o sistema adesivo e o tempo de armazenagem em saliva artificial (7 d ou 4 m). Seis secções transversais (~1,0 mm) foram obtidas das regiões compreendidas entre 4 mm acima da JEC até 4mm do ápice radicular, isto é, dentina coronária e do canal radicular. Três destas seis secções foram submetidas ao teste de *push-out* em máquina de ensaio universal Instron (1 mm/min, 50 Kgf). Nas secções restantes foram avaliados o grau de conversão do cimento e a penetração do adesivo na dentina com μ -Espectroscopia Raman. As amostras de tenacidade consistiram de dois hemi-discos de resina reforçada por fibra (pino) cimentados a duas fatias de dentina da câmara pulpar, formando um sanduíche (espécime *Brazil nut*). Os resultados do teste Anova 3-fatores de medida repetida ($p < 0.05$) indicam que, apenas, a “região” exerceu efeito significativo sobre a resistência de união (MPa). Na porção coronária (4,20 MPa) a resistência foi maior que nas regiões média (3,45 MPa) e apical (3,26 MPa) (Tukey, 5%). A tenacidade de fratura da interface cimento-dentina foi maior que a da interface cimento-pino. A penetração do adesivo na dentina foi maior para os sistemas de condicionamento ácido e diminuiu em direção à região média do canal. Quanto ao grau de conversão (%), todos os fatores influenciaram significativamente os resultados (Anova 3-fatores, $p < 0.05$). Não houve correlação significativa entre o grau de conversão e a resistência de união. A união entre sistemas adesivos e dentina coronária foi superior, tanto do ponto de vista da resistência mecânica, como do grau de conversão do cimento resinoso e da espessura da camada híbrida. A tenacidade de fratura obtida com o adesivo All-Bond 2 mostrou que a interface mais resistente é aquela formada entre cimento e dentina. O grau de conversão também dependeu do adesivo e do tempo para análise.

Palavras-chaves: Sistemas adesivos. Adesão dentinária. Dentina do canal radicular. Grau de conversão.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 - Embutimento do dente em resina acrílica, vertida em um molde de silicóna, com o longo eixo do preparo intra-radicular perpendicular ao solo. 57
- Figura 2 - Seccionamento do espécime: (A) remoção da primeira fatia, onde há excesso de cimento; (B) seccionamento dos segmentos transversais nas regiões do dente avaliadas no estudo 58
- Figura 3 - Dispositivo para ensaio de *push-out* e amostra. 59
- Figura 4 - (A) Fórmula para cálculo da resistência de união. (B) Desenho esquemático correspondente à secção interna do espécime (paredes radiculares) – figura geométrica de um tronco de cone circular reto de bases paralelas (1); Figura geométrica para cálculo da geratriz do tronco de cone (2). 60
- Figura 5 - Hemi-discos de resina reforçada por fibra com entalhe no hemi-disco inferior. 61
- Figura 6 - Vista lateral e incisal dos dentes durante seccionamento para obtenção das secções de dentina, próximo a câmara pulpar. 61
- Figura 7 - Aparato de teste (A) e espécime *Brazil nut* (B). 63
- Figura 8 - Geometria do espécime *Brazil nut* , onde *P*: carga para fratura; *R*: raio do disco; *a*: metade do

comprimento da trinca; θ : ângulo de inclinação da trinca em relação a direção de aplicação da carga.....	63
Figura 9 - Aparato experimental de espectroscopia Raman (A). Um laser de Ar passa por uma série de filtros até atingir a amostra e é coletado por uma objetiva, passando por um filtro espacial e filtros “notch” até entrar no espectômetro, equipado com um Dispositivo de Carga Acoplado (DCA) (B).	66
Figura 10 - Representação com MEV dos pontos de mapeamento para análise da interface adesivo-dentina intertubular em um segmento cervical (P-pino; C-cimento; D-dentina).....	68
Figura 11 - Espectros original (A) e tratado (B) após a utilização da transformada <i>wavelet</i>	69
Figura 12 - Espectros do cimento não-polimerizado ($R_{\text{não-polimerizada}}$) (A) e polimerizado ($R_{\text{polimerizada}}$) (B) em um segmento coronário do adesivo Xeno III, com os parâmetros utilizados para determinação do grau de conversão.....	72
Figura 13 - Médias de resistência de união e desvio padrão (MPa) dos adesivos (X- Xeno III; A – All-Bond 2; C- Clearfil SE Bond; OS – One-step Plus) na região coronal em dois períodos (7d e 4m).....	76
Figura 14 - Médias de resistência de união e desvio padrão (MPa) dos adesivos na região cervical em dois períodos.	77
Figura 15 - Médias de resistência de união e desvio padrão (MPa) dos adesivos na região média em dois períodos.....	77

Figura 16 - Gráfico de médias (MPa) do efeito Adesivo em função do efeito Região.	79
Figura 17 - Segmentos cervical com detalhe em aumento (acima) e médio do adesivo All-Bond 2 (meio) e dos segmentos coronal e cervical do adesivo One-step Plus (abaixo), após 7d (C=cimento; D= dentina; T= <i>tags</i>).	80
Figura 18 - Segmentos coronal, cervical (acima) e médio (meio) do adesivo Clearfil SE Bond e segmento coronal do adesivo Xeno III (abaixo), após 7d (C=cimento; D= dentina; T= <i>tags</i> ; CH= camada híbrida).	81
Figura 19 - Segmentos coronal e cervical do adesivos One-step Plus (acima), e coronal do adesivo Xeno III (abaixo) mostrando sinais sugestivos de degradação (setas).....	82
Figura 20 - Segmento cervical fraturado do adesivo Xeno III mostrando que, após 7 dias, as fibras do pino foram deslocadas, com algumas ainda permanecendo presas a fatia (detalhe em maior aumento).	83
Figura 21 - Segmentos coronais dos adesivos All-Bond 2 e Clearfil SE Bond mostrando a extrusão dos pinos e das fibras (setas).	83
Figura 22 - Segmento coronal do adesivo One-step Plus (4 m), mostrando a extrusão do conjunto pino-cimento e presença de bolhas (setas).	84
Figura 23 - Segmento coronal do adesivo Clearfil (4 m), mostrando a extrusão do conjunto pino-cimento, com <i>tags</i> (T) fraturados nas laterais (detalhe em maior aumento) (C=cimento).	84

Figura 24 - Segmentos coronais fraturados dos adesivos All-Bond 2, One-step Plus e Xeno (4 m), mostrando o lado da dentina, onde as falhas ocorreram predominantemente dentro da camada híbrida (T=tags).....	85
Figura 25 - Tenacidade de fratura da interface (<i>Interfacial fracture energy</i>) de acordo com o ângulo de fase, Ψ , utilizado, demonstrando os diferentes caminhos percorridos pela trinca (ângulos de fase -5° , 15° , 35° e 55° correspondem a θ de 1° , 5° , 10° e 15°).	86
Figura 26 - Superfície de fratura produzida com 1° de angulação (modo I puro, tração) revela presença de adesivo sobre a resina reforçada por fibra.	88
Figura 27 - MEV/EDS da fratura interfacial com ângulo de 10° : Resina reforçada por fibra (A); cimento (B).....	89
Figura 28 - MEV/EDS da fratura interfacial com ângulo de 15° : Dentina (A); cimento (B).....	90
Figura 29 - Espectro da dentina na faixa $700-1800\text{ cm}^{-1}$, mostrando que a região entre $1600-1700\text{ cm}^{-1}$ apresenta picos alargados e não-definidos, que facilmente se sobrepõem aos adesivos que também possuem bandas aí.....	91
Figura 30 - Espectros dos adesivos puros na faixa de entre 700 e 1200 cm^{-1} em que o pico em $1111-1115\text{ cm}^{-1}$ (C-O-C) é único e bem definido.	92
Figura 31 - Espectroscopia μ -Raman da interface formada com o adesivo All-Bond 2 nas regiões coronária, cervical e média do preparo no canal, respectivamente. As flechas indicam a extensão aproximada da	

desmineralização em 960 cm^{-1} e a extensão de penetração do adesivo em 1211 cm^{-1} (região coronária $\approx 9\text{ }\mu\text{m}$ (A); região média $\approx 7\text{ }\mu\text{m}$ (B); região apical $\approx 0\text{ }\mu\text{m}$ (C)).	93
Figura 32 - Extensão de penetração dos adesivos One-step Plus (A), Xeno III (B) e Clearfil SE Bond (C) de acordo com a posição (μm).	95
Figura 33 - Espectroscopia μ -Raman após 4 m da interface formada com o adesivo All-Bond 2 nas regiões coronária (acima) e cervical (abaixo) do preparo no canal. O detalhe mostra a predominância das bandas colágenas a partir de $6\text{ }\mu\text{m}$.	96
Figura 34 - Espectroscopia μ -Raman após 7 d (acima) 4 m (abaixo) da interface formada com o adesivo One-step Plus na região cervical.	97
Figura 35 - Espectroscopia μ -Raman após 4 m da interface formada com o adesivo Clearfil SE Bond nas regiões coronária (acima) e média (abaixo) do preparo no canal, respectivamente.	98
Figura 36 - Espectroscopias μ -Raman após 7 d (A) e 4 m (B) na região coronária e espectroscopia da região média após 4 m (C) da interface formada com o adesivo Xeno III.	99
Figura 37 - Médias de grau de conversão e desvio padrão (%) dos adesivos (X- Xeno III; A – All-Bond 2; C- Clearfil SE Bond; OS – One-Step Plus) na região coronal em dois períodos (7d e 4m).	100
Figura 38 - Médias de grau de conversão e desvio padrão (%) dos adesivos na região cervical em dois períodos.	100

Figura 39 - Médias de grau de conversão e desvio padrão (%) dos adesivos na região média em dois períodos.	101
Figura 40 - Gráfico de médias do grau de conversão (%) revelando as diferenças entre as regiões.....	103
Figura 41 - Gráfico de correlação dos dados de resistência de união (MPa) e grau de conversão (%).	104

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Adesivos usados no estudo, composição e procedimentos de uso.....	54
Tabela 1 - Fórmula de saliva artificial.	55
Tabela 2 - Análise de variância (Anova) 3-fatores com medida repetida da resistência de união (MPa) de acordo com o sistema adesivo, período para análise e região.....	78
Tabela 3 - Análise de variância (Anova) 3-fatores com medida repetida para o grau de conversão (%) de acordo com o sistema adesivo, período para análise e região ($p < 0,05$).....	101
Tabela 4 - Tabela dos grupos homogêneos para as médias de grau de conversão de acordo com o sistema adesivo e o período para análise.	102

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

4-META = 4 - metacriloxietil trimelitato anidrido

A = área adesiva

Bis-GMA = Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato

°C = grau Celsius

CaCl₂ = Cloreto de cálcio

cm = centímetro

cm⁻¹ = centímetro a menos um

EDTA = Ácido etileno diamino tetracético

EDS = Espectroscopia por Energia Dispersiva

Fator C = fator de configuração cavitária

g = grama

g = geratriz do tronco de cone

G = taxa de liberação de energia

h = altura da secção

H = hipótese

HCl = Ácido clorídrico

HEMA = Hidroxietil metacrilato

KCl = Cloreto de potássio

KH₂PO₄ = Dihidrogeno fosfato de potássio

kgf = kilograma força

kgf/mm² = kilograma força por milímetro quadrado

JEC = junção esmalte-cimento

JED = junção esmalte-dentina

MEV = microscopia eletrônica de varredura

MET = Microscopia eletrônica de transmissão

MFA = Microscopia de força atômica

$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = Cloreto de magnésio hexaidratado

μm = micrometro

min = minuto

mm = milímetro

mm^2 = milímetro quadrado

mm/min = milímetro por minuto

mM= miliMolar

MPa = MegaPascal

N = Newton

N/mm^2 = Newton por milímetro quadrado

nm = nanometro

NaN_3 = Nitrato de sódio

NaOCl = Hipoclorito de sódio

NiTi= Níquel-titânio

Psi= unidade de pressão no sistema inglês/americano que significa “libra por polegada”

RA= resistência adesiva

R_1 = raio da base menor

R_2 = raio da base maior

s = segundo

SiC = carbetto de silício

TEGDMA = Trietilenoglicol dimetacrilato

LISTA DE SÍMBOLOS

Al = Alumínio

C= Carbono

λ = comprimento de onda

Na = Sódio

O = Oxigênio

π = 3,14

Ψ = ângulo de fase

Si = Silício

Θ = ângulo de compressão

Zr = Zircônio

1 INTRODUÇÃO

A introdução dos métodos adesivos em dentina do canal radicular trouxe novos desafios à Odontologia Adesiva. Muitos estudos feitos em canal radicular são conclusivos sobre alguns dos fatores responsáveis pelas limitações da técnica adesiva neste ambiente. Por exemplo, já se sabe que a configuração da cavidade (Bouillaguet et al.,¹⁴ 2003; Tay et al.,¹⁰² 2005) e a estrutura da dentina (Mjor; Nordhal,⁶³ 1996) tornam difícil a sua hibridização. Contudo, os efeitos de certos fatores extrínsecos, como o tipo de sistema adesivo, não foram bem avaliados ainda.

A configuração da cavidade é certamente uma das variáveis críticas para a hibridização no canal. Feilzer et al.²⁶ (1987) desenvolveram o conceito de “Fator C” que é a proporção de superfícies de resina composta aderidas e não-aderidas às paredes da cavidade. Quando há uma grande quantidade de superfícies livres em relação às aderidas, o estresse de contração é aliviado pelo escoamento da resina durante a polimerização. Embora o fator C varie de um a cinco em restaurações intracoronárias, pode exceder a duzentos quando da cimentação de pinos no ambiente tridimensional do canal radicular (Bouillaguet et al.,¹⁴ 2003).

Um outro problema do canal é a estrutura da dentina. Normalmente, os túbulos dentinários na raiz são mais retilíneos, menos divergentes e em menor quantidade em relação à coroa (Ferrari et al.,³⁰ 2000; Mannocci et al.,⁶² 2004). Isso ocorre principalmente nas porções mais apicais do canal (Mjor et al.,⁶⁷ 2001), onde o acesso também é um entrave à

hibridização. Além disso, variações da dentina – transparente (Balooch et al.,⁹ 2001), esclerótica (Mjor; Nordhal,⁶³ 1996) – podem diminuir a qualidade final da adesão. Logo, deve-se sempre considerar tais adversidades quando da utilização de materiais resinosos no canal.

Outros aspectos como o comportamento e a difusibilidade dos adesivos sobre a dentina desmineralizada dependem, sobretudo, do tipo de material. Atualmente, são várias as formas de apresentação dos adesivos dentinários: sistemas de condicionamento da dentina com ácido e, depois, *primer* e adesivo aplicados separadamente (três passos) ou em passo único (dois passos); e sistemas autocondicionantes, que contêm um *primer* autocondicionante e um adesivo, separados (dois passos) ou unidos em solução (*all in one*). Para os sistemas adesivos de condicionamento ácido os espaços deixados pela retirada do mineral (inorgânica) devem ser preenchidos pelo sistema adesivo (Nakabayashi et al.,⁶⁷ 1982). Para isso, a condição expandida das fibras colágenas deve ser mantida, evitando-se o colapso das mesmas através da presença de uma certa quantidade de água preenchendo os espaços interfibrilares. (Carvalho et al.,¹⁹ 1999, Pereira et al.⁸⁰, 1999; Van Meerbeek et al.,¹⁰⁶ 1999). Esta umidade remanescente no substrato levou ao desenvolvimento de adesivos de monômeros hidrofílicos que interagem melhor com as fibrilas colágenas. Já para os sistemas adesivos autocondicionantes, o colapso do colágeno é evitado pela desmineralização e infiltração simultâneas da *smear layer* pelos monômeros resinosos (Carvalho et al.,¹⁹ 1999; Wang; Spencer et al.,¹¹⁴, 2005).

A crescente preferência por sistemas simplificados (condicionamento ácido de 2 passos e autocondicionantes de passo único) deve-se principalmente à diminuição do tempo do procedimento clínico que proporcionam. Contudo, a utilização desses materiais sempre acarreta

alguma perda de adesão dentinária com relação aos sistemas multifrascos (condicionamento ácido de 3 passos e autocondicionante de 2 passos) (Cheong et al.,¹⁶ 2003; Wang; Spencer,¹¹⁴ 2004). Sabe-se que, ao contrário de sistemas adesivos convencionais que utilizam uma resina fotoativada intermediária sobre a dentina tratada com o primer, os monômeros não-polimerizados da zona inibida pelo oxigênio dos adesivos simplificados ficam em contato direto com a resina adjacente (Suh et al.,⁹⁹ 2003). Como a cimentação de pinos no canal quase sempre está associada à utilização de resinas duais, o profissional pode não levar em conta as reações adversas decorrentes da combinação cimento resinoso dual/adesivo simplificado (Sanares et al.,⁸¹ 2001). Essa incompatibilidade é causada pela polimerização incompleta da porção química da resina dual que começa com a inibição induzida pelo oxigênio do ar atmosférico. Acredita-se que monômeros residuais acídicos da camada de oxigênio reajam com as aminas terciárias básicas catalisadoras da reação química das resinas duais (Cheong et al.,¹⁶ 2003). Além disso, a hidrofilia dos monômeros acídicos é responsável pela formação de um gradiente osmótico que cria canais de água na camada de adesivo e, em longo prazo, hidrolisa a interface adesivo-dentina (Wang; Spencer,¹¹⁴ 2004; Chersoni et al.,²⁵ 2005).

A polimerização insuficiente do cimento resinoso dentro do canal pode afetar sua resistência mecânica e, conseqüentemente, a resistência de união do conjunto (Yoldas; Alaçam,¹¹⁰ 2001). Nesse sentido, a utilização de um pino translúcido parece mais efetiva do que a de um pino opaco (Galhano et al.,³⁷ 2008).

A maioria dos estudos sobre os fatores que afetam interfaces tem sido feita com testes de resistência de união. Em estudos de resistência no canal radicular, o teste de *push-out* é o mais comum devido à praticidade de obtenção das amostras e ensaio (Pest et al.,¹³ 2001; Goracci et

al.,⁴¹ 2004; Valandro et al.,¹⁰⁴, 2007). Sabe-se que para serem mais precisos os ensaios de resistência devem ser avaliados no contexto da microestrutura do material, história de processamento, metodologia, ambiente do teste e mecanismos de falha (Kelly et al.,⁵⁰ 1998). Porém, testes mecânicos como o de *push-out* não levam em conta os efeitos da rugosidade e das diferenças no módulo de elasticidade dos materiais. Assim, se o objetivo é determinar um critério de falha na interface, o estudo de mecânica da fratura por meio de tenacidade de fratura (K_{IC}) ou energia de fratura (J_{IC}) pode ser um método mais confiável (Lucksanasombol et al.,⁵⁷ 2003)

Um dos métodos utilizados para avaliar o grau de conversão em resinas é a espectroscopia Raman.⁸¹ Combinando-se a espectroscopia com microscopia, obtém-se a micro-espectroscopia que pode ser usada para identificar a estrutura química molecular de amostras microscópicas. Com esta técnica, é possível detectar compostos moleculares específicos com uma resolução espacial lateral de aproximadamente 1 μm , ideal para espessuras de cimento com dimensões micrométricas. Logo, as amostras podem ser analisadas diretamente, dentro ou fora d'água, em condições normais de temperatura e pressão, úmidas ou secas e sem serem destruídas (Katz et al.,⁴⁷ 2002).

A micro-espectroscopia Raman também tem sido utilizada para a investigação química da interface adesivo/tecido dentinário, onde a estrutura é analisada *in situ*, sem a necessidade de se modificar a amostra. O comportamento dos diferentes sistemas adesivos, isto é, sua capacidade de desmineralizar a dentina (Wang; Spencer,¹¹⁴ 2004), penetração (Wang; Spencer, 2003,¹¹¹ Wang; Spencer,¹¹⁶ 2005) e polimerização (Santini et al.,⁸⁷ 2008) no substrato bem como a resistência à degradação das ligações entre adesivo e dentina (durabilidade) (Spencer et

al.,⁹⁸ 2006), após armazenamento em água, são os fatores mais avaliados com a micro-spectroscopia Raman.

1.1 Relevância do trabalho

Atualmente, é grande a quantidade de sistemas adesivos disponíveis comercialmente com diferentes comportamentos sobre a dentina. Segundo a indústria e os profissionais clínicos, os sistemas simplificados são vantajosos porque reduzem os passos clínicos. Contudo, a utilização destes materiais em dentina pode ocasionar alguns reveses que são agravados ainda mais quando o ambiente é o canal, com sua anatomia e estrutura dentinária complexas. Assim é necessário o estudo das variáveis relacionadas à utilização dos vários tipos de sistemas adesivos em canais radiculares, ao longo do tempo.

Até o momento, também pouco se sabe sobre a composição bioquímica da camada híbrida formada com os diversos sistemas adesivos, bem como ainda é limitado o conhecimento dos produtos da degradação dessa estrutura após armazenagem em meio aquoso. Neste sentido a micro-spectroscopia Raman da interface é uma alternativa aos métodos já existentes que requerem grande modificação da amostra, podendo distorcer os resultados. Tal fato favorece o estudo da interface adesivo-dentina, necessário ao desenvolvimento da próxima geração de materiais.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Neste capítulo, para uma melhor compreensão, procurou-se dividir em sub-tópicos os artigos da literatura que apresentam o estado atual dos assuntos estudados. Contudo, alguns temas abordados em diferentes sub-tópicos estão relacionados, tornando a divisão meramente didática.

2.1 Substrato dentinário

A dentina caracteriza-se por uma estrutura tubular espessa, altamente organizada e permeada por extensões celulares vivas e fluido tissular. Em peso, ela é composta por 70% de mineral, 20% de material orgânico e 10% de água. Grande parte do material orgânico (90%) é colágeno do tipo I, e apenas 10% são proteínas não-colágenas. Destas, as proteoglicanas são o maior grupo, tendo função importante na formação da fibrila colágena e no processo de mineralização do colágeno (Fratzl,³⁶ 2008).

O colágeno é uma proteína caracterizado por três cadeias polipeptídicas, denominadas cadeias α . As cadeias estão organizadas em uma estrutura triplo-helicoidal e contêm uma ou mais regiões caracterizadas por uma unidade de aminoácido que se repete. A estabilidade das moléculas ou polipeptídeos é conferida principalmente por ligações de hidrogênio. A estrutura do colágeno é hierárquica, com as moléculas menores se agrupando em fibrilas que, por sua vez, se agregam

para formar fibras espessas com vários micrômetros de diâmetro (Ager III et al.,¹ 2006; Fratzl,³⁶ 2008).

Porém, a matriz orgânica da dentina não proporciona rigidez suficiente para o tecido. Tal rigidez resulta principalmente das partículas minerais no tecido rico em colágeno (Kinney et al.,⁵¹ 2003). Muito do mineral na dentina é encontrado na dentina peritubular (ao redor dos túbulos), onde há pouco colágeno. Na coroa, os túbulos são formados por uma dentina peritubular espessa (2-5 μm) e possuem fibras colágenas mineralizadas com uma orientação não muito definida. Eles são altamente compactados e numerosos na proximidade da polpa (50.000/ mm^2), de onde se irradiam para a Junção Esmalte-Dentina (JED), onde são mais esparsos (20.000/ mm^2) e possuem uma bainha peritubular menos espessa, próximo ao esmalte. Por sua vez, a dentina intertubular (entre os túbulos) é caracterizada por uma rede de fibrilas colágenas mineralizadas. O arranjo dessas fibras na raiz é muito mais regular que na coroa, na qual as fibras aparecem em ângulo ou na mesma direção que os túbulos (Fratzl,³⁶ 2008).

A raiz dentária, formada depois da completa formação da coroa, é constituída basicamente de dentina primária. Ultra-estruturalmente, ela é caracterizada pelo alinhamento de fibras colágenas com ligações cruzadas e presença de mineral nos feixes de fibras e nos espaços interfibrilares (Balooch et al.,¹¹ 2008). Os túbulos correm lateralmente, estendendo-se da polpa até a camada de cimento. As fibras colágenas mineralizadas estão em um plano ortogonal aos túbulos, geralmente na direção das linhas incrementais de crescimento, formando um pequeno ângulo com o eixo do dente (coroa-raiz). Muitos ramos laterais de túbulos dentinários são encontradas na raiz. O padrão das ramificações constitui um sistema de anastomoses canaliculares cruzando a dentina intertubular (Migues et al.,⁶³ 2004). Mjor et al.⁶⁷ (2001) estudaram histologicamente o terço apical de raízes de dentes humanos adultos, com ênfase na presença, direção e distribuição dos túbulos dentinários bem como de suas ramificações. Baseados nas observações feitas- direção e

distribuição irregular dos túbulos, presença de dentina secundária e áreas sem túbulos- os autores afirmaram que as características da dentina apical não favorecem técnicas adesivas baseadas na penetração de resina nos túbulos dentinários.

Além das variações regionais, algumas alterações podem afetar a morfologia da dentina. Sabe-se que, com o passar dos anos, uma dentina secundária forma-se adjacente a polpa de dentes vitais. Assim, em um processo fisiológico normal, o canal radicular vai sofrendo um estreitamento gradual em dentes adultos. Isso é acompanhado de uma diminuição da permeabilidade e aumento da mineralização da dentina intertubular (Brackett et al.,¹⁵ 2008). Processos patológicos como a cárie e/ou abrasão dentinária também podem alterar a estrutura dentinária, pois nestes casos os túbulos são ocluídos com cristais de mineral (Yoshizama et al.,¹⁰⁹ 1996).

A *smear layer*, ou lama dentinária, também é um fator relacionado ao substrato dentinário que se caracteriza por remanescentes de substrato seccionado, sangue, saliva, bactérias, material abrasivo que estão ligados à dentina intertubular e que penetram nos túbulos, formando os *smear plugs*. No canal radicular, a instrumentação e irrigação do canal têm como objetivo a preparação de uma zona limpa e livre desses debris para obturação. Porém, a limpeza do canal para obturação, bem como, a limpeza após a desobturação com a finalidade de cimentação de pinos não têm se mostrado muito efetivas (Sen et al.,⁸⁹ 1995). Assim, no caso de procedimentos adesivos na coroa (Spencer et al.,⁹⁶ 2001) ou dentro do canal, muitas regiões ficam “indisponíveis” para a adesão devido à dificuldade de remoção da *smear layer*.

2.2 Sistemas adesivos

Desde que Buonocore¹⁷ (1956) deu início aos fundamentos da odontologia adesiva em dentina, os sistemas adesivos tem se desenvolvido continuamente. Nakabayashy et al.⁶⁷ (1982) foi o primeiro a descrever a hibridização dentinária pela remoção prévia da *smear layer* com o uso de um ácido, exposição das fibras colágenas, infiltração e polimerização in situ do adesivo a base de resina. A partir de então, muitos esforços tem sido feitos para que se melhore a qualidade dos sistemas adesivos.

Atualmente, os sistemas adesivos estão divididos em dois grandes grupos: convencionais, com condicionamento ácido e lavagem antes da hibridização, e autocondicionantes, com monômeros ácidos que condicionam e infiltram a superfície dentinária simultaneamente (Carvalho et al.,¹⁹ 1999). Os sistemas tradicionais podem ser classificados ainda de três ou dois passos dependendo se o *primer* e o adesivo estão separados ou unidos em uma única solução. De forma semelhante, os adesivos autocondicionantes podem ser de dois passos ou passo único (De munck et al.,²⁶ 2005; Breschi et al.,¹⁶ 2008).

Em sistemas adesivos convencionais de três passos, após os condicionamento ácido da superfície dentinária com exposição das fibras colágenas, um *primer* é usado para produzir o molhamento adequado das fibras colágenas, pois remove resquícios de umidade, transformando uma superfície hidrofílica em hidrofóbica, levando os monômeros aos espaços interfibrilares para que encapsulem as fibras colágenas. A aplicação do adesivo, no passo seguinte, tem como função preencher quaisquer poros remanescentes entre as fibras colágenas e formar *tags* de resina que selem os túbulos dentinários. Em seguida, a polimerização do primer e do adesivo estabiliza a camada híbrida e os *tags*, antes da aplicação final do compósito restaurador. Os sistemas de condicionamento ácido mais novos são mais versáteis pois apresentam apenas dois passos, com *primer* e adesivo em um único recipiente (Van Meerbeek et al.,¹⁰⁶ 1999).

Por sua vez, os sistemas autocondicionantes foram formulados para aderir a dentina coberta pela lama dentinária. Eles contêm altas concentrações de monômeros ácidos, sempre associados com 30–40% de água. Monômeros hidrofílicos como o HEMA estão presentes na formulação para que a *smear layer* possa ser infiltrada e o adesivo seja aderido a dentina. Nestes sistemas, a água é o solvente responsável pela dissolução dos minerais (pois acidifica a solução), muito embora em meio ácido e aquoso os monômeros sofram um tipo de degradação causada pela reação de hidrólise (Sauro et al.,⁸⁸ 2008). O motivo pelo qual os sistemas autocondicionantes se apresentam em dois frascos deve-se ao fato de que, sendo os monômeros resinosos acídicos hidroliticamente instáveis, deve-se separá-los da água que servirá para sua ionização. Assim, mesmo os sistemas autocondicionantes de passo único apresentam dois líquidos que são misturados antes de ser aplicado no substrato, em uma única etapa (Frankenberger et al.,³⁵ 2005).

A composição química dos adesivos é similar, independente do número de passos envolvidos. Contudo, a proporção dos componentes da solução varia conforme a classe de adesivo. Comumente, os adesivos contêm monômeros resinosos acrílicos, solventes orgânicos, iniciadores e inibidores, e, por vezes, partículas de carga. Dois tipos de monômeros podem ser reconhecidos dentro de um sistema adesivo: funcionais e formadores de ligações cruzadas (*cross-linkers*) (Van Landuyt et al.,¹⁰⁵ 2008). Os monômeros funcionais geralmente apresentam propriedades hidrofílicas (ex: HEMA). Suas funções podem ser diversas: aumentar o molhamento e desmineralização da dentina, liberar flúor ou conferir propriedades antibacterianas. Os grupos funcionais mais comuns desses monômeros são fosfatos, ácido carboxílico e alcóois. Os monômeros funcionais formam polímeros lineares, enquanto os formadores de ligação cruzada (ex: Bis-GMA) dão origem a polímeros de ligações cruzadas, cujas propriedades mecânicas são superiores às dos lineares e servem para reforçar o adesivo (O'dian,⁷⁴ 2004).

Um grande questionamento sobre a qualidade da camada híbrida formada com sistemas de condicionamento ácido com três ou dois passos é de que ela não é uniforme devido a dificuldade de se manter as fibras colágenas expandidas após o ataque ácido, de forma que os monômeros resinosos penetrem os espaços interfibrilares até uma zona desmineralizada mais profunda. Isso provocaria a nanoinfiltração da camada híbrida em margens não-protetidas e, conseqüentemente, degradação. Assim, a idéia de que os sistemas autocondicionantes poderiam condicionar e infiltrar a dentina sem causar discrepâncias revelou-se promissora. (Carvalho et al.,²³ 2005; Wang; Spencer,¹¹⁴ 2004). Porém, Wang; Spencer,¹¹⁴ (2004) e Carvalho et al.,²³ (2005) observaram a presença de fibras colágenas desprotegidas após a utilização de alguns sistemas autocondicionantes.

2.3 Adesão à dentina

Os testes mecânicos de resistência de união são o método mais usado para se avaliar sistemas adesivos. Acredita-se que quanto maior a adesão entre dente e biomaterial, mais resistente o conjunto será aos estresses de polimerização e carga funcional (De Munck et al.,²⁶ 2005).

Há um grande número de fatores que podem influenciar os resultados de testes de adesão, como o tipo de substrato, o tipo de condicionamento do substrato, as variáveis relacionadas a técnica de adesão, variáveis relacionadas ao tempo e forma de armazenamento da amostra e aquelas relacionadas ao próprio ensaio (Pashley et al.,⁷⁷ 1995).

A necessidade de se conhecer a complexidade do substrato dentinário tornou-se fundamental, pois exerce efeito significativo nas características de adesão e permeabilidade da dentina (Balooch et al.,⁹

2001; Miguez et al.,⁶³ 2004). Ogata et al.⁷⁵ (2001) investigaram a influência da direção dos túbulos dentinários sobre a resistência à tração obtida com quatro sistemas adesivos simplificados. Os autores observaram que a resistência à tração do grupo com túbulos paralelos na interface foi menor que aquela do grupo com túbulos perpendiculares. De fato, o próprio comportamento biomecânico da dentina demonstra que a resistência máxima à fratura de espécimes de dentina da coroa e da raiz é menor quando as forças são aplicadas paralelamente à direção dos túbulos, do que quando aplicadas perpendicular aos mesmos (Miguez et al.,⁶³ 2004; Lertchirakarn et al.,⁵⁴ 2001).

Yoshiyama et al.¹⁰⁸ (1998) mediram a resistência de união de sistemas adesivos simplificados em várias regiões da dentina na coroa e raiz. Os resultados desse estudo sugeriram a adesão ao esmalte e dentina radicular apical foi precária, comparada àquelas de dentina da coroa e às regiões cervical e média da dentina radicular. Com o crescimento das restaurações adesivas no canal radicular, as diferenças entre dentina coronária e radicular ficaram ainda mais evidentes (Lopes et al.,⁵⁴ Melo et al.,⁵⁷ 2008). As diferenças dentro do próprio canal como a maior quantidade e espessura dos túbulos na região cervical comparada com as regiões média e apical do leito para o pino (Ferrari et al.,³⁰ 2000) resultaram em diferentes resistências de união com a técnica convencional do ataque ácido.

Juntamente com os fatores regionais e as alterações morfológicas, a umidade do substrato também pode afetar a resistência de união à dentina (Pereira et al.,⁸⁰ 1999). A presença de água no substrato é imprescindível, pois ela mantém as fibras colágenas expandidas pelo rompimento das pontes de hidrogênio entre os polipetídeos das fibrilas. Assim uma condição de ressecamento do substrato dificulta a penetração dos monômeros devido ao colapso das fibrilas (Pashley et al.,⁷⁷ 1993). Porém, a umidade excessiva também é um entrave à boa hibridização, pois

o excesso de água pode levar a uma separação de fases de alguns adesivos, pela diluição e emulsificação dos mesmos (Tay et al.,⁹⁹ 1998).

Quando submetida ao condicionamento ácido, a dentina tem sua permeabilidade aumentada. Isso significa que, removendo-se completamente a lama dentinária e *plugs* de dentina durante o condicionamento ácido e lavagem, aumenta-se a perfusão de água da câmara pulpar com ou sem pressão hidrostática positiva. Isso também significa que, em dentina profunda (região dos cornos pulpares, por exemplo), onde há menor área de dentina intertubular, a contribuição da camada híbrida para a resistência de união é reduzida, enquanto a participação dos *tags* aumenta (Carvalho et al.,¹⁹ 1999). Assim, a utilização de um adesivo autocondicionante que não remove, mas interage com a lama dentinária, é mais efetiva nesta região. Além disso, a umidade intrínseca da dentina pode afetar a interface adesivo-dentina, mais do que a própria pressão hidrostática exercida pela polpa. Tal fato foi observado em um estudo em dentina do canal radicular com diferentes sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes (Chersoni et al.,²⁵ 2005). A perfusão de fluido foi evidente na superfície dos adesivos com menor número de passos. A maior parte dos espécimes aderidos com o grupo controle (condicionamento com ácido, três passos) estavam isentos de bolhas de fluido. Com isso, os autores concluíram que a permeabilidade dos adesivos com menor número de passos resulta na movimentação da água intrínseca da dentina, mesmo em dentes com canal tratado.

Quanto às questões anatômicas do preparo e o estresse de contração da resina, segundo Feilzer et al.,²⁷ (1987) para maior parte das configurações cavitárias clinicamente relevantes na coroa, o escoamento da resina que alivia o estresse de contração não é suficiente para preservar a união dos adesivos à dentina. Em outro estudo, em coroa e canal radicular, Bouillaguet et al.¹⁴ (2003) testaram as hipóteses de que a adesão de cimentos resinosos ao canal radicular seria reduzida em função do fator de configuração cavitária, processo de polimerização, tipo de

material cimentante e da proximidade com o ápice. Para observar a influência da configuração cavitária, os espécimes foram divididos em dois grupos: raízes intactas e raízes planificadas (cortadas longitudinalmente para expor todo o comprimento do canal, dividindo-o em metades). Todos os cimentos mostraram valores de adesão menores quando usados em raízes que permaneceram intactas. Dos resultados desse estudo, também concluiu-se que a adesão entre dentina e cimentos resinosos não é muito alta nos canais radiculares e que falhas clínicas não deveriam ser comuns quando uma quantidade suficiente de dentina coronária é utilizada.

Zicari et al.,¹²¹ 2008 não encontraram diferenças regionais na resistência de união obtida entre dentina do canal (coronal, média e apical) e sistemas adesivos autocondicionantes. Isso pode advir do fato de que os estresses contração e a forma como são dissipados, além da geometria da cavidade, são ainda influenciados pela contração volumétrica do material, pelo módulo de elasticidade do adesivo e da resina, pela contribuição de bolhas de ar dentro da restauração e pela taxa de polimerização da resina (De Munck,²⁷ 2005).

Apesar disso, muitas falhas têm sido observadas com a utilização de adesivos simplificados, ao longo da interface resina-adesivo. (Breschi et al.,¹⁶ 2008; Sanares et al.,⁸⁵ 2001). Isso ocorre provavelmente porque esses adesivos funcionam como membranas permeáveis após a polimerização⁹⁹ (Carvalho et al.,²² 2004; Sauro et al.,⁸⁸ 2008). A incorporação de uma grande quantidade monômeros hidrofílicos e/ou iônicos nos adesivos simplificados aumenta o movimento de água dentro na interface resina-dentina. A água pode afetar a estabilidade mecânica do polímero e favorecer a degradação da união resina-dentina (Malacarne et al.,⁵⁹ 2006). Para evitar este problema, a utilização de uma segunda camada de adesivo a base de uma resina mais hidrofóbica tem sido recomendada (Sauro et al.,⁸⁸ 2008).

Um outro problema que pode afetar a polimerização da resina dentro do cimento dentro do canal e conseqüentemente a resistência

nas interfaces é a capacidade de transmissão de luz, pelo pino, no interior do canal (Youldas et al,¹¹⁰ 2004; Galhano et al.,³⁷ 2008, Morgan et al.,⁶⁸ 2008). Nesse sentido, a utilização de um pino translúcido mostrou-se mais efetiva do que a de um pino opaco (Galhano et al.,³⁷ 2008). Na realidade, simples artifícios de técnica como a polimerização do adesivo antes da colocação do cimento (Grandini et al.,⁴³ 2004) e a utilização de um *microbrush* (Ferrari et al.,³² 2002). na colocação do sistema adesivo também produziram adesão mais confiável em canais radiculares. Como resultado, tem-se que a resistência de união em restaurações dentro do canal depende de um conjunto de fatores, como grau de estabilidade do imbricamento mecânico, efetiva interação química do adesivo com a dentina (camada híbrida) e da adesão entre adesivo, cimento e pino de fibra. Além disso, outros estudos já relataram que a estabilidade dessa união é influenciada pelo fator friccional, isto é, a capacidade do pino de se manter em posição devido à fricção e rugosidade da superfície do cimento (Goracci et al.,⁴² 2005, Sadek et al.,⁸¹ 2006).

Também têm sido abordado os efeitos de materiais endodônticos, como irrigantes e obturadores, na resistência de união entre adesivo e dentina do canal. Sistemas de condicionamento ácido e autocondicionantes apresentaram menor resistência de união a dentina quando da utilização de irrigantes como o peróxido de hidrogênio 3% e o hipoclorito de sódio 5% (Ari et al.,⁵ 2003; Nikaido et al.,⁷² 1999). Neste caso a presença do oxigênio pode ter afetado a resistência pela inibição da polimerização na interface, bem como pela formação de bolhas. Obturadores a base de eugenol também afetaram a resistência de cimentos resinosos à dentina (Hage et al,⁴⁶ 2002; Ngho et al,⁷¹ 2001). O eugenol é um composto fenólico que tem a capacidade de inibir a polimerização de resinas odontológicas.

Quanto ao tipo de teste, é importante considerar que a resistência mecânica de união não é uma propriedade inerente do material. Trata-se de uma propriedade que tem mais valor quando a intenção é

comparar materiais, conhecendo-se sua microestrutura, forma de processamento, tipo de teste e mecanismo de falha (Kelly,⁵⁰ 1995). Por isso a comparação entre estudos é tão difícil (De munck et al.,²⁶ 2005). Em estudos envolvendo a comparação de técnicas adesivas em coroa e canal radicular, o teste de *push-out*, um tipo de cisalhamento, tem sido muito utilizado (Pest et al.,¹² 2002; Goracci et al.,⁴¹ 2004; Kurtz et al.,⁵³ 2004; Wakefield et al.,¹¹⁸ 1998; Valandro et al.,¹⁰⁴ 2007, Melo et al.,⁵⁷ 2008). O teste de microtração também é bastante utilizado, pois. (Akungor et al.,³, 2006; Aksornmuang et al.,⁴ 2006a; Aksornmuang et al.,⁵ 2006b; Gaston et al.,³⁸ 2001) permite a obtenção de vários espécimes a partir de um único dente; porém, é extremamente trabalhoso e sensível a perda de espécimes no procedimento de corte. Em um estudo comparativo das metodologias de microtração e *push-out*, Goracci et al.⁴¹ (2004) afirmaram que a variabilidade dos dados obtidos com espécimes de microtração, tanto na modalidade *trimming* como *non-trimming*, é muito grande. Mas, levando-se em conta a adesão relativamente baixa de pinos aderidos ao canal, o teste de *push-out* pareceu mais preciso, permitindo o ensaio de espécimes com resistência de união muito baixa. Uma análise por elementos finitos, demonstrou que o teste de *push-out* apresenta uma distribuição mais homogênea de estresses e, pela análise numérica do teste mecânico, também constatou-se menor variabilidade dos resultados (Soares et al.,⁹⁴ 2008).

A análise dos mecanismos de falha após a fratura com testes mecânicos é limitada sem um exame cuidadoso com MEV e mapeamento dos elementos com raios-X. A resistência é sempre dependente dos tamanhos das falhas dentro do material e isto dificilmente pode ser controlado sem a utilização dos recursos mencionados. Porém, a tenacidade, definida como a capacidade do material de resistir à propagação rápida da trinca, é geralmente independente do tamanho dos defeitos dentro do material. Trata-se de uma propriedade inerente do material que pode ser medida pelo fator de intensidade de *stress* (K_{IC}) ou pela taxa de liberação de energia (G_{IC}). No tocante a análise de interfaces, G_{IC} é particularmente

importante, pois refere-se a energia requerida por unidade de área da superfície da trinca para criar novas superfícies. Assim, a determinação da tenacidade interfacial pode ser feita com mecânica da fratura, reduzindo-se os riscos de uma interpretação equivocada dos resultados, além de prover informações sobre os limites de utilização clínica dos materiais (Della Bona et al.,²⁶ 2006).

Por causa da natureza multiaxial dos estresses durante a mastigação, tanto os modo de tração (modo I de tenacidade de fratura) como o de cisalhamento (modo II de tenacidade de fratura) podem afetar dentes restaurados. O espécime *Brazil nut* apresenta uma geometria que permite medir a tenacidade de fratura em interfaces em uma faixa que compreende tração pura, cisalhamento puro e os dois modos simultaneamente (Rahbar et al.,⁸³ 2008; Zhou et al.,¹²⁰ 2006).

2.4 Interface adesivo- dentina: qualidade e longevidade.

Em sua maior parte, a interface adesivo-dentina tem sido estudada através de caracterização morfológica associada a testes de resistência mecânica (Hebling et al.,⁴⁷ 2005; Okuda et al.,⁷⁶ 2002; Sano et al.,⁸⁶ 1999). Porém, muitas dessas técnicas provocam alterações na interface devido ao preparo do espécime ou teste empregado. Primeiramente, há a possibilidade de equívoco quando se interpretam valores altos de resistência como indicativo de interfaces adesivas com alta qualidade, quando de fato estas podem possuir defeitos em sua extensão (Kelly,⁵⁰ 1995, De Munck et al.,²⁶ 2005). Embora testes de resistência proporcionem comparações entre diferentes sistemas adesivos, promovem apenas uma avaliação indireta sobre a qualidade da camada híbrida. Um outro problema é que técnicas de microscopia, como Microscopia

Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de transmissão (MET) exigem uma preparação especial da amostra, que envolve fixação química, desidratação e dissecação, ou recobrimento com um metal condutor, aumentando as chances de introdução de artefatos de técnica (Van Meerbeek et al.,¹⁰⁶ 1999).

Uma técnica de análise do espécime que não exige qualquer preparação adicional que possa causar alterações dimensionais e estruturais tem sido utilizada para o mapeamento químico/estrutural *in situ*, da camada híbrida (Spencer et al.,⁹⁵ 2000; Spencer; Wang,⁹⁷ 2002; Wan; Spencer,¹¹¹ 2003; Wang; Spencer,¹¹⁴ 2004). Trata-se da espectroscopia micro-Raman, que apresenta vantagens sobre as outras técnicas para análise da interface adesiva, pois não é destrutiva e requer mínima ou nenhuma preparação do espécime. É um método não-invasivo, de resultado rápido, seguro, onde mínima quantidade de amostra é requerida. A análise pode ser feita em água, em temperatura ambiente, evitando a desidratação do espécime, pois não interfere na aquisição dos espectros (Katz et al.,⁴⁹ 2002). Pela combinação de espectroscopia e microscopia, a espectroscopia Raman pode ser utilizada para se detectar e quantificar a composição molecular de materiais, incluindo a interface adesiva. Essa informação molecular é obtida através de uma resolução espacial muito pequena ao longo da interface (1 μ m) (Hashimoto et al.,⁴⁵ 2002). Nessa técnica, a resolução espacial é definida pelo arranjo de espelhos confocais que permitem a obtenção de um feixe bem fino do laser utilizado para excitação do espécime. Como os espectros Raman são muito específicos, possibilitam a identificação e quantificação molecular da amostra. Assim, os grupos funcionais do composto são detectados pela especificidade dos seus espectros.

O princípio da espectroscopia Raman baseia-se no fato de que a luz que incide sobre a matéria pode ser absorvida ou espalhada; o efeito Raman está relacionado à mudança de frequência da luz que incide sobre o material e é espalhada. Quando a luz interage com a molécula

distorce (polariza) a nuvem de elétrons ao redor do núcleo, levando a um estado de curta duração chamado estado virtual, que é instável. Se apenas a distorção da nuvem de elétrons está envolvida no espalhamento, os fótons serão espalhados com pequenas mudanças de frequência. Este processo é considerado um “espalhamento elástico”, e é o tipo dominante, denominado Raleigh. Porém, se ocorre algum movimento no núcleo durante o processo, haverá uma transferência de energia de fóton incidente para a molécula ou da molécula para o fóton espalhado. Neste caso o espalhamento é considerado inelástico e a energia do fóton espalhado é diferente daquela do fóton incidente. Trata-se do espalhamento Raman, que é um processo intrinsecamente fraco, pois somente um em 10^6 - 10^8 fótons sofrem este tipo de espalhamento. Isso não torna o processo pouco sensível, pois microscópios e *lasers* de alta potência podem ser utilizados na captação dos sinais. Porém, esses mesmos fatores acarretam problemas como degradação da amostra e fluorescência que é causa de interferências no sinal de interesse. O dano causado pelo aquecimento da amostra (degradação) pode ser substancialmente minimizado pela utilização de uma potência baixa e um laser de comprimento de onda na região do infravermelho próximo (Smith; Dent,⁹³ 2005). Quanto a interferência causada pela fluorescência alguns métodos computacionais são capazes de removê-la, determinando apenas o sinal de interesse. A técnica de transformada *wavelet* é a ferramenta mais eficiente para a remoção de espectros muito obscurecidos por interferências (Wang et al.,¹¹⁸ 2006; Hu et al.,⁴⁸ 2007).

Assim, na tentativa de responder às questões químicas da interface adesivo-dentina, Spencer et al.⁹⁵ (2000) analisaram, em nível molecular, diferenças quantitativas na composição dessa interface, formada em condições de adesão úmida. Após a remoção do esmalte oclusal de 10 terceiros molares não-irrompidos, as superfícies dentinárias expostas foram tratadas com os adesivos Single Bond ou One-step. A porcentagem relativa de Single Bond foi inferior a 50% em mais da metade da camada híbrida; para o One-step foi maior que 50% através de quase toda a camada híbrida.

Os resultados, segundo os autores, foram a primeira evidência química de separação de fases em um adesivo dentinário e seu efeito negativo sobre a interface adesivo-dentina. Em outros estudos (Spencer; Wang,⁹⁷ 2002; Wang; Spencer,¹¹¹ 2003), o espectro Raman obtido do adesivo com separação de fases indicou que a composição das suas partículas, bem como da matriz ao redor, era principalmente de Bis-GMA e HEMA. Os resultados morfológicos corroboraram os achados de espectroscopia e sugeriram que, como resultado da separação de fase do adesivo, a camada híbrida não é uma estrutura tridimensional impermeável de colágeno e polímero, mas uma rede porosa caracterizada por partículas de BisGMA distribuídas em uma matriz hidroliticamente instável de HEMA. Com imagens de micro-espectroscopia Raman 2-D, (Wang et al.,¹¹⁷ 2005) o mineral apresentou-se como uma camada parcialmente desmineralizada no topo do substrato dentinário. Pelas imagens, foi confirmado também que, em comparação com o monômero hidrofílico, o hidrofóbico resiste a difundir-se na área de dentina intertubular desmineralizada.

Em um estudo envolvendo microscopia de luz, MEV e micro-espectroscopia Raman (Wang; Spencer,¹¹⁴ 2004) demonstrou-se que os sistemas adesivos autocondicionantes foram incapazes de “encapsular” a dentina desmineralizada, deixando fibras colágenas expostas. Isso revelou que a infiltração total dos monômeros resinosos dos sistemas autocondicionantes estudados não ocorreu em toda zona desmineralizada. Os autores observaram ainda que a agressividade do sistema de passo único produziu interfaces muito complexas em relação àquelas formadas pelos sistemas de dois passos.

Grande parte dos estudos sobre a qualidade da interface resina-dentina levam em conta a durabilidade da união após envelhecimento da amostra. Como a camada híbrida é formada pela mistura de matriz orgânica da dentina, cristais residuais de hidroxiapatita, monômeros resinosos e solventes, o envelhecimento pode afetar os

componentes individualmente ou simultaneamente através de diferentes mecanismos de degradação (Breschi et al.,¹⁶ 2008).

A absorção de água pelas resinas hidrofílicas modernas é um mecanismo de degradação, pois pode afetar a estabilidade mecânica dessas resinas e favorecer a deterioração da união resina-dentina. Em geral, a extensão e velocidade de absorção de água aumentam com a hidrofília da mistura de solventes do adesivo (Gregoire et al.,⁴⁴ 2002; Malacarne et al.,⁵⁶ 2006). A degradação hidrolítica dentro da camada híbrida pode resultar da água remanescente entre as fibrilas e aumentar gradualmente devido a penetração de água através de canais de nanoinfiltração, resultando em menor adesão e falhas na interface. Esses canais de passagem de água foram evidenciados com o estudo da permeabilidade da interface usando-se um marcador, como o nitrato de prata, (Tay et al.,⁹⁹ 2003) observável sob MEV. O marcador revela os caminhos de água que atravessam a camada híbrida, criando as chamadas “*water trees*”. A presença dessas estruturas é mais comumente observada em sistemas adesivos simplificados (condicionamento ácido com dois passos e autocondicionante de passo único), porque contêm mais monômeros hidrofílicos (Sauro et al.,⁸⁸ 2008). Para estes tipos de adesivos também foi demonstrado uma menor capacidade de polimerização, que foi correlacionada à maior permeabilidade aos fluidos (Cadenaro et al.,¹⁸ 2005). O aumento do tempo de polimerização do adesivo acima de 20 s parece reduzir a permeabilidade.

Um outro fenômeno capaz de provocar a degradação da união resina-dentina são porosidades presentes na camada híbrida, resultantes da infiltração incompleta do adesivo na zona de dentina desmineralizada (Hashimoto et al.,⁴⁵ 2002; Sano et al.,⁸⁶ 1999; Spencer et al.,⁹⁸ 2006). Esta porosidade aumenta ao longo do tempo aumentando a ação de fluidos sobre as fibrilas colágenas expostas que sofrem degradação hidrolítica. Acreditava-se que isso estava limitado aos sistemas adesivos de condicionamento ácido, cuja diferença de profundidade de desmineralização

da dentina e infiltração do adesivo poderia levar a presença de colágeno não-encapsulado pelo adesivo. Contudo, foi demonstrado que uma zona de colágeno desprotegido também está presente quando da utilização de sistemas adesivos autocondicionantes que, em teoria, deveriam desmineralizar e infiltrar a dentina simultaneamente, evitando tal discrepância (Carvalho et al.,²³ 2005, Wang; Spencer,¹¹⁴ 2004).

Atualmente, acredita-se mais na ação combinada da degradação da resina e do colágeno como o fator prejudicial para a longevidade da união adesivo-dentina, devido à água remanescente nos espaços interfibrilares e nanoinfiltração. (Spencer et al.,⁹⁸ 2006, Wang et al.,¹¹⁵ 2005, Wang; Spencer,¹¹⁶ 2005).

A presença dos solventes nos sistemas adesivos é indispensável para a penetração dos monômeros na rede colágena, no caso dos adesivos de condicionamento ácido, e para ionização dos monômeros acídicos em se tratando dos sistemas autocondicionantes. Contudo, a presença de monômero residual (não-evaporado) afeta a polimerização do monômero e pode aumentar a permeabilidade da camada de adesivo (Manso et al.,⁶³ 2008; Van Landuyt et al.,¹⁰⁵ 2008). O tipos de solventes mais comuns são a água, a acetona e o etanol. Estudos recentes sobre a concentração de etanol e o grau de conversão de adesivos experimentais mostraram que o aumento na concentração deste solvente compromete o grau de conversão da mistura de monômeros (massa de etanol>50%)(Cadenaro et al.,¹⁹ 2008), bem como afeta as propriedades mecânicas da mistura de monômeros (Qiang et al.,⁸² 2007). As propriedades mecânicas são afetadas principalmente porque o adesivo sub-polimerizado e a presença de solvente residual aumentam a sorpção de água e eluição dos monômeros não-convertidos.

Outros estudos revelaram a contribuição de enzimas presentes no próprio hospedeiro como responsável pela degradação das fibrilas colágenas. Principalmente a partir das observações de Pashley et al.⁷⁹ (2004), constatou-se a contribuição de metaloproteinases (MMPs)

derivadas da matriz colágena na degradação da interface adesivo-dentina. Anteriormente, a presença e ação destas enzimas pareciam estar relacionadas apenas às bactérias responsáveis pela cárie dentária (Tjaderhane et al.,¹⁰³ 1998). Contudo, após um estudo com amostras parcialmente desmineralizadas por ácido fosfórico e armazenadas por até 250 dias em saliva artificial pura, saliva artificial com inibidores de enzimas proteolíticas e óleo mineral, todos contendo antimicrobianos, constatou-se degradação colágena nas amostras armazenadas onde havia somente saliva artificial. Dessa forma, Pashley et al.⁷⁹ (2004) e Hebling et al.⁴⁷ (2005) reforçaram a hipótese de que estas enzimas estão presentes na matriz e sua ação está relacionada à presença de água e ao baixo pH do meio. As MMPs são uma classe de enzimas zinco dependentes, que estão presas na matriz de dentina mineralizada e que são expostas quando da desmineralização dentinária. O ataque ácido, além de diminuir o pH, ativa as enzimas tornando-as capazes de degradar as fibras colágenas não-infiltradas pelo adesivo, comprometendo a interface da restauração em longo prazo. Devido à natureza ácida dos adesivos autocondicionantes, Nishitani et al.⁷³ (2006) comprovaram a capacidade desses sistemas de também ativar a MMP latente e aumentar a atividade para próximo de níveis máximos, contribuindo para a degradação da adesão resina-dentina após algum tempo. Um potente agente inibidor de MMPs é a clorexidina, que parece preservar a resistência adesiva se aplicada sobre a dentina desmineralizada sem lavagem posterior (Carrilho et al.,²⁰ 2007).

A capacidade dos sistemas adesivos de resistir a infiltração bacteriana, *in vitro*, sugere o bom selamento desses materiais com a dentina do canal (Wolanek et al.,¹²⁰ 2000; Assouline et al.,⁹ 2001). Embora a interface resina-dentina seja mais susceptível à degradação quando exposta ao meio oral, Mannocci et al.⁶¹ (2003) avaliaram *in vivo*, com MEV, a interface pino-resina-dentina de dentes tratados endodonticamente, restaurados apenas com resina composta ou com uma coroa metalocerâmica. Dois terços das interfaces observadas mostraram infiltração

da resina no terço coronário e médio do leito preparado para o pino, enquanto apenas um terço das interfaces mostraram-se infiltradas na região apical do leito. Não houve diferenças entre as interfaces pino-resina-dentina dos dentes recobertos e não-recobertos com coroas metalocerâmicas. O descolamento do adesivo da dentina e o descolamento do cimento do adesivo foram as falhas cujos dentes tratados endodonticamente e restaurados com sistemas resinosos mais apresentaram, segundo os autores.

2.5 Polimerização da resina

Os polímeros restauradores odontológicos atuais são basicamente compostos por três fases: matriz polimérica, partículas de carga e uma superfície tratada por silano na superfície das partículas. Geralmente, a matriz é constituída de Bis-GMA, que é viscoso, TEGDMA, que serve para diluir o anterior e um sistema iniciador a base de canforoquinona ou amina alifática. Como os monômeros são um divinil, uma matriz polimérica de ligações cruzadas forma-se rapidamente por meio de radicais livres, após exposição a uma luz azul (460 nm) (Lowell et al.,⁵⁶ 2001). Essa reação envolve a clivagem de ligações duplas de carbono e a formação de ligações simples que vão formar cadeias poliméricas. Como sob temperatura ambiente as resinas formam polímeros vítreos e possuem polimerização incompleta (~55-75%), as propriedades físicas podem variar em função da condição de cura ou da aplicação clínica (Lowell et al.,⁵⁶ 2001, Ferracane et al.,³⁰ 2008).

Porém, foi observado que a determinação das duplas ligações pode não refletir a qualidade e durabilidade do polímero. Isso ocorre porque as ligações não-convertidas podem estar presentes na forma de

monômeros livres ou como grupos pendentes na rede polimérica. Assim, os grupos pendentes não aparecem como duplas ligações residuais, mas contribuem para heterogeneidade da rede polimérica, com formação de microgéis e demora na obtenção do ponto gel (Quiang et al.,⁸² 2007). Estes monômeros geralmente oxidam-se ou sofrem degradação hidrolítica, enquanto os não-reagidos podem ser removidos do material polimerizados e irritar o tecido mole (Sideridou et al.,⁹² 2002). Além disso, os monômeros não-convertidos podem ser eliminados para o meio após algum tempo, diminuindo o número de duplas ligações residuais de carbono. Outros fatores como a “polimerização no escuro” (*dark cure*) e a hidólise do polímero também exercem influência sobre o grau de conversão e eluição dos monômeros (Miletic et al.,⁶⁵ 2009).

A espectroscopia no Infravermelho (FTIR) tem sido a forma mais usada para se quantificar o grau de conversão da resina (Pianelli et al.,⁸¹ 1999, Faria-e-Silva et al.,²⁸ 2008). O espalhamento Raman é um método alternativo para o cálculo do grau de conversão e profundidade de polimerização de resinas compostas polimerizadas (Pianelli et al.,⁸¹ 1999). Para resinas odontológicas típicas, o grau de conversão é determinado medindo-se a diminuição da banda de estiramento do grupo vinil ($\sim 1635 \text{ cm}^{-1}$), antes e após a polimerização, em função de um padrão interno, que é a banda de vibração do quadrante do anel aromático ($\sim 1609 \text{ cm}^{-1}$). Mas para que este método seja viável, deve-se assumir a existência de uma proporção linear entre a razão das duas bandas e o número real de grupos vinil e aromático no material (Gauthier et al.,³⁹ 2005).

A polimerização insuficiente do cimento resinoso dentro do canal devido a ao aumento da distância da fonte de luz pode afetar sua resistência mecânica e, conseqüentemente, a resistência do conjunto (Youldas et al.,¹¹⁰ 2004; Galhano et al.,³⁷ 2008). Quase sempre, o grau de conversão de resinas dentro de canais radiculares tem sido medido indiretamente com testes de dureza (Aksornmuang et al.,⁴ 2006a; Youldas et al.,¹¹⁰ 2004; Sigemori et al.,⁹¹ 2005; Galhano et al.,³⁷ 2008). Embora a

profundidade de polimerização entre estudos possa variar, no terço apical a dureza do cimento resinoso costuma diminuir significativamente. Porém, Foxton et al.³³ (2005) mediram a dureza Knoop na camada de cimento resinoso dual de leito para pinos e não encontrou diferenças entre o que ele denominou regiões cervical e apical do preparo. De qualquer forma, a microdureza parece passível de avaliação apenas em profundidades inferiores a 10 mm (Youldas et al.,¹¹⁰ 2004; Morgan et al.,⁶⁸ 2008).

Alguns estudos obtiveram maior resistência de união no terço apical, e a explicação para isso foi o fato de que nesta região a polimerização é menor e o estresse de contração também é menor. (Gaston et al.,³⁸ 2001; Bitter et al., 2006). Contudo, sabe-se que no terço apical há pouco espaço para o relaxamento de estresses e, com isso, há grande possibilidade de descolamento da interface (Tay et al.,¹⁰² 2005).

Para a cimentação de pinos de fibra dentro do canal radicular é comum a utilização de cimentos resinosos de polimerização dual devido ao maior tempo de trabalho e capacidade de polimerização em regiões distantes da fonte de luz. (Foxton et al.,³³ 2005; Gauthier et al.,³⁹ 2004). Entretanto, foi constatado através de resultados de testes adesivos e de observações ultraestruturais a existência de uma interação superficial entre monômeros resinosos acídicos da camada de inibição de oxigênio do adesivo com os componentes iniciadores de uma resina composta química (Sanares et al.,⁸⁵ 2001). Esta “incompatibilidade” foi relatada em outros estudos, quando da utilização de sistemas de condicionamento ácido prévio com dois passos e sistemas autocondicionantes de passo único associados a resinas de polimerização química ou dual. (Breschi et al.,¹⁶ 2008; Carvalho et al.,²² 2004; Tay et al.,⁹⁹ 2003). Nestes adesivos, a camada de oxigênio possui monômeros acídicos residuais que ficam em contato direto com a resina composta e que reagem com o catalisador básico (aminas aromáticas terciárias) dessa resina. A adição de um co-iniciador químico como o sulfonato benzeno de sódio ao adesivo aumentou a resistência de união entre resinas química e dualmente polimerizadas (Carvalho et al.,²² 2004;

Suh et al.,⁹⁹ et al., 2003). Mesmo assim, o efeito negativo da atenuação da luz sobre o grau de conversão de resinas, que ocorre por exemplo quando da cimentação de uma restauração indireta, não pode ser compensado pelo acréscimo de um sal sulfinato de sódio (Arrais et al.,⁷ 2009).

Assim, de forma indireta, a polimerização insuficiente do cimento pode afetar a resistência de união de restaurações intrarradiculares (Akungor; Akkayan,³ 2006; Aksornmuang et al.,⁴ 2006^a). Aksornmuang et al.,⁵ (2006b) observaram que, dependendo do sistema adesivo-cimentante, há uma diminuição da união em regiões apicais do leito do pino. Esta diminuição foi observada quando se utilizou um sistema autocondicionante de passo único, em contraste com o sistema de dois passos que não apresentou diferenças regionais na adesão. Contudo, neste estudo não se diferenciou a influência do sistema adesivo de passo único sobre o grau de conversão do cimento da influência da sua união com a dentina como responsáveis pelo decréscimo na resistência de união.

3 PROPOSIÇÃO

Três objetivos principais foram considerados no presente estudo:

- a) verificar a influência, em diferentes períodos (7 dias e 4 meses), do efeito de quatro sistemas adesivos (All-Bond 2, One-step Plus, Clearfil SE Bond e Xeno III) e da região do dente (coronal, cervical e média da raiz) na resistência de união entre dentina e pino de fibra, e no grau de conversão do cimento resinoso dual. Neste caso, tanto para análise da resistência de união como para o grau de conversão, assumiu-se que as médias dos adesivos com condicionamento ácido (All-Bond 2 e Ones-step Plus) seriam diferentes daquelas dos autocondicionantes (Clearfil SE Bond e Xeno III), bem como seriam diferentes as médias nas regiões e nos dois períodos de tempo analisados. Também procurou-se estabelecer as correlação entre as variáveis resistência de união (MPa) e grau de conversão (%);
- b) analisar qualitativamente com MEV as interfaces de espécimes íntegros e fraturados e quantitativamente, com Espectroscopia Raman, a quantidade de impregnação do sistema adesivo na dentina;

- c) verificar a influência do ângulo de fratura sobre a tenacidade de interfaces aderidas com o sistema All-Bond 2, através do espécime *Brazil nut* e de análises com MEV e EDS.

4 MATERIAL E MÉTODO

A aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia da UNESP – São José dos Campos (039/2006-PH/CEP) para o presente trabalho encontra-se no ANEXO A. Neste estudo foram utilizados incisivos e caninos humanos, num total de 80 dentes. Os dentes extraídos, limpos e refrigerados em água destilada foram doados, em sua maioria, pelo Banco de dentes do Departamento de Odontologia da Universidade de Taubaté (UNITAU) (ANEXO B). Alguns dentes foram obtidos ainda no ambulatório de cirurgia da Faculdade de Odontologia da UNESP – São José dos Campos. Como critério de seleção dos espécimes foram usados apenas dentes com canais retos, sem cáries e/ou reabsorções radiculares.

Os 80 dentes foram aleatoriamente divididos em 8 grupos (n = 10), de acordo com o sistema adesivo e o tempo para análise:

- a) Grupo 1: tratados com o sistema adesivo de condicionamento ácido prévio da dentina com três passos, All-Bond 2 (Bisco Inc., Schaumburg, IL, EUA), analisados após 7 dias;
- b) Grupo 2: tratados com o sistema adesivo de condicionamento ácido prévio da dentina com dois passos, One-step Plus (Bisco Co., Schaumburg, IL, EUA), analisados após 7 dias;
- c) Grupo 3: tratados com o sistema adesivo autocondicionante de dois passos Clearfil SE Bond (Kuraray, Kurashika, Japão) analisados após 7 dias;

- d) Grupo 4: tratados com o sistema adesivo autocondicionante de passo único Xeno III (Dentsply Dtrex, Konstanz, Alemanha) analisados após 7 dias;
- e) Grupo 5: tratados com o sistema adesivo de condicionamento ácido prévio da dentina com três passos, All-Bond 2 (Bisco Co., Schaumburg, IL, EUA), analisados após 4 meses;
- f) Grupo 6: tratados com o sistema adesivo de condicionamento ácido prévio da dentina com dois passos, One-step Plus (Bisco Co., Schaumburg, IL, EUA), analisados após 4 meses;
- g) Grupo 7: tratados com o sistema adesivo autocondicionante de dois passos Clearfil SE Bond (Kuraray, Kurashika, Japão), analisados após 4 meses.
- h) Grupo 8: tratados com o sistema adesivo autocondicionante de passo único Xeno III (Dentsply Dtrex, Konstanz, Alemanha) analisados após 4 meses.

A composição e o modo de utilização dos adesivos encontram-se no Quadro 1.

Quadro 1 - Adesivos usados no estudo, composição e procedimentos de uso.

Adesivos	Composição	Procedimentos
<p>All-Bond 2 (Bisco)</p> 	<p>UNI-ETCH : ácido fosfórico 32% Primer A (0600004826): Acetona, Etanol, Na-N-Tolilglicina Glicidilmetacrilato; Primer B (0600003705): Acetona, Etanol, Bisfenil Dimetacrilato; Pre-Bond (0600004127): Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato, Trietilenoglicol Dimetacrilato, Peróxido de Benzoíla; Resina Dentin/Enamel (0600004127): Bisfenol A Diglicidilmetacrilato, Uretano Dimetacrilato, Hidroxietil Metacrilato.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Condicionamento com ácido fosfórico 32% (UNI-ETCH, Bisco Co. Schaumburg, IL, EUA) por 15 s do canal radicular. 2. Lavagem com água em seringa descartável. 3. Remoção do excesso de água com cones de papel absorvente # 60 (2 cones). 4. Aplicação do <i>Primer A + B</i> do Kit All-Bond 2 com um <i>microbrush</i> (SDI) e remoção dos excessos com outro <i>microbrush</i>. 5. Aplicação de duas camadas de <i>Pre-Bond resin</i> e <i>DENTIN/ENAMEL BONDING RESIN</i> do Kit All-Bond 2, misturados em quantidades iguais e remoção dos excessos com <i>microbrush</i>; 6. Fotopolimerização por 10 s na entrada do canal e paralela ao longo eixo da raiz.
<p>One Step Plus (Bisco)</p> 	<p>UNI-ETCH: ácido fosfórico 32% One-step Plus: Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato, Hidroxietil Metacrilato, Acetona, Vidro (0500005247)</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Condicionamento com ácido fosfórico 32% (UNI-ETCH) por 15 s do canal radicular. 2. Lavagem com água em seringa descartável. 3. Remoção do excesso de água com cones de papel absorvente # 60 (2 cones). 4. Aplicação de duas camadas de One - step Plus sobre a dentina com um <i>microbrush</i> e remoção do excesso também com <i>microbrush</i>; 5. Fotopolimerização por 10 s com a ponta do aparelho na entrada do canal e paralela ao longo eixo da raiz.
<p>Clearfil SE (Kuraray)</p> 	<p>Primer (00727A): 10-Metacriloloxidecil Diidrogeno fosfato, 2-Hidroxietil Metacrilato, Dimetacrilato hidrofílico, Canforoquinona, N,N-Dietanol-p-toluidino, Água Bond (01044A): 10-Metacriloloxidecil Diidrogeno fosfato, Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato, 2-Hidroxietil Metacrilato, Dimetacrilato hidrofóbico, Canforoquinona, N,N-Dietanol-p-toluidino, Silica coloidal silanizada</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Aplicação do <i>Primer</i> no canal com auxílio de <i>microbrush</i>, remoção do excesso também com <i>microbrush</i> e espera de 20s até o próximo passo; 2. Aplicação de duas camadas do adesivo (<i>Bond</i>) sobre a dentina com um <i>microbrush</i> e remoção do excesso também com <i>microbrush</i> ; 3. Fotopolimerização por 10 s com a ponta do aparelho na entrada do canal e paralela ao longo eixo da raiz .
<p>Xeno III (Dentsply)</p> 	<p>Universal (0605000261): Hidroxietil Metacrilato, Aerosil r-947, Tolueno Hidroxi-Butilado (estabilizante), Etanol e Água. Catalisador (0605000261): Ácido Fosfórico modificado por resina de Polimetacrilato, Metacrilato Monoflúor Fosfazeno modificado, Uretano Dimetacrilato, Tolueno Hidroxi-Butilado, Canforoquinona, p-Dimetilamino Etil-Benzoato.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Mistura dos líquidos Universal e Catalisador; 2. Aplicação de duas camadas e remoção do excesso com <i>microbrush</i> (espera de 20s entre a aplicação das camadas); 3. Fotopolimerização por 10 s com a ponta do aparelho na entrada do canal e paralela ao longo eixo da raiz .

Para cimentação foi utilizado o cimento resinoso dual Duo-link (Bisco Co, Schaumburg, IL, EUA. Lote: 0600009116). A base desse cimento é composta de Bis-GMA, TEGDMA, UDMA e partículas de vidro e o catalisador contém Bis-GMA, TEGDMA e partículas de vidro, segundo informações do fabricante.

Os dentes a serem testados 4 meses depois da cimentação do pino foram mantidos em saliva artificial (Tabela 1) (Pashley et al., ⁷⁹ 2004).

Tabela 1 - Fórmula de saliva artificial.

Composição	Concentração (mM/L)
CaCl ₂	0,7
MgCl ₂ . 6H ₂ O	0,2
KH ₂ PO ₄	4
KCl	30
NaN ₃	0,3
Hepes <i>buffer</i>	20

4.1 Preparo dos espécimes

Parte da coroa de cada dente foi removida, de forma que o remanescente coronário fosse aproximadamente de 2 mm, em relação a JEC nas faces proximais. A remoção foi feita com disco diamantado de 90 µm (Diamond Saw, South bay Technology, San Clement, CA, EUA) sob baixa rotação e *spray* de água, em um plano perpendicular ao longo eixo do dente. Os dentes (remanescente coronário e raiz) apresentavam diferentes comprimentos e por isso foram separados de acordo com o tamanho. A partir destes “grupos de comprimento”, foram então divididos nos oito grupos de

estudo, de forma que todos os grupos pudessem ser constituídos por uma amostragem o mais semelhante possível.

Com uma lima K (Dentsply) #15 foi removida a polpa. O alargamento do canal foi realizado até 2mm aquém do ápice com limas K #15, 20, 25, 30 (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) e completado com uma broca Largo # 2 (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça). A cada troca de instrumento, o canal foi abundantemente irrigado com NaOCl 0,5% e aspirado em seguida. Para receber os pinos, os canais foram preparados com uma fresa de calibragem #3 do sistema de pinos FRC Postec Plus (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Em um molde de silicone vazado (3 mm de altura), cada raiz foi centralizada e o espaço ao redor foi preenchido com resina acrílica incolor de ativação química (Jet, Artigos Odontológicos Clássico, São Paulo, SP, Brasil). Para permitir que o longo eixo do dente ficasse o mais perpendicular possível ao plano do solo, o embutimento foi feito com a fresa de calibragem #3 do sistema de pinos FRC Postec Plus (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) dentro do canal, com sua parte superior presa ao mandril de um delineador (Bio Art Equipamentos Odontológicos, São Carlos, SP, Brasil) (Figura 1). O motivo da utilização do delineador foi a obtenção de segmentos transversais cujo formato deveria ser o de um tronco de cone reto de bases paralelas. Pinos de fibra de vidro FRC Postec Plus #3 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram utilizados para a cimentação no canal.

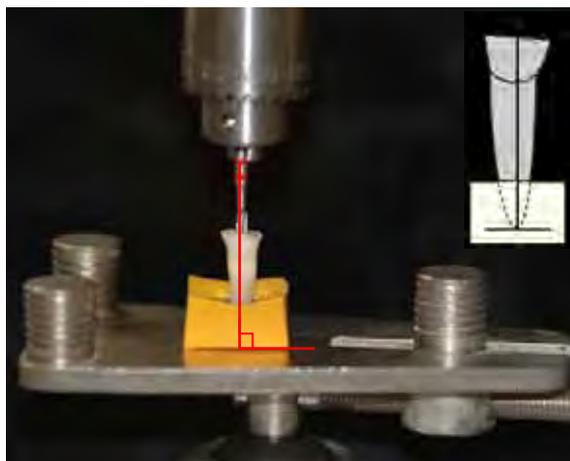


Figura 1 - Embutimento do dente em resina acrílica, vertida em um molde de silicone, com o longo eixo do preparo intra-radicular perpendicular ao solo.

As paredes laterais externas dos dentes foram pintadas com esmalte de unha preto para permitir a passagem de luz somente na porção mais coronária já que, clinicamente, a raiz também é recoberta pelos tecidos periodontais.

No procedimento de cimentação, primeiramente a base e o catalisador foram proporcionados em partes iguais e misturados por 10 s até adquirir uma coloração homogênea. Depois, o cimento foi inserido no canal com uma broca Lentulo # 40 (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) e o pino foi levado em posição. Cada conjunto foi fotopolimerizado por 40 s (Optilux 501 – SDS Kerr, Danbury, CT, EUA) com uma intensidade de luz de $650\text{mW}/\text{cm}^2$.)

Os dentes embutidos foram posicionados em uma garra metálica fixada a uma máquina de corte (650 Diamond Saw, South bay Technology, San Clement, CA, EUA) e os dentes foram seccionados perpendicularmente ao seu longo eixo com disco diamantado de $90\ \mu\text{m}$ (DWH 3060, South Bay Technology, San Clement, CA, EUA), sob abundante refrigeração. O primeiro corte de $0,5\ \text{mm}$ foi descartado, pois um excesso do

cimento poderia superestimar o valor da resistência de união neste segmento. No total, foram obtidos 6 segmentos de aproximadamente $1,0 \pm 0,2$ mm, dois para cada região estudada (câmara pulpar; cervical e média do preparo intra-radicular) (Figura 2).

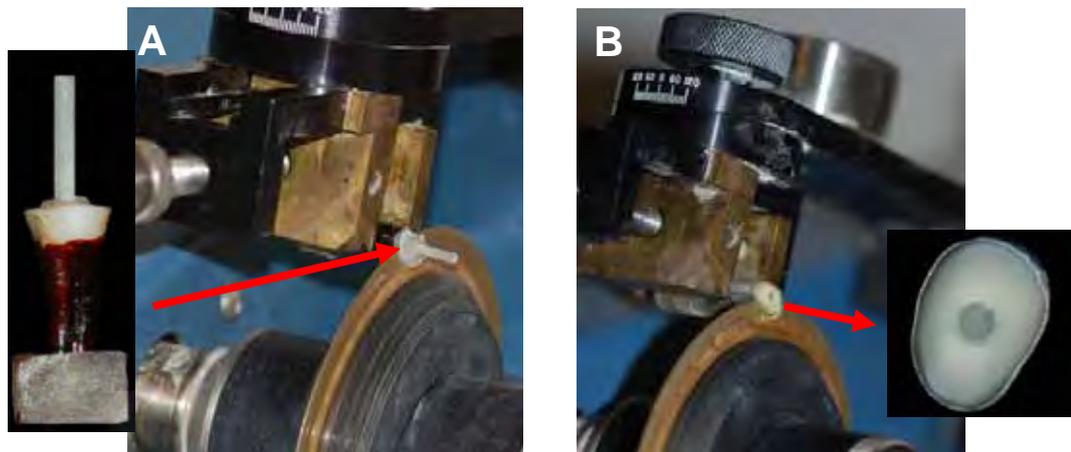


Figura 2 - Seccionamento do espécime: (A) remoção da primeira fatia, onde há excesso de cimento; (B) seccionamento dos segmentos transversais nas regiões do dente avaliadas no estudo.

4.2 Teste de *Push-out* (Resistência de união):

Três dos seis segmentos obtidos, correspondendo às três regiões em estudo, foram submetidos ao teste mecânico. Cada segmento foi posicionado sobre um dispositivo metálico com abertura central maior que o diâmetro do canal. A porção mais coronária foi sempre colocada para baixo em relação à ponta aplicadora da carga (carga ápico-coronária). Essa ponta, um cilindro metálico com 0,85 mm de diâmetro na extremidade, foi pressionada sobre o espaço correspondente ao pino, sem tocar cimento e/ou a dentina (Figura 3). O teste foi executado em máquina de ensaio servo-

hidráulica (Instron 8872, Instron, Canton, MA), a uma velocidade de 1 mm.min⁻¹ e célula de carga de 50 kgf.



Figura 3 - Dispositivo para ensaio de *push-out* e amostra.

Para o cálculo da resistência de união (RU), primeiro calculou-se a área da interface adesiva (A), cuja fórmula corresponde à área lateral de um tronco de cone circular reto de bases paralelas (Figura 4A). Para o cálculo da geratriz do tronco de cone g (Figura 4B) foi utilizado o Teorema de Pitágoras – “*quadrado da hipotenusa = a soma do quadrado dos catetos*” - ($g^2 = h^2 + [R_2 - R_1]^2$). Os valores de R_1 e R_2 foram obtidos a partir da medição dos diâmetros internos da base menor e maior, respectivamente, correspondente ao diâmetro interno entre paredes do canal do cp. Esses diâmetros e a altura h do cp foram medidos após o ensaio com paquímetro (Mitutoyo, Kanogawa, Japão).

“Brazil nut”. Trata-se de um experimento inicial, em que apenas o adesivo All-Bond 2 foi testado.

Hemi-discos de resina reforçada por fibra (RTD, St. Egreve, França), com 6mm de diâmetro e 4mm em espessura foram usinados a partir de bastões. Um entalhe elíptico foi feito alguns hemi-discos para servir como trinca inicial (Figura 5).



Figura 5 - Hemi-discos de resina reforçada por fibra com entalhe no hemi-disco inferior.

Foram obtidas secções de dentina, cortadas da região coronária de dentes anteriores (Figura 5).

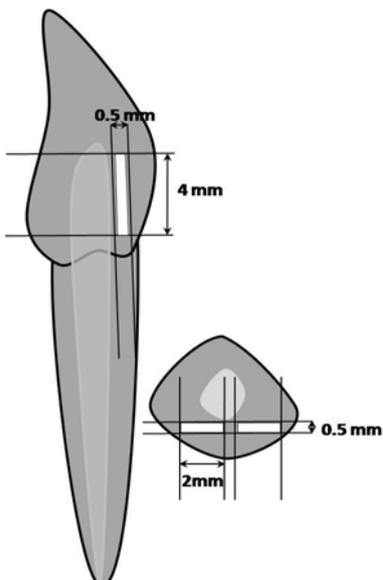


Figura 6 - Vista lateral e incisal dos dentes durante seccionamento para obtenção das secções de dentina, próximo a câmara pulpar.

As secções foram aplainadas com lixa d'água # 600 por 10 s antes dos procedimentos adesivos. Em seguida, tanto a superfície dentinária como a superfície da resina reforçada por fibra foram tratadas com ácido fosfórico por 15 s, lavados por 1 min e secados com bolinha de algodão. Utilizando-se um *microbrush*, recobriu-se a dentina (2 camadas) e o pino (1 camada) com o sistema adesivo e fotopolimerizou-se por 10 s (750 mW/cm^2 , Demetron Optilux 501, Kerr, Orange, CA). A base e o catalisador do cimento foram misturados e com uma fina camada ($\sim 100\mu\text{m}$) deste material as secções de dentina foram cimentados entre os hemi-discos e fotopolimerizados por 80 s (750 mW/cm^2 , Demetron Optilux 501, Kerr, Orange, CA), sob pressão constante (35 Psi). O aspecto final e as dimensões do espécime estão especificadas nas Figuras 7 e 8, respectivamente. Os espécimes foram armazenados por 7 d em água destilada contendo azida sódica.

Com um teste de compressão, a fratura interfacial foi conduzida em um máquina servo-hidráulica Instron 5848 (Microtester-Instron, Canton, MA, EUA), equipada com uma célula de carga de 5 kN (Figura 6). O teste foi feito a uma velocidade de deslocamento de 0,001 mm/s, usando-se ângulos (θ , inclinação da trinca em direção a aplicação da carga) de 1° , 5° , 10° e 15° . Três a quatro espécimes foram utilizados por ângulo. A carga crítica para fratura da interface foi usada para o cálculo da taxa de liberação de energia, G.

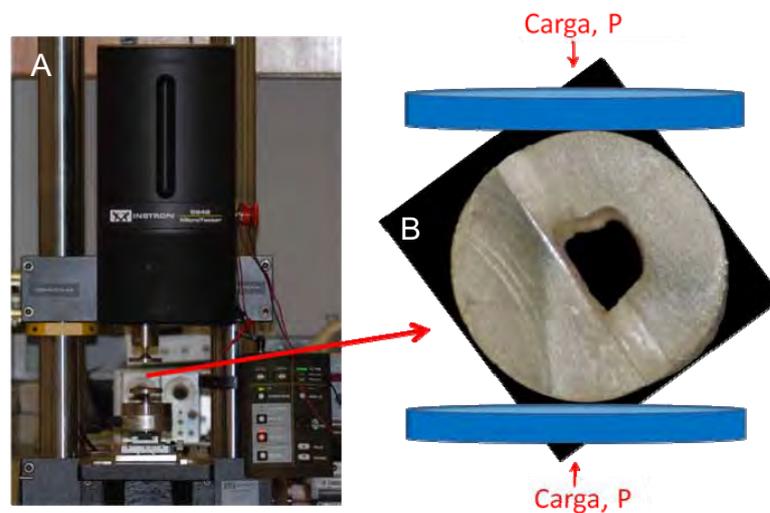


Figura 7 - Aparato de teste (A) e espécime *Brazil nut* (B).

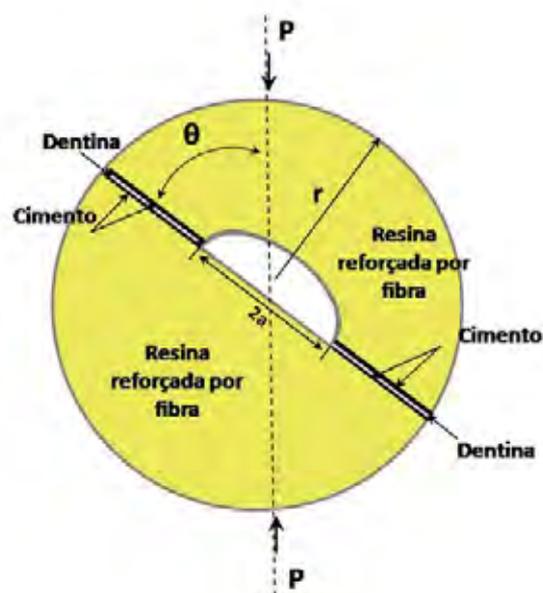


Figura 8 - Geometria do espécime *Brazil nut*, onde P : carga para fratura; R : raio do disco; a : metade do comprimento da trinca; θ : ângulo de inclinação da trinca em relação a direção de aplicação da carga.

Quando uma carga compressiva, P , é aplicada sobre o *Brazil nut*, a trinca é submetida a uma combinação de modo I de tração e

Modo II de cisalhamento. Os fatores de intensidade de stress correspondentes aos modos I e II são:

$$K_I = f_I P a^{-1/2}$$

e

$$K_{II} = \pm f_{II} P a^{-1/2}$$

onde os sinais positivo e negativo significam as duas pontas, respectivamente. Os fatores de calibração não-dimensionais, f_I e f_{II} , são funções do ângulo θ , e do comprimento relativo da trinca, ℓ/a .

A combinação dos modos I e II é caracterizada pela fase da carga, Ψ , que é controlada pelo ângulo de compressão, θ . O espécime está sob pura tração quando $\theta \approx 0^\circ$, e puro cisalhamento quando $\theta \approx 25^\circ$. A fase de carga é calculada da seguinte forma:

$$\Psi = \tan^{-1}(K_{II} / K_I) = \pm \tan^{-1}(f_{II} / f_I)$$

A condição crítica para o crescimento da trinca é dada pela taxa de liberação de energia, G , que é a energia liberada por unidade de área para que a interface se descole. Isso é dado por:

$$G = G_I + G_{II} = 1/\bar{E}_1 (K_I^2 + K_{II}^2) = (f_I^2 + f_{II}^2) P^2 / \bar{E}_1$$

onde G_I e G_{II} são as taxas de liberação de energia dos dos modos I e II, respectivamente, e \bar{E}_1 é o módulo de Young em estado de deformação plana.

Os modos de fratura e análise química em ambos os lados dos espécimes fraturados foram feitos com MEV e EDS. Cada espécime produziu quatro superfícies de fratura que foram colocadas em um *stub* de MEV, desidratadas e cobertas com ouro (VCR IBS/TM250 Ion Beam Sputterer) para exame dos mecanismos de fratura. A MEV revelou os contrastes topográficos e o EDS foi usado para caracterizar os elementos dos materiais que pudessem compor a superfície de fratura (Philips XL 30).

4.4 Microespectroscopia Raman

4.4.1 Quantidade de impregnação da resina

No intuito de compreender melhor a relação entre estrutura e função (propriedades mecânicas) a espectroscopia Raman da interface adesivo-dentina proveu dados qualitativos sobre os quatro sistemas adesivos, em três níveis da raiz (coronária, cervical e média) e nos dois tempos para análise dos resultados (7 d e 4 m).

Um laser de argônio com comprimento de onda de 514,5 nm foi usado para excitar a amostra. Para que se evitasse reações químicas ou desidratação da amostra durante os experimentos, a potência do laser ficou bem abaixo de 3 mW. O sistema micro-Raman (Figura 9) era confocal, constituído de uma óptica holográfica, uma grade de difração de 1800 linhas/mm, um espectrômetro de 0,5 m, um dispositivo de carga acoplado (DCA) resfriado por nitrogênio líquido (1100 x 330 pixels), e um microcomputador para aquisição dos dados. O espectrômetro também estava acoplado a um microscópio com uma mesa capaz de se mover nos eixos x, y e z (precisão de 1 μ m) e com uma lente objetiva de 100 X de aumento. O espectrômetro era sempre calibrado usando-se o espectro de

emissão do Neônio. A precisão da frequência medida foi de aproximadamente 2 cm^{-1} .

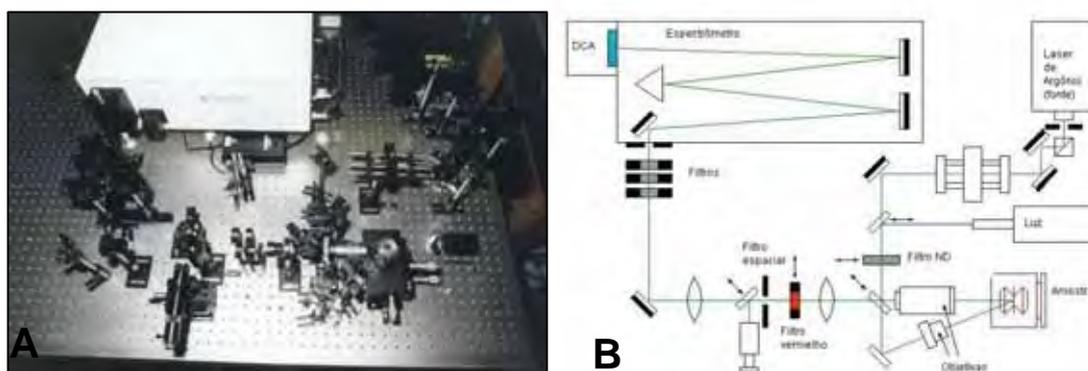


Figura 9 - Aparato experimental de espectroscopia Raman (A). Um laser de Ar passa por uma série de filtros até atingir a amostra e é coletado por uma objetiva, passando por um filtro espacial e filtros “notch” até entrar no espectômetro, equipado com um Dispositivo de Carga Acoplado (DCA) (B).

O equipamento descrito acima é um sistema de fabricação própria, com limitações quanto ao tipo de laser disponível, manuseio e rapidez de utilização. Assim, também foi utilizado o equipamento LabRam ARAMIS (Horiba Jobin Yvon), que é um instrumento de análise Raman de última geração. O sistema é automatizado e possui dois tipos de fontes de laser. Neste estudo foi usado o laser de diodo (785 nm). O sistema também possibilita a leitura da amostra dentro da água, o que foi feito através de uma lente de imersão com 100 X de aumento. A mesa do microscópio possuía um sistema de aquecimento/resfriamento controlado pelo computador.

Três segmentos obtidos nas diferentes regiões da amostra foram polidos com lixa SiC #4000. Posteriormente, as secções foram limpas com auxílio de um cotonete umedecido em NaOCl 5%, para remoção da proteína residual da superfície. Após a calibração do aparelho

(Neon, pico único e bem definido), a lente objetiva do microscópio foi focada sobre o espécime, posicionado em um porta-amostra sobre a mesa do microscópio, em um aumento de 100 X. Com a ponta do laser incidindo perpendicularmente sobre a amostra, realizou-se um escaneamento de forma linear com intervalos medidos em μm , ao longo da interface adesivo-dentina. Os espectros foram obtidos entre 600 e 1800 cm^{-1} (que abrange os espectros de identificação tanto do colágeno como do adesivo). Como não foi possível coletar os dados em uma única leitura, foi realizada uma primeira leitura na faixa 1200-1800 cm^{-1} com uma acumulação de 120 s de irradiação e outra compreendendo a faixa entre 600 e 1200 cm^{-1} , com o mesmo tempo de acumulação. Assim, cada ponto foi lido em 240 s e o total de pontos correspondeu ao mapeamento da fatia (Figura 10). Exceção foi feita às amostras lidas no sistema LabRam ARAMIS, onde foi possível fazer abranger a faixa de 600 a 1800 cm^{-1} em uma única leitura de 120 s. Três dentes foram analisados para cada grupo. Por exemplo, foram analisadas três secções coronárias, três cervicais e três médias para cada um dos grupos All Bond 2 (7 d e 4 m). Exceto em amostras onde foram percebidos aspectos diferentes ao longo da interface, foi realizado apenas um mapeamento por fatia, em local aleatório. O mapeamento foi realizado até o comprimento onde se percebesse o desaparecimento ou diminuição marcante das bandas referentes ao adesivo e aumento das bandas do mineral e colágeno.

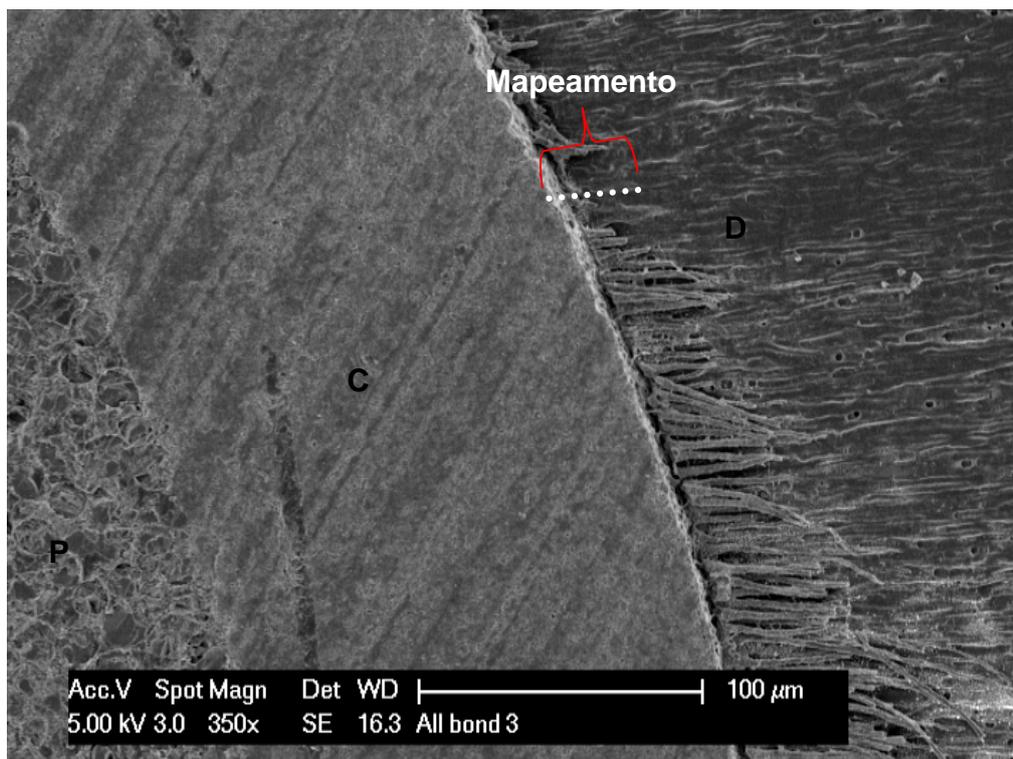


Figura 10 - Representação com MEV dos pontos de mapeamento para análise da interface adesivo-dentina intertubular em um segmento cervical (P-pino; C-cimento; D-dentina).

Os picos referenciais foram identificados previamente com a mensuração dos espectros puros dos adesivos e da dentina.

Para o sistema All-Bond 2 Bond, as bandas referenciais mais intensas ocorreram a 820 e 1113 cm^{-1} (C-O-C), 1185 cm^{-1} (Gem-dimetil $\text{CH}_3\text{-C-CH}_3$), 1450 cm^{-1} (CH_2, CH_3), 1608 cm^{-1} (Fenil C=C), e 1720 cm^{-1} (C=O).

Para o sistema Clearfil SE Bond, as bandas mais intensas ocorreram em 820 e 1113 cm^{-1} (C-O-C), 1187 cm^{-1} (dimetil-gem), 1453 cm^{-1} (CH_2CH_3), 1609 cm^{-1} (Fenil C=C) e 1720 cm^{-1} (carbonil).

Para o sistema Xeno III, as bandas mais intensas foram 832 e 1115 cm^{-1} (C-O-C), 1457 cm^{-1} (CH_2), 1609 cm^{-1} (Fenil C=C) e 1722 cm^{-1} (carbonil).

Para o sistema One-step Plus, os picos mais fortes ocorreram em 1111 cm^{-1} (C-O-C), 1183 cm^{-1} (dimetil-gem), 1607 cm^{-1} (Fenil C=C) e 1720 cm^{-1} (carbonil).

Para a dentina o pico de referência mais forte foi em 960 cm^{-1} , relacionado a hidroxiapatita (estiramento do PO_4^{-3}). Os picos relacionados ao colágeno ocorreram em $1660 - 1667\text{ cm}^{-1}$ (amido I), 1456 cm^{-1} (CH_2), 1280 cm^{-1} (amido III), 1245 cm^{-1} (deformação do NH_2).

Os espectros foram processados usando-se o software MATLAB (Mathworks Inc., Versão 7.40.287) com *Wavelet toolbox*. Foram utilizados filtros wavelet com função de base Daubechie 4, com 8 níveis de decomposição. O processamento dos sinais incluiu a remoção do “background” com correção da linha de base e remoção das interferências originadas por raios cósmicos (Figura 11).

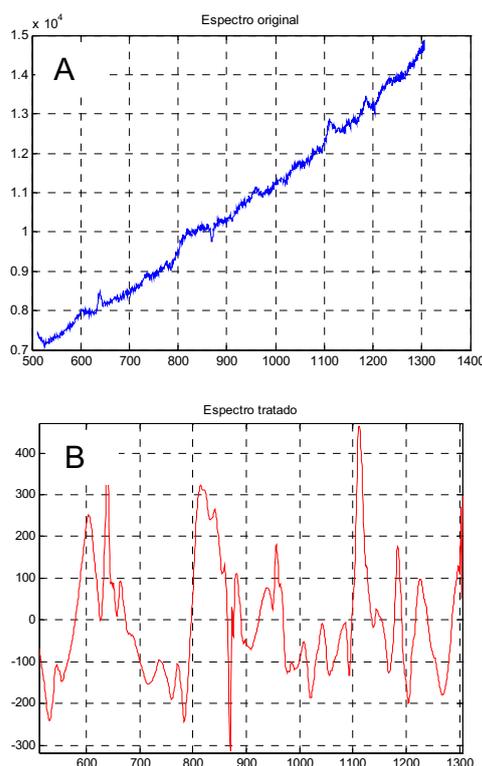


Figura 11 - Espectros original (A) e tratado (B) após a utilização da transformada *wavelet*.

4.4.2 Duplas ligações residuais C=C (Grau de conversão)

Cinco amostras (cinco dentes com três repetições: coronal, cervical e média) foram utilizados para esta análise. Os espectros da base do cimento Duo-link ($R_{\text{não-polimerizada}}$) e do cimento ao redor do pino ($R_{\text{polimerizada}}$) foram obtidos com uma leitura de 120 s, em uma faixa da 1200-1800 cm^{-1} . Para as resinas do tipo metacrilato, a avaliação do grau de conversão (porcentagem de grupos vinil convertidos em grupo alifáticos) geralmente se inicia comparando-se as bandas de vibração do metacrilato residual não-polimerizado (1640 cm^{-1}) com as do aromático (1610 cm^{-1}), sendo esta última uma banda de referência que praticamente não muda durante a polimerização. Por isso, foi utilizada a seguinte equação para o cálculo das duplas ligações dos metacrilatos não-polimerizados da camada híbrida:

Duplas ligações residuais (%) = $R_{\text{polimerizada}} / R_{\text{não-polimerizada}}$, onde

$$R_{\text{não-polimerizada}} = \frac{\text{Alturada bandada resina não-polimerizada em } 1640\text{cm}^{-1}}{\text{Alturada bandada resina não-polimerizada em } 1610\text{cm}^{-1}}$$

$$R_{\text{polimerizada}} = \frac{\text{Alturada bandada resina polimerizada em } 1640\text{cm}^{-1}}{\text{Alturada bandada resina polimerizada em } 1610\text{cm}^{-1}}$$

Em seguida, o grau de conversão foi obtido com a fórmula: $\text{GC}(\%) = (1 - R_{\text{polimerizada}} / R_{\text{não-polimerizada}}) \times 100$.

Primeiramente, foi obtido o espectro do cimento resinoso Duo-link puro e não-polimerizado (base do cimento). Com isso, foi calculado o de valor “ $R_{\text{não-polimerizada}}$ ”. A “ $R_{\text{polimerizada}}$ ” foi calculada a partir do espectro obtido da camada de cimento em cada fatia.

Os dados foram tratados em um programa para análise de gráficos, *Origin 7.5* com módulo *Peak Fitting*, para onde os espectros foram importados, ajustados como uma função Gaussiana, plotados e analisados (Figura 12).

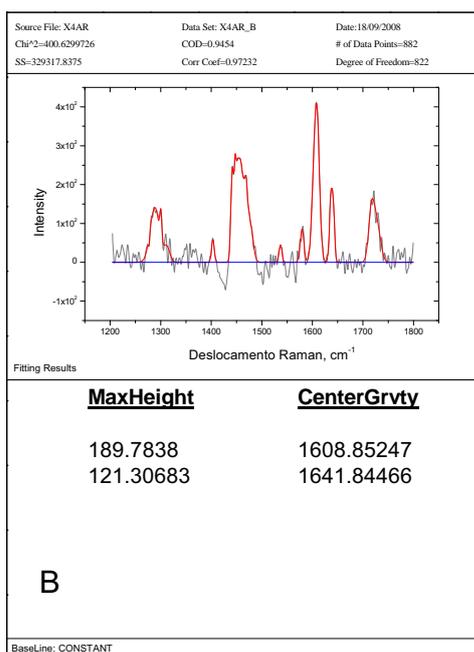
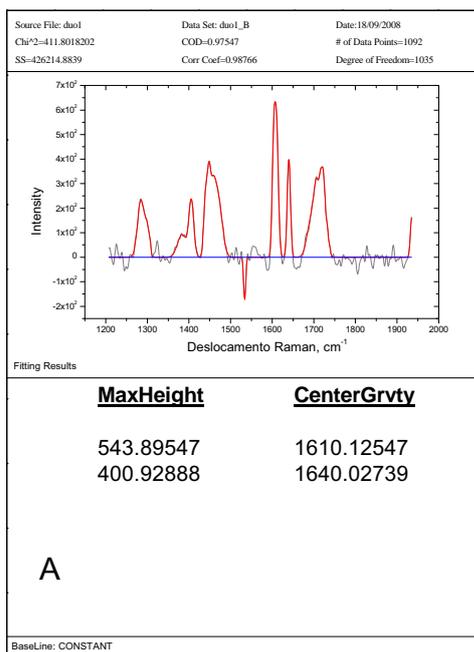


Figura 12 - Espectros do cimento não-polimerizado ($R_{\text{não-polimerizada}}$) (A) e polimerizado ($R_{\text{polimerizada}}$) (B) em um segmento coronário do adesivo Xenio III, com os parâmetros utilizados para determinação do grau de conversão.

Utilizando os valores das áreas das bandas próximas a 1610 cm^{-1} e 1640 cm^{-1} da Figura 11, podemos exemplificar o cálculo do grau de conversão:

$$R_{\text{não-polimerizada}} = 400/543 = 0,73;$$

$$R_{\text{polimerizada}} = 121,3/189,7 = 0,33;$$

$$R_{\text{polimerizada}} / \text{não-}R_{\text{polimerizada}} = 0,33/0,73 = 0,45;$$

$$GC = 1 - 0,45 = 0,55 = 55\%.$$

4.5 Análise com MEV e EDS

Foi realizada a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) de segmentos intactos e fraturados após o ensaio mecânico. As amostras intactas foram tratadas, na interface, com ácido fosfórico por cinco minutos e posterior imersão em NaOCl 5% para desmineralização e remoção da matéria orgânica, respectivamente. Em seguida, as amostras foram colocadas em um dissecador por 24 h e recobertas com ouro sob vácuo (10^{-6} torr), a fim de se criar uma superfície condutora (VCR IBS/TM250 Ion Beam Sputterer). Para as amostras de tenacidade de fratura, além da MEV, foi feito o EDS, que estava acoplado ao equipamento de microscopia. Essas duas análises foram feitas sob vácuo (2×10^{-5} mbar) em microscópio Philips XL 30.

4.6 Delineamento experimental e análise estatística

Tendo em vista o interesse em analisar o efeito do Adesivo sobre três regiões do dente e sob dois períodos de avaliação, efetuou-se o experimento fatorial do tipo 4 x 3 x 2. Ou seja, foram considerados três fatores: efeito do Adesivo, da Região do dente e do Período. O primeiro fator, relativo ao tipo de Adesivo, apresentou quatro níveis, a saber: All Bond 2, One-step Plus, Clearfil e Xeno III. O segundo fator, relativo ao tipo de Região, apresentou três níveis, a saber: coronal, cervical e média. O terceiro fator, relativo ao Período, apresentou dois níveis: 7 dias e 4 meses. As variáveis dependentes foram a resistência de união e o grau de conversão, medidos respectivamente pelos valores de tensão de ruptura (MPa) obtidos nos ensaios de “*push-out*” e de porcentagem de duplas ligações de carbono (%) obtidos com Espectroscopia Raman.

A unidade experimental foi o dente. O experimento fatorial 4 x 3 x 2 apresentou doze tratamentos, ou condições experimentais em comparação. Efetuaram-se 10 réplicas em cada condição experimental.

Em cada réplica, selecionou-se de forma aleatória uma condição experimental para cada unidade experimental, segundo o tipo de Adesivo e do Período de avaliação. Foram obtidos, portanto, duzentos e quarenta dados a serem analisados pelo modelo estatístico da análise de variância (Anova) de medidas repetidas onde a variável Região do dente foi o fator repetido.

A idéia na análise de variância é comparar a variação devida aos níveis dos fatores com a variação devida ao acaso ou ao resíduo. Os níveis dos fatores a serem comparados foram: (a) efeito do adesivo; (b) efeito da região; (c) efeito do período considerado; (d) interação entre o adesivo e o efeito da região; (e) interação entre adesivo e o período; (f) efeito interação da região e o período; (g) interação entre ao adesivo, a região e o período. O estudo do efeito interação foi visualizado por meio do gráfico de médias.

O objetivo, isto é, a hipótese em investigação, é identificar uma relação causal entre a variável independente e a variável

dependente. Pretendeu-se rejeitar a hipótese de igualdade a favor da hipótese em investigação já mencionada na proposição. Com esta finalidade aplicou-se o teste estatístico, para verificar se os dados ofereciam suficiente evidência amostral para rejeitarmos a hipótese de igualdade.

Assim, tanto para análise da resistência de união como para o grau de conversão, utilizou-se a Anova 3 fatores com medida repetida, levando-se em conta o tipo de sistema adesivo, o período para análise e a região do dente. O estudo das médias de resistência de união foi feito por meio do teste de Tukey. Para o estudo das médias de grau de conversão foram utilizados o teste de Tukey e o teste T de Student de amostras pareadas com correção de Bonferroni. O nível de significância adotado para diferenças estatisticamente significantes em todos os testes foi de 5%.

O nível de significância adotado para rejeitar-se a hipótese de igualdade entre os efeitos produzidos pelos fatores, bem como os da interação entre esses fatores, foi o valor convencional de 5%.

Os duzentos e quarenta dados (ou seja, vinte e quatro condições experimentais sob dez repetições) foram submetidos à análise estatística por meio do programas computacionais: MINITAB (Minitab, versão 15.1, 2007) e STATISTICA (StatSoft, versão 8.0, 2007), Statistix (versão 8.0, Analytical Software, 2003) e Prism (Graph Pad, versão 5.0, 2008).

A estatística descritiva dos dados referentes às variáveis em estudo consistiu no cálculo de média e desvio padrão e, ainda, na representação gráfica das mesmas, com o gráfico de colunas e, quando foi o caso, de dispersão.

5 RESULTADOS

5.1 Resistência de união

A resistência de união nas secções (média e desvio padrão), representativas das regiões coronária, cervical e média, são mostradas graficamente a seguir (Figuras 13 a 15).

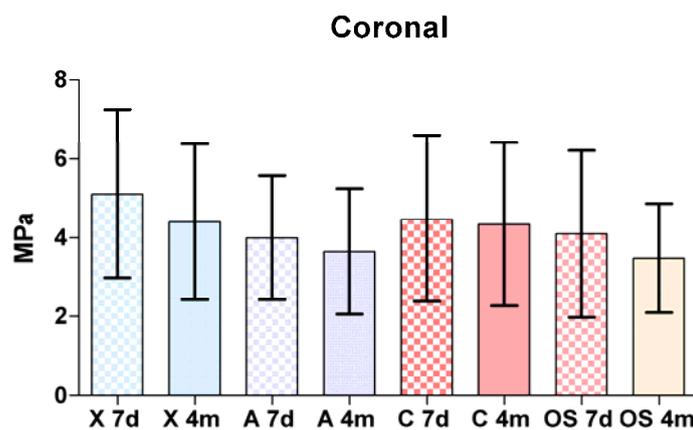


Figura 13 - Médias de resistência de união e desvio padrão (MPa) dos adesivos (X- Xeno III; A – All-Bond 2; C- Clearfil SE Bond; OS – One-step Plus) na região coronal em dois períodos (7d e 4m).

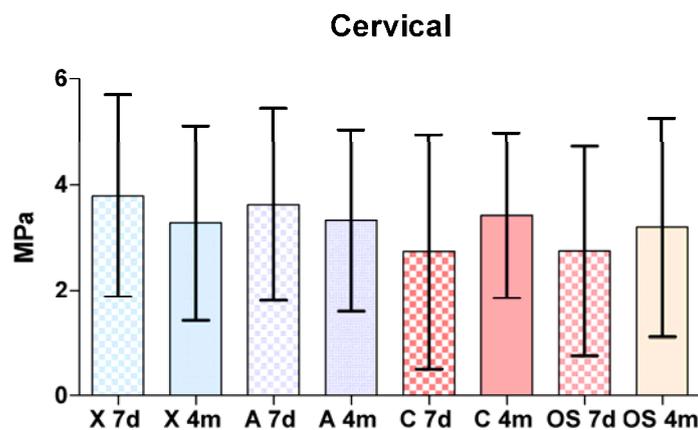


Figura 14 - Médias de resistência de união e desvio padrão (MPa) dos adesivos na região cervical em dois períodos.

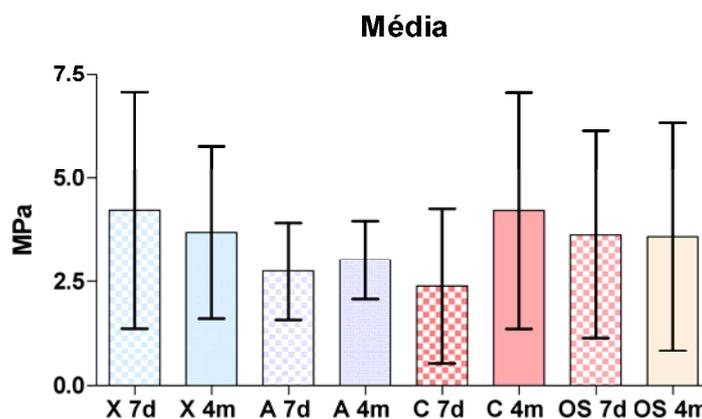


Figura 15 - Médias de resistência de união e desvio padrão (MPa) dos adesivos na região média em dois períodos.

Não houve uma diferença significativa para os efeitos principais “Adesivo” e “Período” ($p > 0,05$). Contudo, diferenças significativas foram observadas na resistência de união dependendo da “Região” considerada ($p < 0,05$). Nenhuma interação entre os efeitos principais se mostrou significativa ($p > 0,05$). Estes resultados estão descritos na Tabela Anova abaixo (Tabela 2):

Tabela 2 - Análise de variância (Anova) 3-fatores com medida repetida da resistência de união (MPa) de acordo com o sistema adesivo, período para análise e região.

Efeito	gL	SQ	QM	F	p
Adesivo	3	17.3890	5.79634	0.93	0.4285
Período	1	3.383E-07	3.383E-07	0.00	0.9998
Adesivo*Período	3	14.8393	4.94644	0.80	0.4992
Resíduo I	72	446.462	6.20086		
Região	2	39.5337	19.7669	6.59	0.0018
Adesivo*Região	6	13.0609	2.17681	0.73	0.6299
Período*Região	2	7.09415	3.54707	1.18	0.3097
Adesivo*Período*Região	6	6.71786	1.11964	0.37	0.8951
Resíduo II	144	432.170	3.00118		
Total	239	977.266			

Verifica-se que não foi possível rejeitar a hipótese de igualdade, ou seja, a hipótese da inexistência do efeito interação entre os três fatores e, ainda, não foi possível rejeitar a hipótese da inexistência do efeito interação para qualquer um dos casos entre dois fatores. O único efeito estatisticamente significativo foi o efeito Região.

Por meio do teste de Tukey foi possível determinar a presença de grupos homogêneos para as médias nas diferentes regiões. Assim, observou-se que a região coronal ($4,2 \pm 1,9$ MPa) foi estatisticamente superior às regiões cervical ($3,4 \pm 1,8$ MPa) e média ($3,3 \pm 2,2$ MPa), que não diferiram entre si (Figura 16).

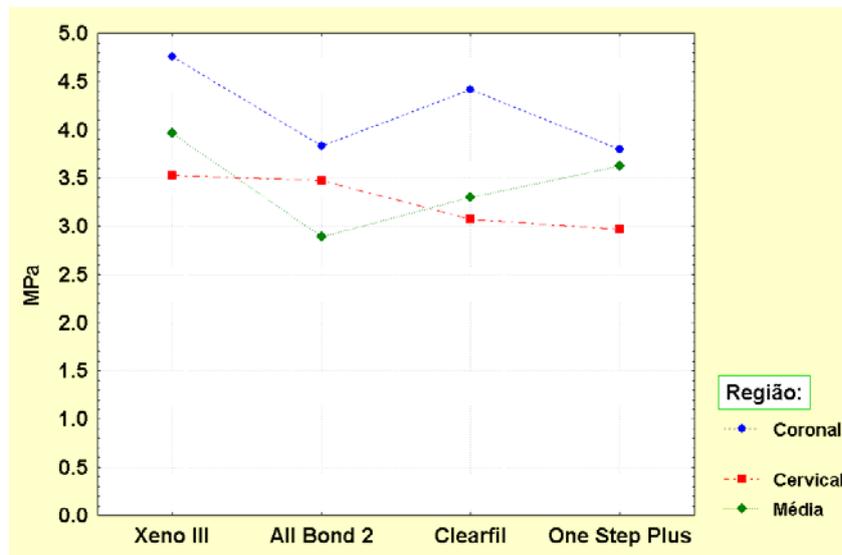


Figura 16 - Gráfico de médias (MPa) do efeito Adesivo em função do efeito Região.

A Figura 16 revela a superioridade da resistência de união (MPa) na região coronal em relação às regiões cervical e média da raiz.

A qualidade da interface adesivo-dentina pode ser observada com as micrografias a seguir. Nas regiões coronária e cervical dos adesivos de condicionamento ácido prévio, a presença de *tags* e a qualidade da camada híbrida parece ter sido superior; bem como essas estruturas foram superiores nos sistemas de condicionamento ácido prévio (Figura 17), em relação aos autocondicionantes (Figura 18).

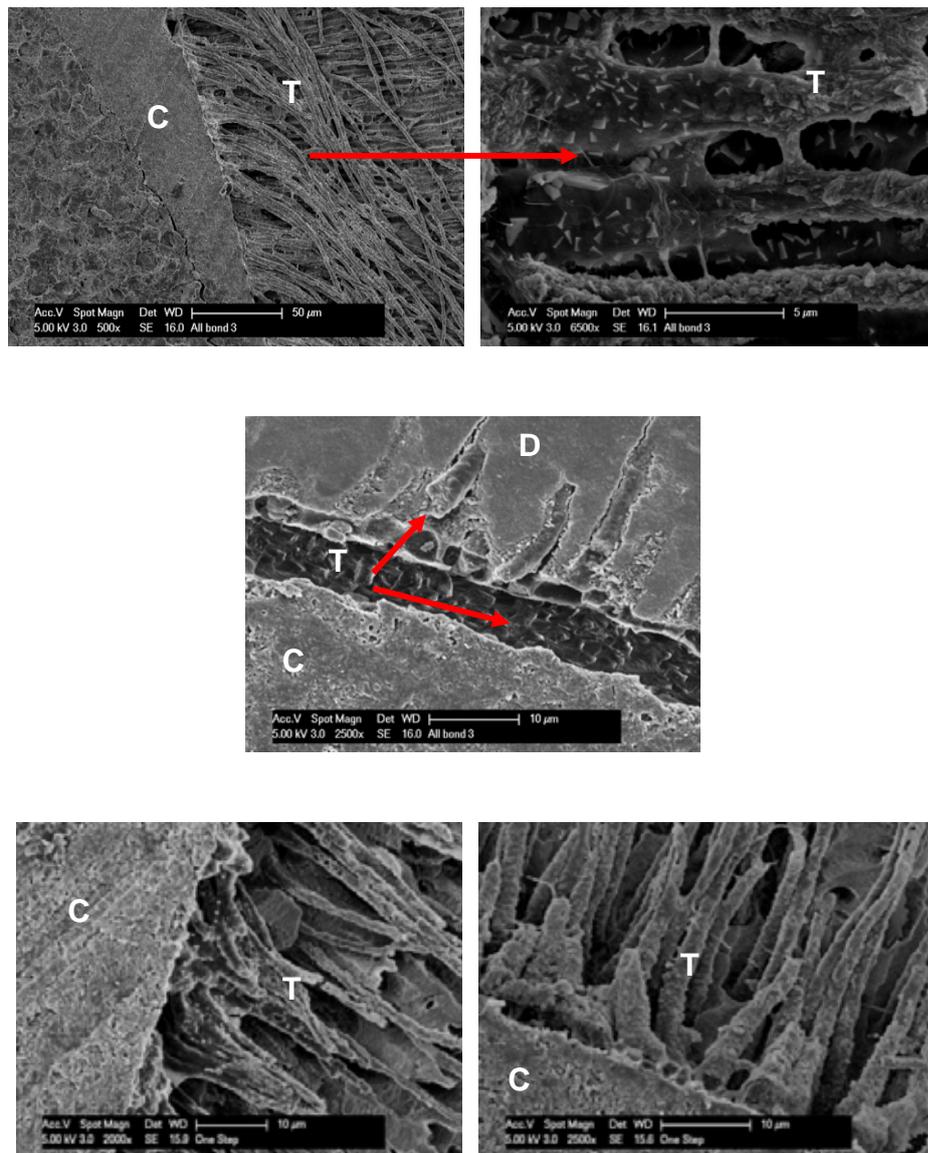


Figura 17 - Segmentos cervical com detalhe em aumento (acima) e médio do adesivo All-Bond 2 (meio) e dos segmentos coronal e cervical do adesivo One-step Plus (abaixo), após 7d (C=cimento; D= dentina; T=tags).

)

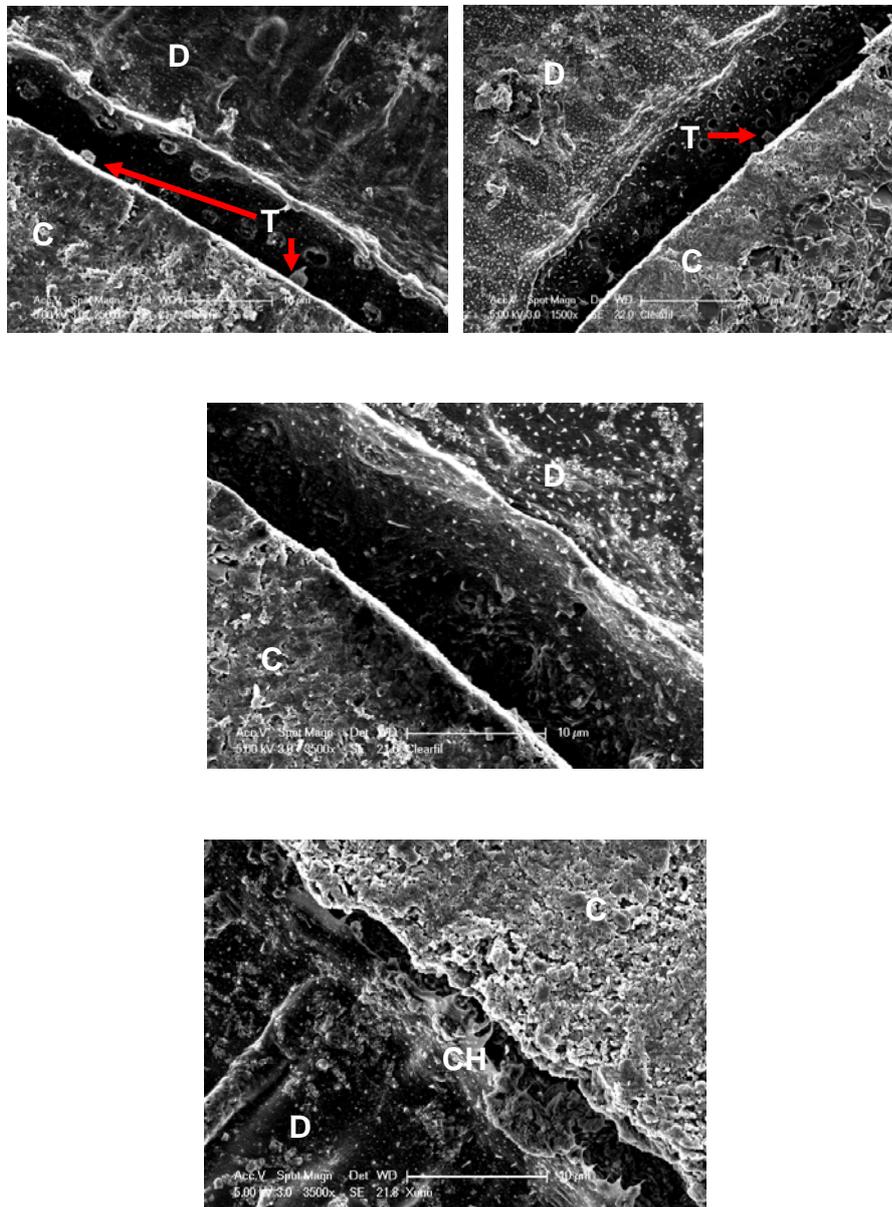


Figura 18 - Segmentos coronal, cervical (acima) e médio (meio) do adesivo Clearfil SE Bond e segmento coronal do adesivo Xenofil III (abaixo), após 7d (C=cimento; D= dentina; T=tags; CH= camada híbrida).

Após 4 meses em saliva artificial, segmentos dos adesivos One-step Plus e Xeno III apresentaram sinais sugestivos de degradação (Figura 19).

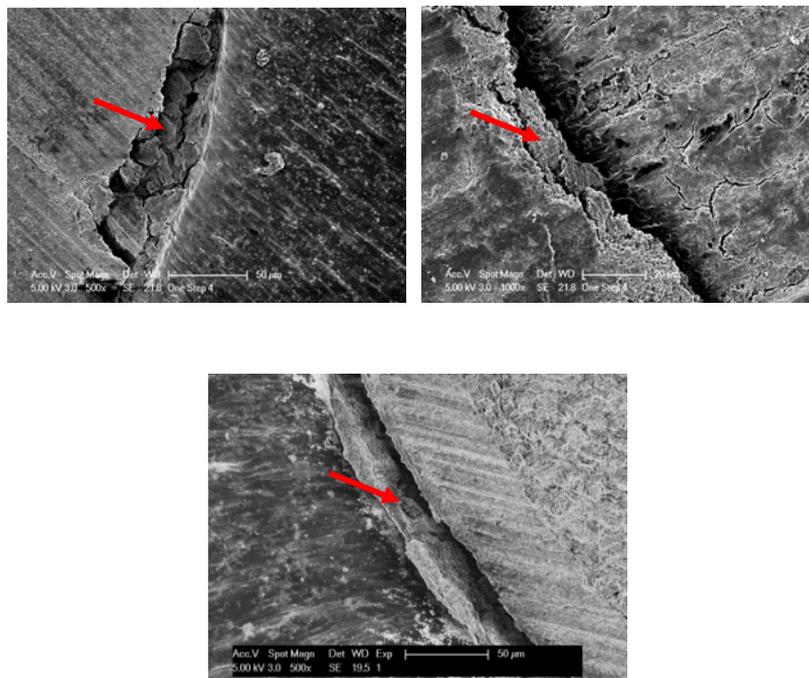


Figura 19 - Segmentos coronal e cervical dos adesivos One-step Plus (acima), e coronal do adesivo Xeno III (abaixo) mostrando sinais sugestivos de degradação (setas).

A análise dos segmentos fraturados revelou que, após 7 dias, foi comum uma pequena extrusão do cimento em relação a dentina (cimento e pino) do canal. Porém, a ocorrência de extrusão do pino, muitas vezes acompanhada de deslocamento das próprias fibras foi mais comum neste período (Figuras 20 e 21).

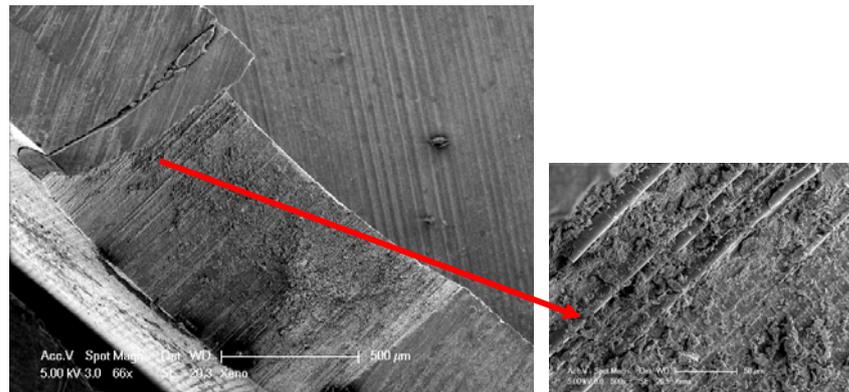


Figura 20 - Segmento cervical fraturado do adesivo Xeno III mostrando que, após 7 dias, as fibras do pino foram deslocadas, com algumas ainda permanecendo presas a fatia (detalhe em maior aumento).

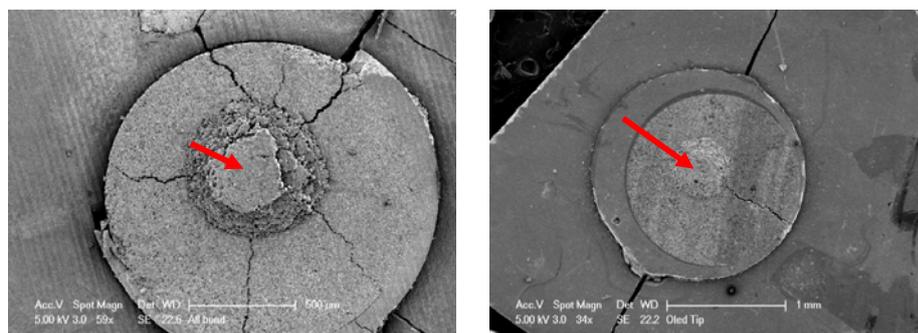


Figura 21 - Segmentos coronais dos adesivos All-Bond 2 e Clearfil SE Bond mostrando a extrusão dos pinos e das fibras (setas).

Após 4m, as fraturas ocorreram predominantemente na interface cimento-dentina, com a remoção de todo conjunto do interior do segmento (Figuras 22 a 24).

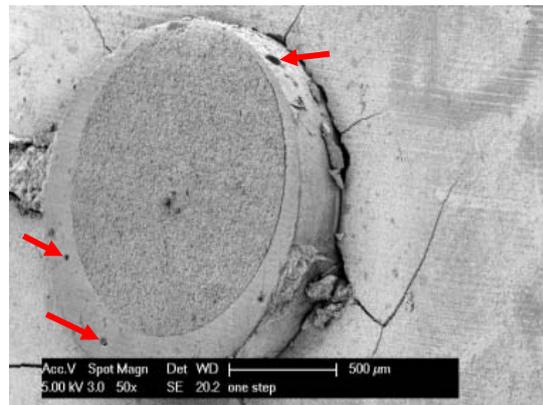


Figura 22 - Segmento coronal do adesivo One-step Plus (4 m), mostrando a extrusão do conjunto pino-cimento e presença de bolhas (setas).

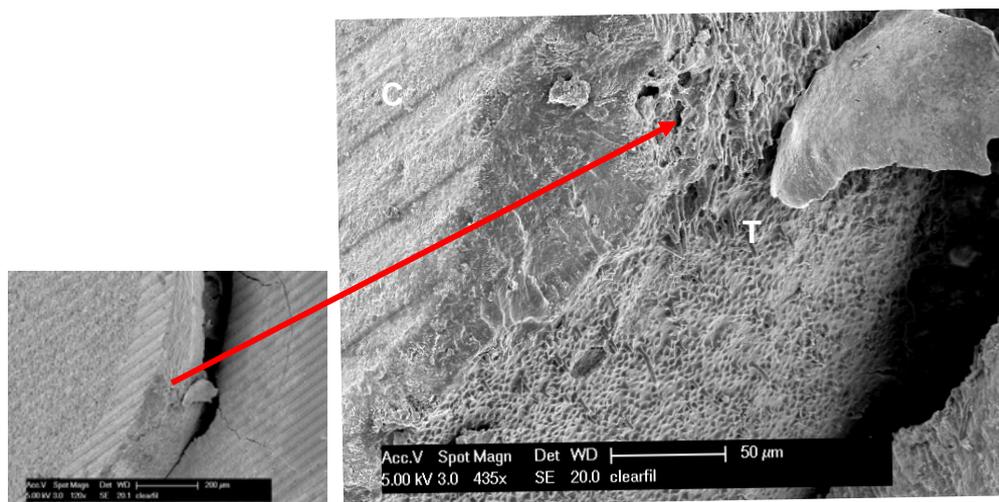


Figura 23 - Segmento coronal do adesivo Clearfil (4 m), mostrando a extrusão do conjunto pino-cimento, com tags (T) fraturados nas laterais (detalhe em maior aumento) (C=cimento).

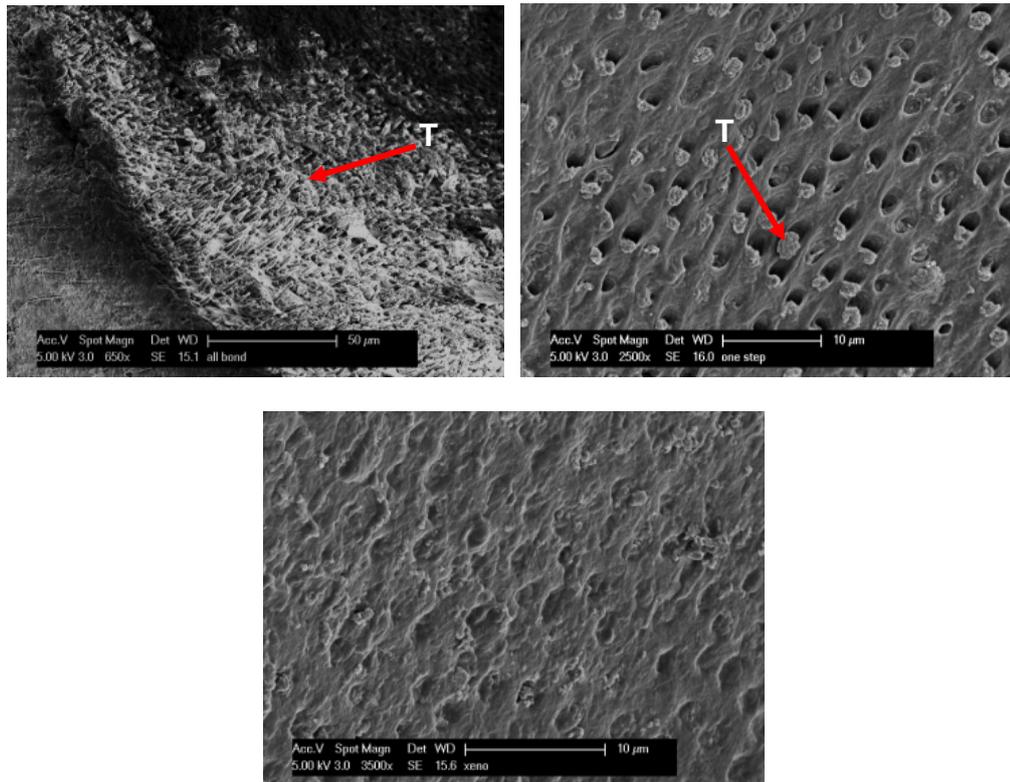


Figura 24 - Segmentos coronais fraturados dos adesivos All-Bond 2, One-step Plus e Xeno (4 m), mostrando o lado da dentina, onde as falhas ocorreram predominantemente dentro da camada híbrida (T= tags).

A determinação dos modos de falha com aumentos pequenos é limitada, podendo levar a equívocos. Seria necessária a realização das micrografias de todos os segmentos, tornando exaustiva e não-prática a análise. A Figura 20 é um exemplo de como pode ser equivocada esta análise sem aumentos significativos, pois aparentemente onde o conjunto foi totalmente extruído é possível perceber remanescentes de fibras coladas a porção interna do segmento, revelando fratura coesiva do pino. Apesar disso, a maior parte das falhas aparentemente ocorreu na zona adesiva entre dentina e cimento.

5.2 Mecânica da fratura da interface

O caminho da trinca em diferentes condições de angulação está ilustrado na Figura 25. Observa-se que a tenacidade de fratura na interface aumentou quando também aumentou a influência dos dois modos de fratura (tração e cisalhamento) agindo simultaneamente.

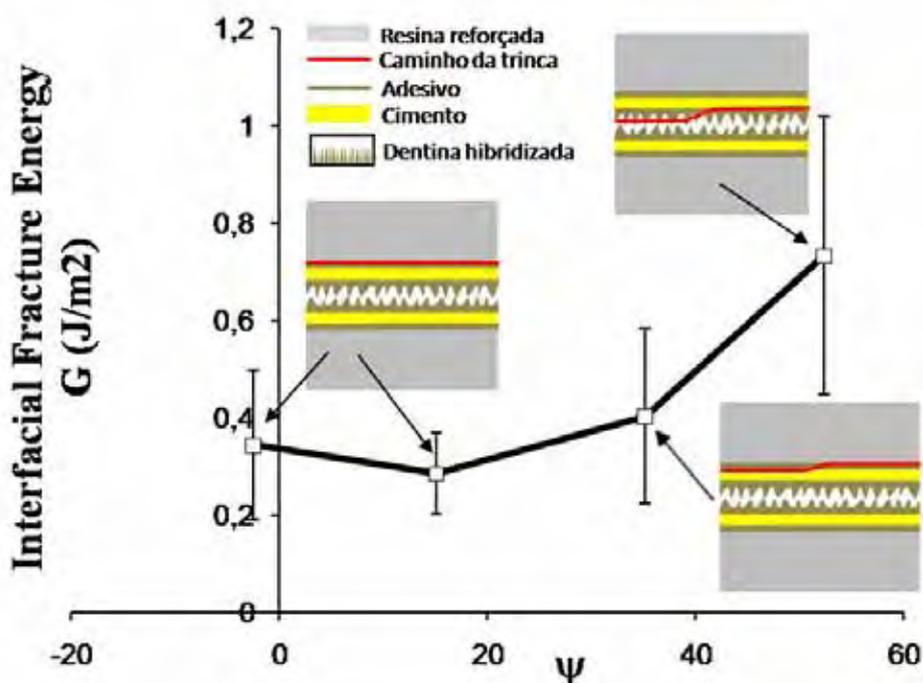


Figura 25 - Tenacidade de fratura da interface (*Interfacial fracture energy*) de acordo com o ângulo de fase, Ψ , utilizado, demonstrando os diferentes caminhos percorridos pela trinca (ângulos de fase -5° , 15° , 35° e 55° correspondem a θ de 1° , 5° , 10° e 15°).

As imagens obtidas com a MEV das superfícies fraturadas demonstraram diferenças topográficas (Figs. 4-6). O espectro do EDS dos materiais puros revelou que o cimento e a resina reforçada por fibra têm composições semelhantes (Si, O, Na, and Al). Porém, um pico de Zr foi identificado no espectro da resina, que não está presente naquele do cimento. Para o sistema adesivo, o C foi o elemento mais marcante. As superfícies de fratura obtidas com ângulos 1° e 5° se assemelham,

apresentando remanescentes de sistema adesivo sobre a resina reforçada por fibra (Figura 26), o que foi confirmado pelo mapeamento com EDS. No caso dos espécimes testados com uma inclinação de 10° (Figura 27), a trinca atravessou a interface entre resina e adesivo até chegar ao cimento. Já para os espécimes testados com ângulo de 15° , a trinca inicial parece ter começado da interface adesivo cimento e avançado até a dentina hibridizada, fraturando o topo da cama da híbrida, onde a maior parte da trinca permaneceu (Figura 28). Isso demonstra que a adesão entre dentina e outros materiais é mais vulnerável à condição de tração e cisalhamento juntos. O caminho da trinca para todas as fraturas oscilou entre um substrato e outro.

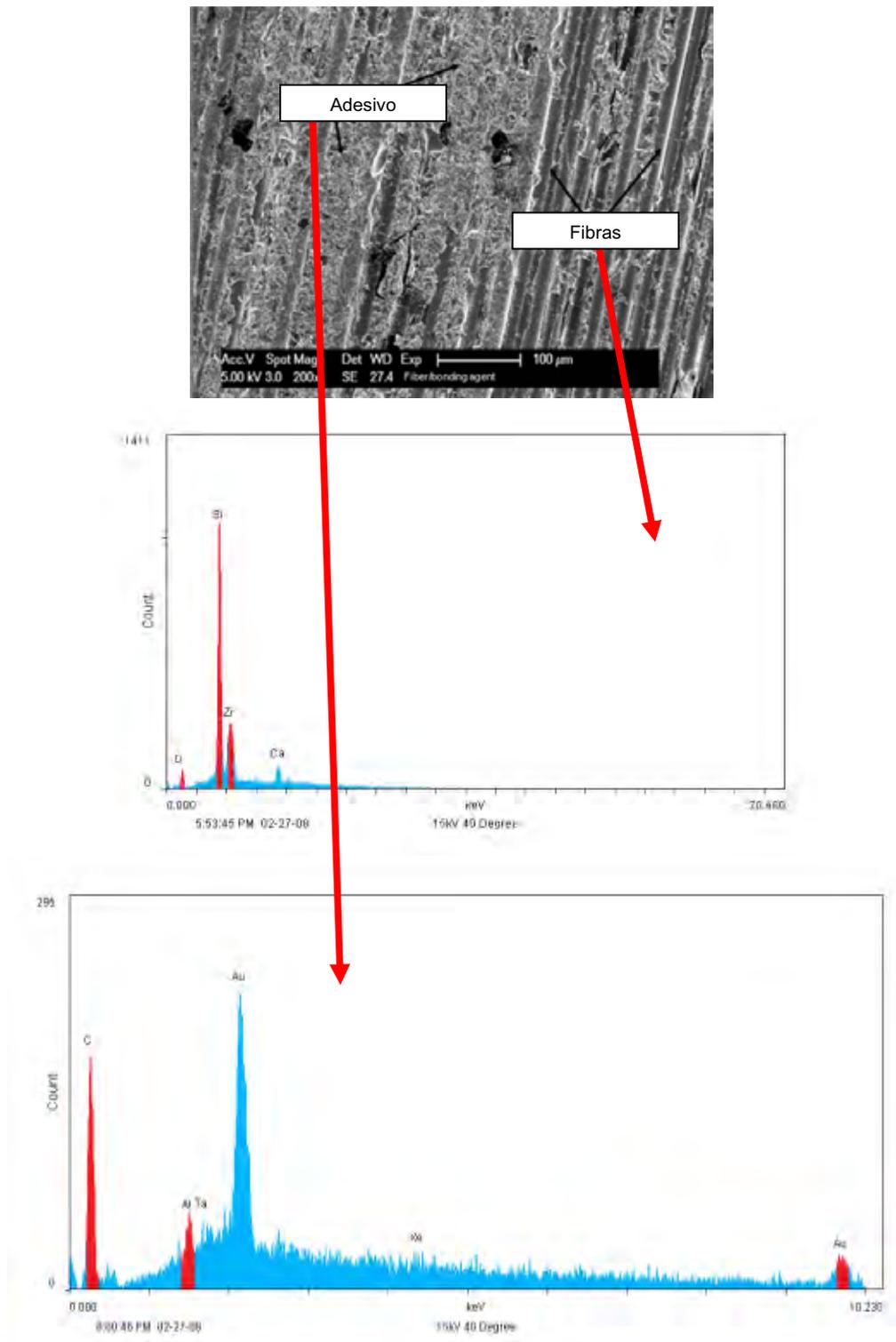


Figura 26 - Superfície de fratura produzida com 1° de angulação (modo I puro, tração) revela presença de adesivo sobre a resina reforçada por fibra.

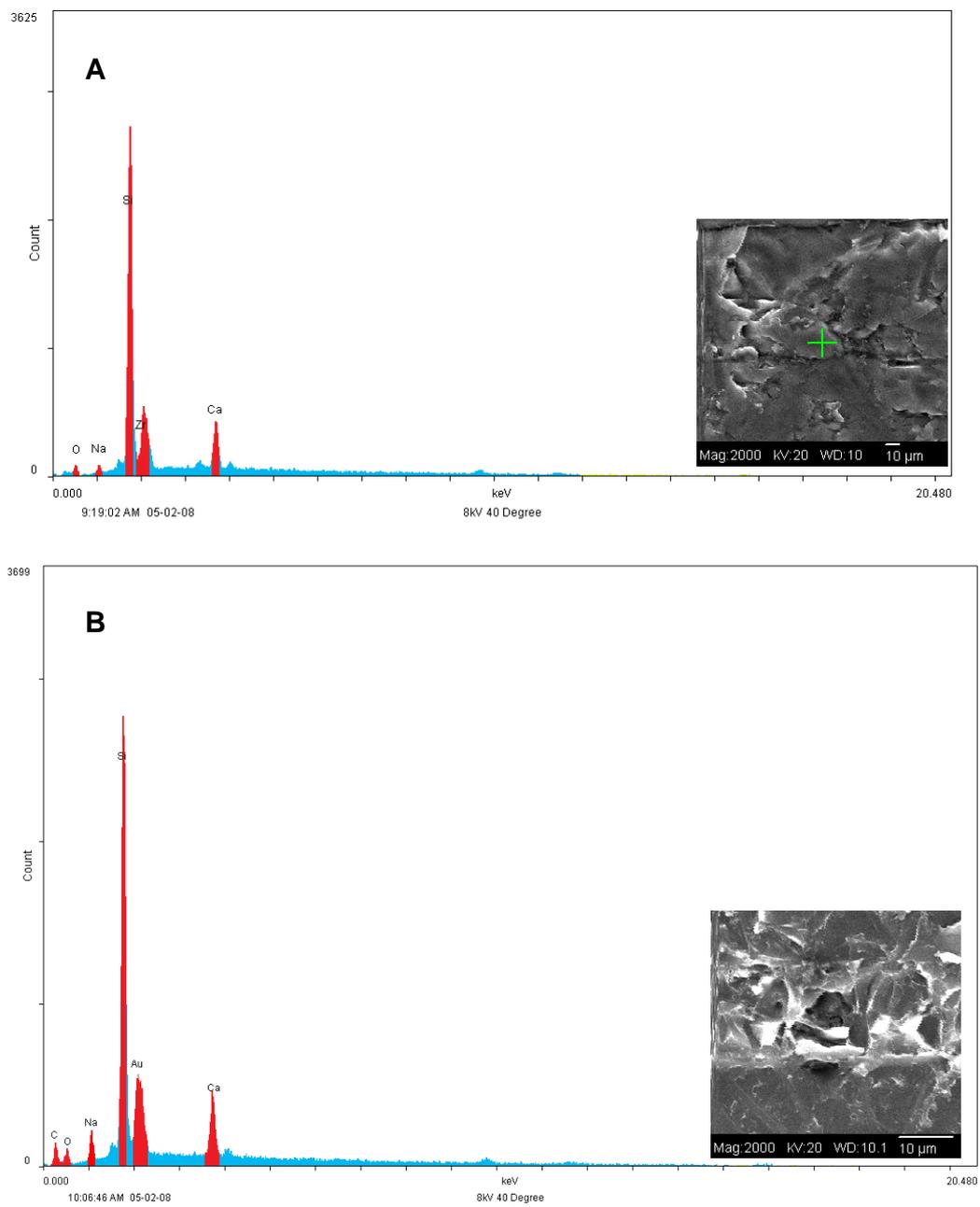


Figura 27 - MEV/EDS da fratura interfacial com ângulo de 10°: Resina reforçada por fibra (A); cimento (B).

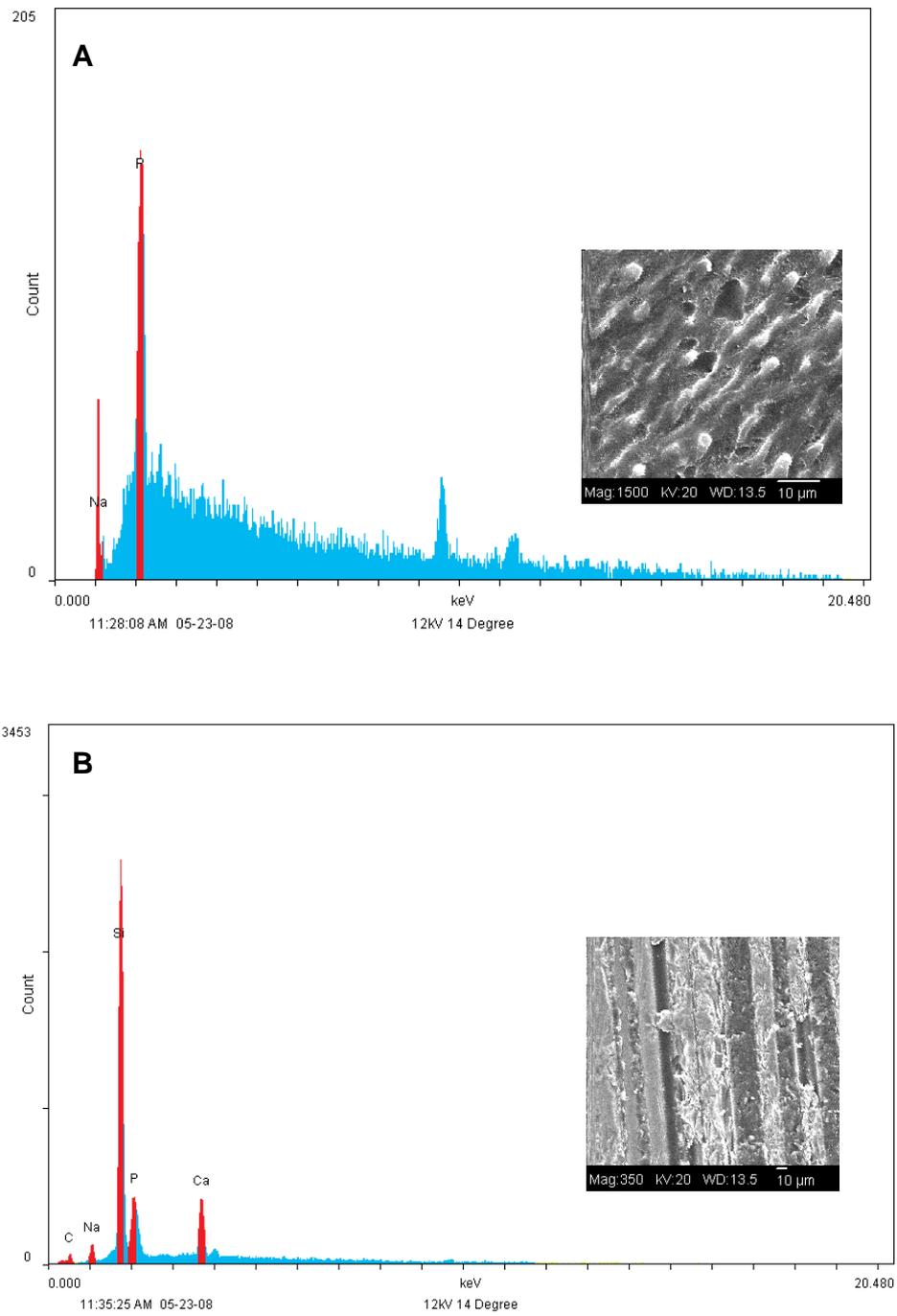


Figura 28 - MEV/EDS da fratura interfacial com ângulo de 15°: Dentina (A); cimento (B).

5.3 Impregnação do adesivo

O aspecto alargado e assimétrico das bandas referentes a dentina e ao adesivo na região entre 1600 e 1700 cm^{-1} gera uma certa imprecisão na determinação da posição dos picos. Assim, determinar a extensão da penetração do adesivo com base nesta região torna-se difícil porque os picos da dentina (Amido I, entre 1600-1700 cm^{-1}) (Figura 29) se sobrepõem aos picos do adesivo. Por isso, foi escolhida uma faixa de leitura em que os picos eram relativamente bem definidos e não se sobrepunham, como onde ocorre a banda do grupo C-O-C. Esta banda aparece entre 1111 e 1115 cm^{-1} , dependendo do adesivo e foi usada para determinar o quanto cada adesivo penetrou na dentina já que estava presente em todos os quatro materiais e não se sobrepunha a nenhuma banda de colágeno (Figura 29).

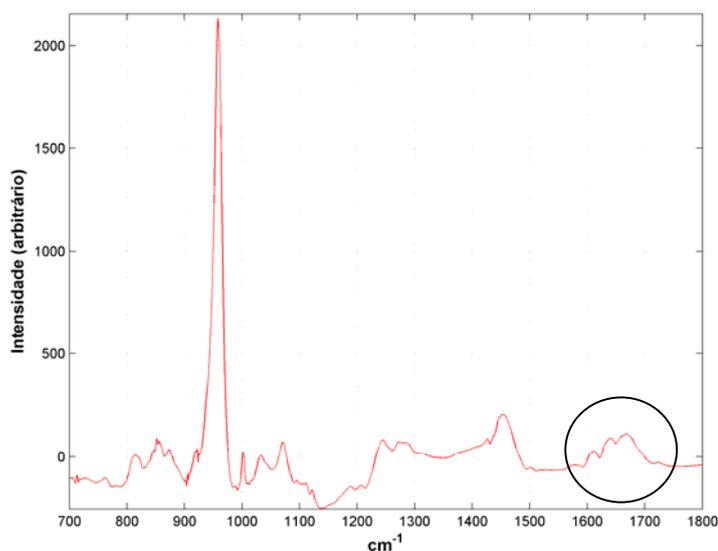


Figura 29 - Espectro da dentina na faixa 700-1800 cm^{-1} , mostrando que a região entre 1600-1700 cm^{-1} apresenta picos alargados e não-definidos, que facilmente se sobrepõem aos adesivos que também possuem bandas aí.

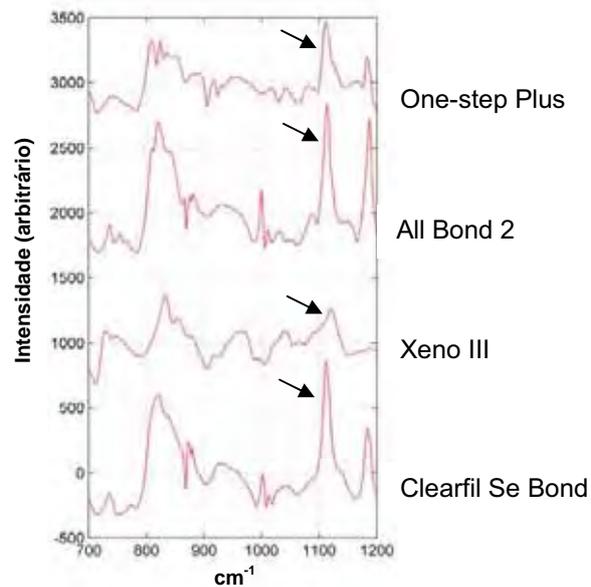


Figura 30 - Espectros dos adesivos puros na faixa de entre 700 e 1200 cm^{-1} em que o pico em 1111-1115 cm^{-1} (C-O-C) é único e bem definido.

O sistema All-Bond 2 apresentou um padrão de desmineralização ao longo do canal que foi decrescendo em direção à região média (Figura 31). Foi possível perceber que o adesivo não foi capaz de penetrar toda a extensão de dentina desmineralizada, principalmente na região média. Nesta região, observou-se algumas vezes que houve desmineralização, mas não houve penetração do adesivo.

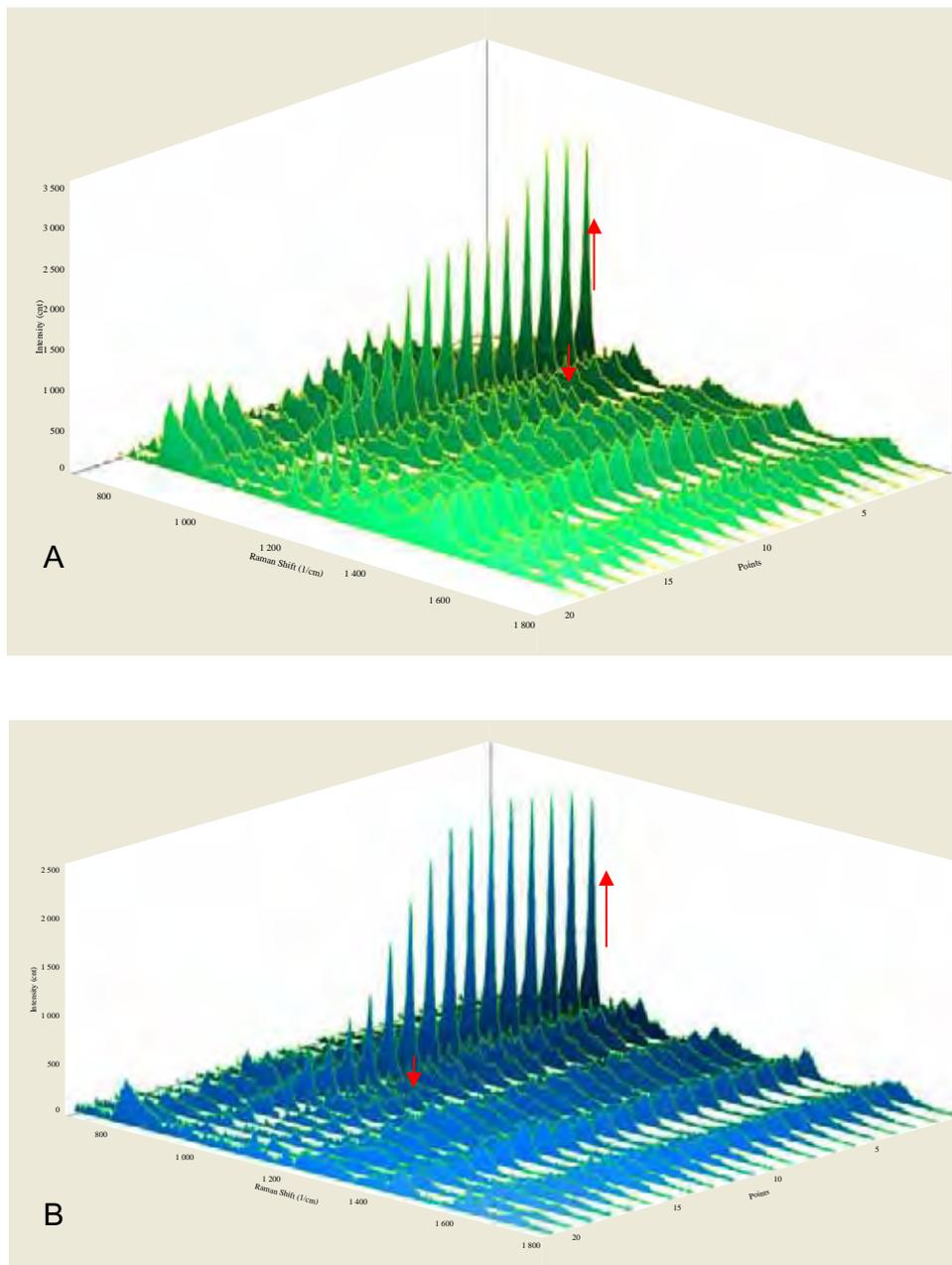


Figura 31 - Espectroscopia μ -Raman da interface formada com o adesivo All-Bond 2 nas regiões coronária, cervical e média do preparo no canal, respectivamente. As flechas indicam a extensão aproximada da desmineralização em 960 cm^{-1} e a extensão de penetração do adesivo em 1211 cm^{-1} (região coronária $\approx 9\text{ }\mu\text{m}$ (A); região média $\approx 7\text{ }\mu\text{m}$ (B); região apical $\approx 0\text{ }\mu\text{m}$ (C)).

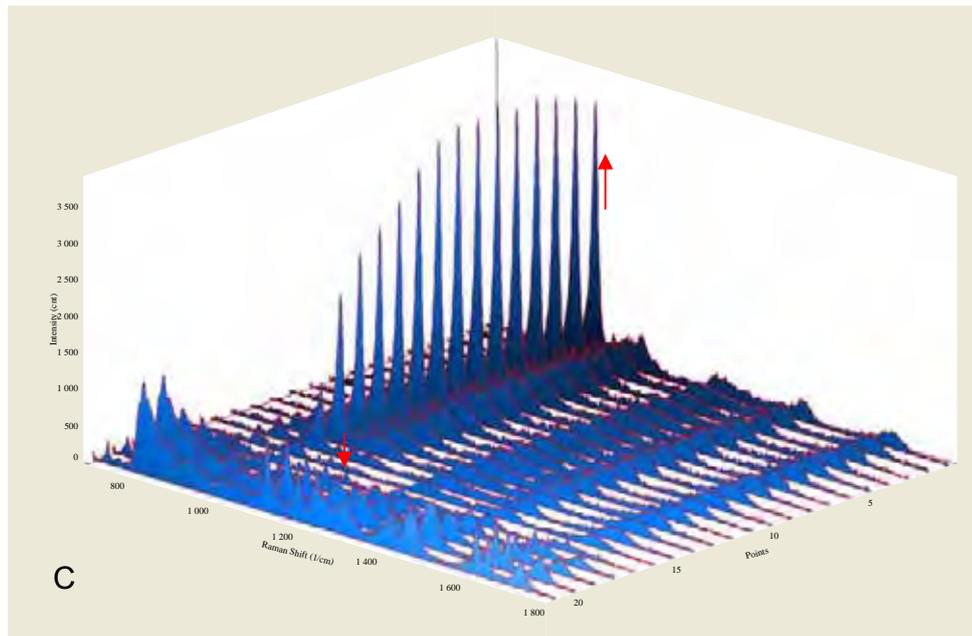
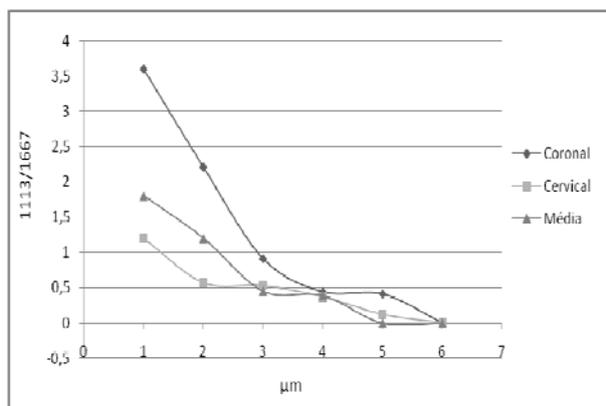


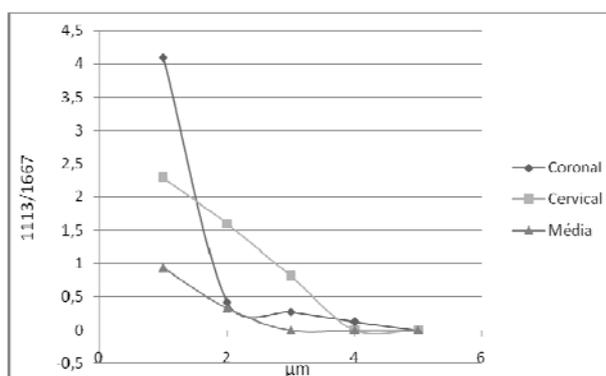
Figura 31 - Espectroscopia μ -Raman da interface formada com o adesivo All-Bond 2 nas regiões coronária, cervical e média do preparo no canal, respectivamente. As flechas indicam a extensão aproximada da desmineralização em 960 cm^{-1} e a extensão de penetração do adesivo em 1211 cm^{-1} (região coronária $\approx 9\text{ }\mu\text{m}$ (A); região média $\approx 7\text{ }\mu\text{m}$ (B); região apical $\approx 0\text{ }\mu\text{m}$ (C)).

A quantidade de adesivo impregnado na dentina para os outros sistemas está representado a seguir pela razão da banda em $1111\text{-}1115\text{ cm}^{-1}$ (adesivo) e 1660 cm^{-1} (colágeno), em função da distância (μm) (Figura 32).

A



B



C

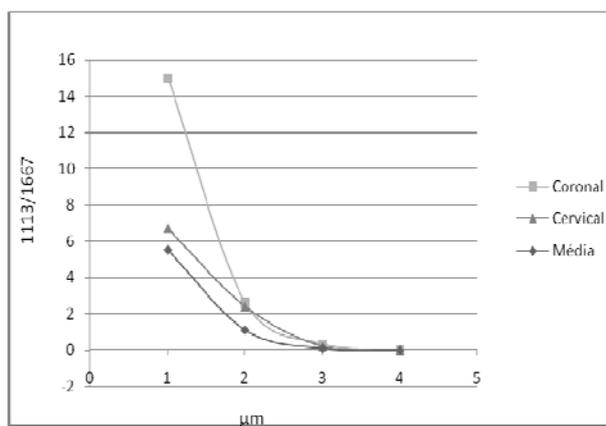


Figura 32 - Extensão de penetração dos adesivos One-step Plus (A), Xeno III (B) e Clearfil SE Bond (C) de acordo com a posição (μm).

O adesivo Clearfil SE Bond formou apenas uma fina interação com a dentina desmineralizada de cerca de 1-2 μm que foi mais ou menos a mesma da região coronária à média.

Após 4 m, as bandas do adesivo All-Bond 2 pareciam menos intensas e a houve a predominância do colágeno caracterizado pelo alargamento das bandas entre 1600 cm^{-1} e 1700 cm^{-1} a partir de $6\text{ }\mu\text{m}$ e $5\text{ }\mu\text{m}$ para as regiões coronal e média, respectivamente (Figura 33).

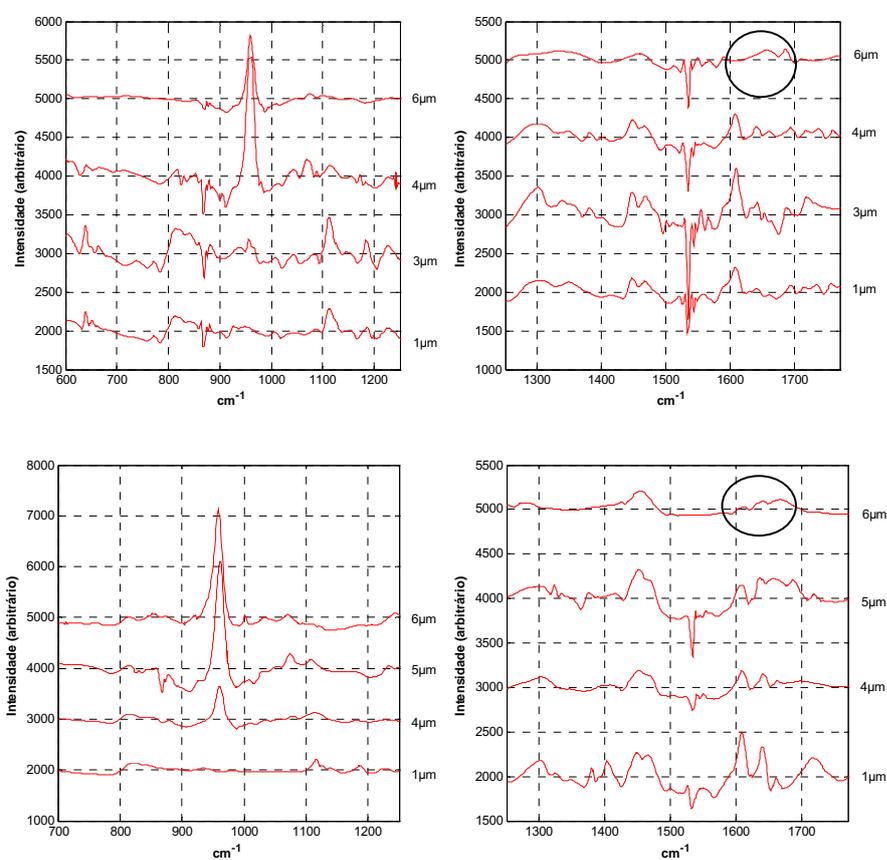


Figura 33 - Espectroscopia μ -Raman após 4 m da interface formada com o adesivo All-Bond 2 nas regiões coronária (acima) e cervical (abaixo) do preparo no canal. O detalhe mostra a predominância das bandas colágenas a partir de $6\text{ }\mu\text{m}$.

Após 4m, os espectros do adesivo One-step Plus, tal qual no adesivo All-Bond 2, pareciam menos intensos com bandas mais intensas de colágeno já nos primeiros micrômetros ou com sinais de degradação no cimento/adesivo, como ilustra a Figura 34.

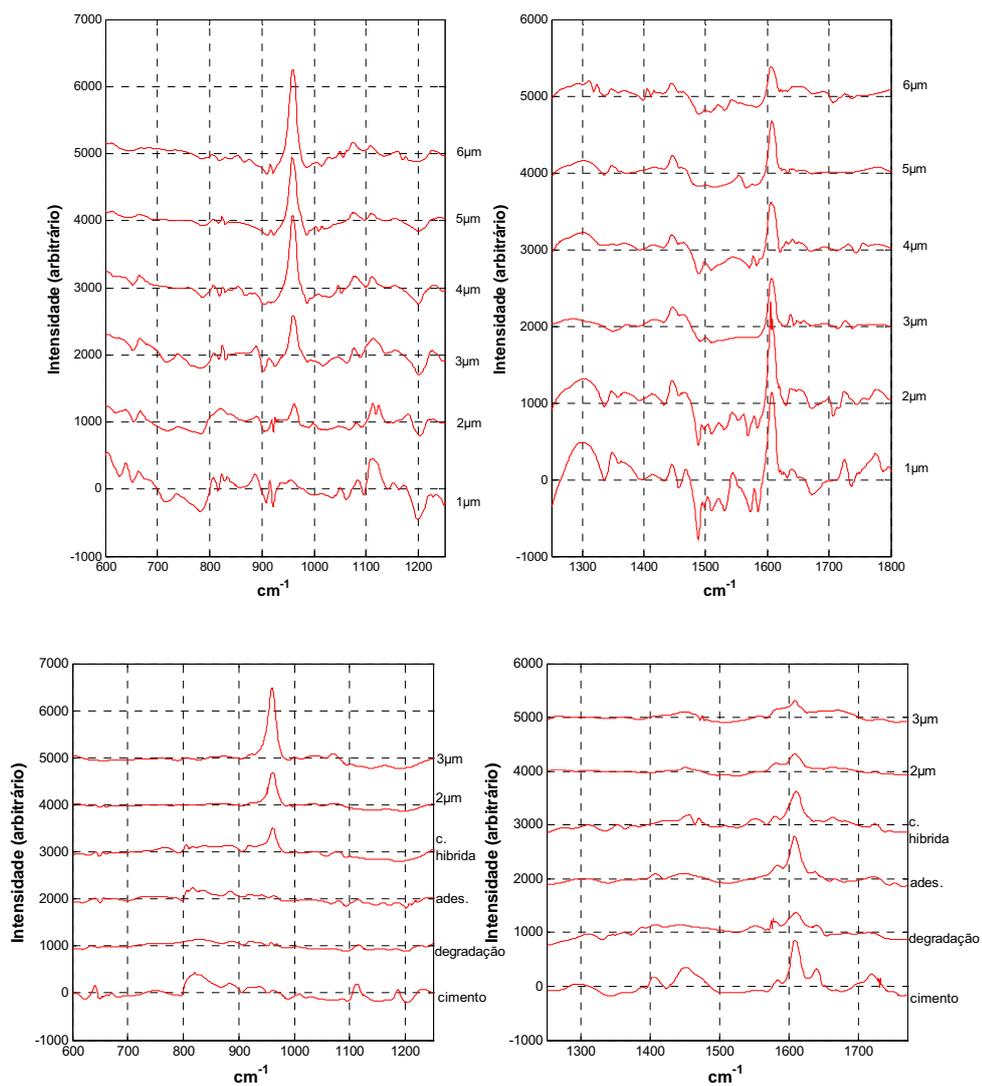


Figura 34 - Espectroscopia μ -Raman após 7 d (acima) 4 m (abaixo) da interface formada com o adesivo One-step Plus na região cervical.

Depois de 4 m, o adesivo Clearfil Se Bond foi o único que parece ter permanecido estável quanto à intensidade das bandas e extensão de penetração na dentina (Figura 35).

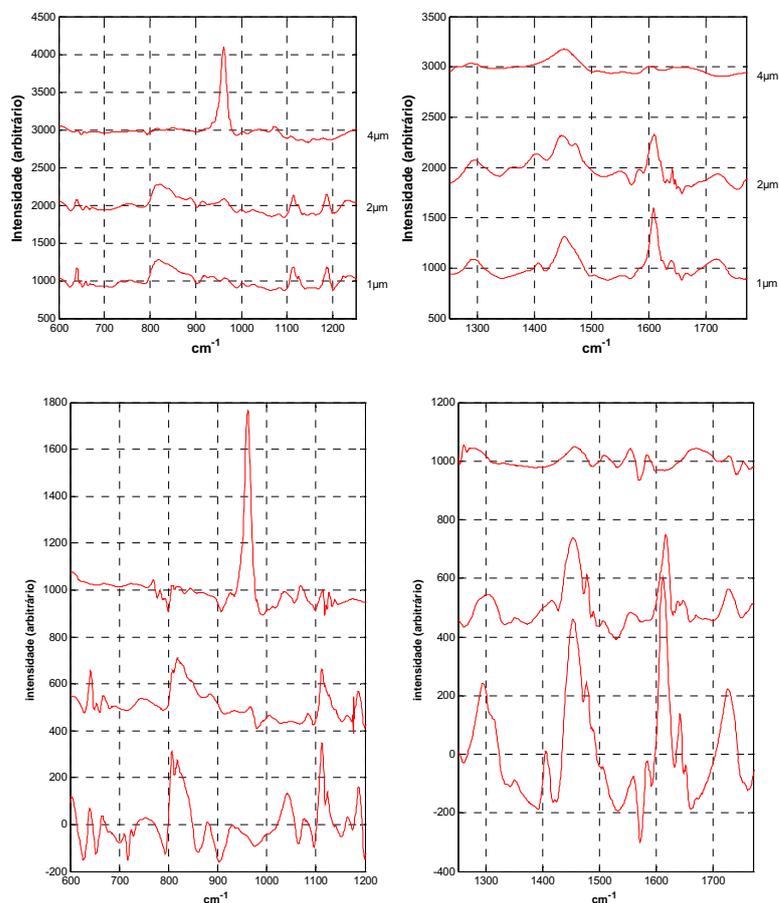
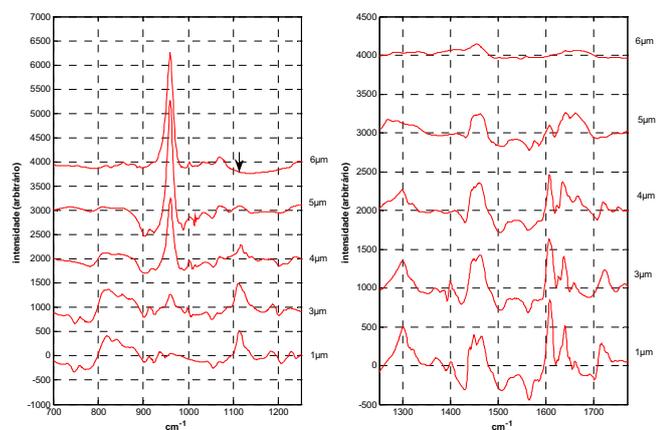


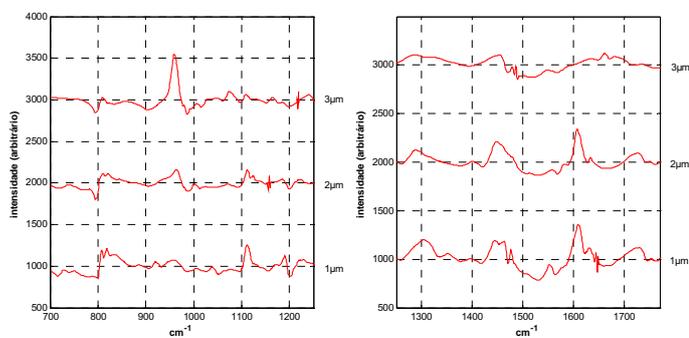
Figura 35 - Espectroscopia μ -Raman após 4 m da interface formada com o adesivo Clearfil SE Bond nas regiões coronária (acima) e média (abaixo) do preparo no canal, respectivamente.

Em alguns pontos da interface formada com o adesivo Xeno III foram notadas discontinuidades que provavelmente ocorreram devido à degradação após 4 m. Comparando-se com o espectro após 7 d, é possível notar a ausência que picos nítidos em 1610 e 1640 cm^{-1} e um alargamento da banda logo nos primeiros micrômetros (Figura 36).

A



B



C

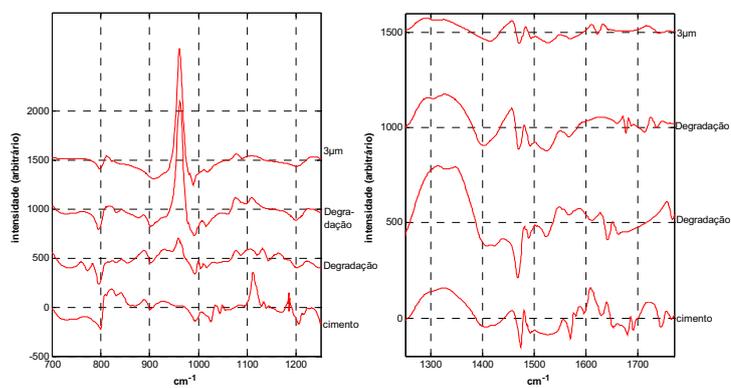


Figura 36 - Espectroscopias μ -Raman após 7 d (A) e 4 m (B) na região coronária e espectroscopia da região média após 4 m (C) da interface formada com o adesivo Xeno III.

5.4 Duplas ligações residuais (grau de conversão)

O grau de conversão (%) do cimento resinoso nas secções, representativas das regiões coronária, cervical e média, está representado graficamente a seguir (Figuras 37 a 39).

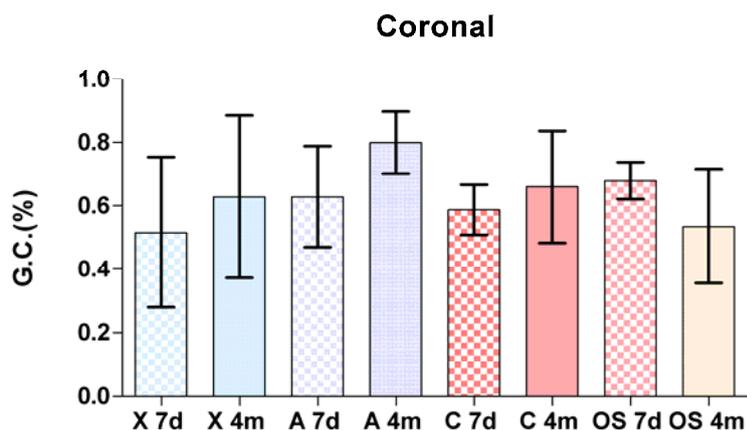


Figura 37 - Médias de grau de conversão e desvio padrão (%) dos adesivos (X- Xeno III; A – All-Bond 2; C- Clearfil SE Bond; OS – One-Step Plus) na região coronal em dois períodos (7 d e 4 m).

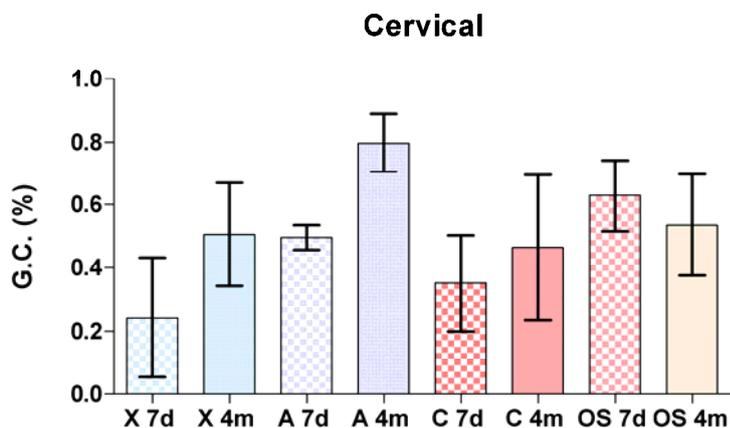


Figura 38 - Médias de grau de conversão e desvio padrão (%) dos adesivos na região cervical em dois períodos.

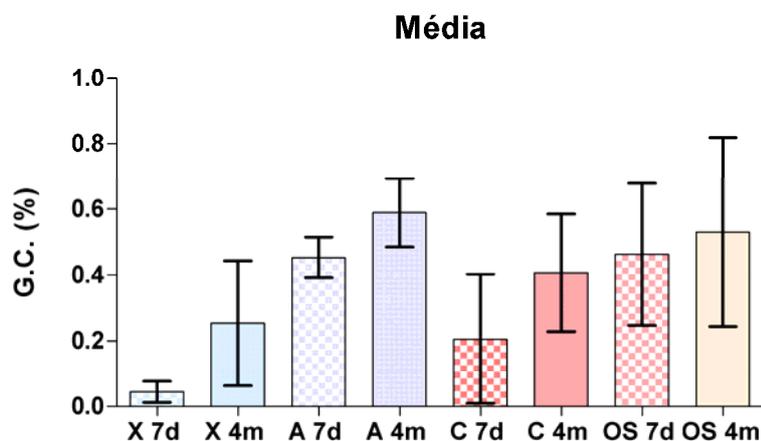


Figura 39 - Médias de grau de conversão e desvio padrão (%) dos adesivos na região média em dois períodos.

Todos os efeitos principais (Adesivo, Período e Região) foram estatisticamente significantes ($p < 0,05$). O efeito interação entre Adesivo e Período também mostrou-se significativo. A Tabela 3, a seguir, apresenta estes resultados:

Tabela 3 - Análise de variância (Anova) 3-fatores com medida repetida para o grau de conversão (%) de acordo com o sistema adesivo, período para análise e região ($p < 0,05$).

Efeito	gL	QS	QM	F	p
Adesivo	3	1,23401	0,41134	11,8182	0,000023
Período	1	0,41316	0,41316	11,8707	0,001614
Adesivo * Período	3	3268	0,10896	3,1305	0,039144
Resíduo I	32	1,11377	0,03481		
Região	2	1,36527	0,68263	28,0650	0,000001
Região*Adesivo	6	0,31861	0,05310	2,1831	0,056005
Região*Período	2	0,06296	0,03148	1,2943	0,281169
Região*Adesivo*Período	6	0,08664	0,01444	0,5937	0,734189
Resíduo II	64	1,55669	0,02432		
Total	119	647,632			

Verifica-se que não foi possível rejeitar a hipótese de igualdade, ou seja, da inexistência do efeito interação entre os três fatores, mas foi possível rejeitar a hipótese da não existência do efeito interação para

um dos casos entre dois fatores, isto é, Adesivo e Período e, ainda, todos os fatores principais foram estatisticamente significantes.

Quando se comparam os valores médios referentes às oito condições experimentais estabelecidas pelas variáveis Adesivo e Período, por meio do teste de Tukey, pode-se estabelecer grupos de mesmo desempenho quanto ao grau de conversão (Tabela 4).

Tabela 4 - Tabela dos grupos homogêneos para as médias de grau de conversão de acordo com o sistema adesivo e o período para análise.

Adesivo	Período	Média	Grupos Homogêneos*	
All-Bond 2	7d	0,52	A	B
	4m	0,72	A	
Xeno III	7d	0,26		C
	4m	0,46		B C
Clearfil	7d	0,38		B C
	4m	0,51	A	B
One-step Plus	7d	0,53	A	B
	4m	0,59	A	B

*Médias seguidas de letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significantes

Os grupos homogêneos obtidos com o teste de Tukey indicaram que as médias dos adesivos All -Bond 2 e One-step Plus nos dois períodos e do Clearfil SE Bond após 4 m diferiram significativamente da média do adesivo Xeno III após 7d (Tabela 4).

Para avaliar o efeito Região, independentemente do tipo de Adesivo e do Período considerado, foi efetuado o teste t (*Student*) de amostras pareadas, com correção de Bonferroni (ANEXO C). Os resultados indicam que todas as regiões diferiram entre si ($p=0,017<0,05$) (Figura 40).

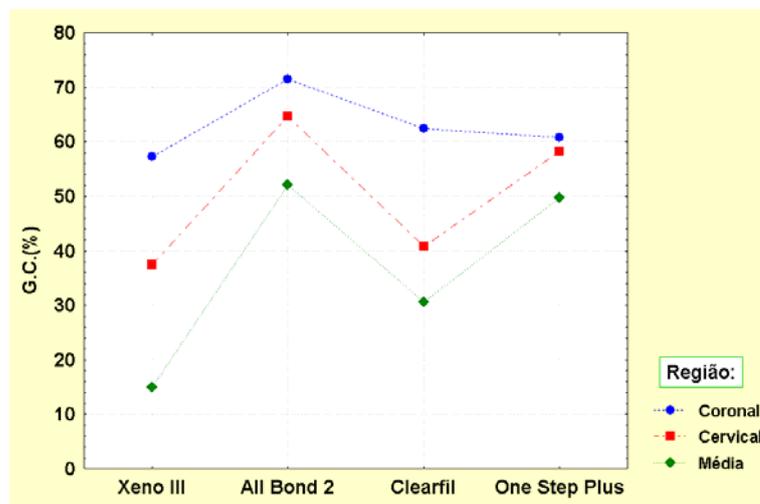


Figura 40 - Gráfico de médias do grau de conversão (%) revelando as diferenças entre as regiões.

5.5 Correlação Resistência de união/Grau de conversão

Foi avaliado o relacionamento entre os valores de grau de conversão e os valores obtidos de resistência. Pode-se observar, por meio do gráfico de dispersão, mostrado a seguir na Figura 40, que a correlação foi fraca entre essas duas variáveis. O coeficiente de correlação linear de Pearson (r) obtido em todos os oito diagramas de dispersão sempre indicaram uma correlação fraca (valores inferiores a 0,50) e não estatisticamente significantes (p -valores foram inferiores a 5%), indicando a ausência de dependência linear entre as duas variáveis (Figura 41).

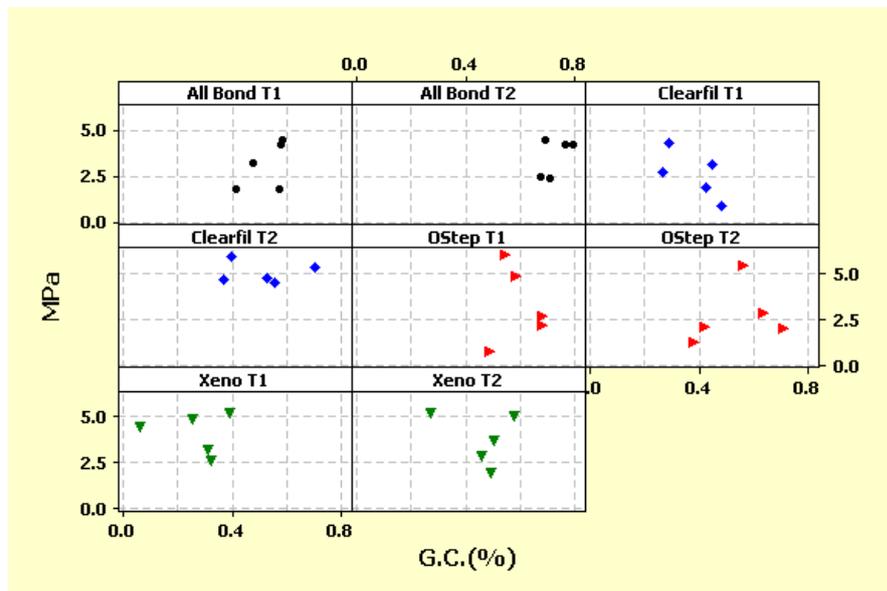


Figura 41 - Gráfico de correlação dos dados de resistência de união (MPa) e grau de conversão (%).

6 DISCUSSÃO

A resistência de união com testes mecânicos tem sido a forma mais usada para se avaliar a performance das restaurações adesivas no canal. Tem-se dado maior preferência ao teste de *push-out*, uma forma de cisalhamento, com a utilização de espécimes de pequena espessura (Pest et al.,¹² 2002; Goracci et al.,⁴¹ 2004; Wakefield et al.,¹¹⁸ 1998; Valandro et al.,¹⁰⁴ 2007, Melo et al.,⁵⁷ 2008). Alguns estudos (Akungor et al.,³ 2006; Aksornmuang et al.,⁴ 2006a; Aksornmuang et al.,⁵ 2006b; Gaston et al.,³⁸ 2001), porém, ainda são feitos com a modalidade de microtração, embora a controvérsia sobre dificuldade de obtenção dos espécimes persista (Goracci et al.,⁴¹ 2005). No presente estudo, optou-se pelo *push-out* porque a utilização de sistemas adesivos que pudessem formar interfaces muito frágeis com a dentina poderia dificultar a obtenção de “palitos” de microtração.

A maior parte dos estudos envolve a análise da resistência de acordo com a região do canal. Essa análise regional deve-se principalmente à influência que as características (Mjor; Nordhal,⁶³ 1996; Ferrari et al.,³⁰ 2000; Balooch et al.,⁹ 2001; Mjor et al.,⁶⁷ 2001; Mannocci et al.,⁶² 2004), acessabilidade (Ferrari et al.,³² 2001) do substrato e a gradação da luz ao longo do canal podem ter sobre a resistência (Galhano et al.,³⁷ 2008). Foram analisadas neste estudo as regiões coronária, cervical e média da raiz por não se observar adesão relevante na porção apical dos leitões para pinos e pela importância do remanescente coronário para adesão (Bouillaguet et al.,¹⁴ 2003; Melo et al.,⁵⁸ 2008). Mesmo assim, os resultados estão em conformidade com outros trabalhos que usaram as regiões cervical, média e apical da raiz e cuja resistência de união foi maior na região mais próxima à coroa (isto é, mais próxima à fonte de luz), comparada às demais

(Bouillaguet et al,¹⁴ 2003; Foxton et al.,³⁴ 2005; Nagas et al.,⁷⁰ 2007; Melo et al.,⁵⁸ 2008, Aksormuang et al.,⁶ 2008).

Não foram observadas diferenças relacionadas ao tipo de sistema adesivo e ao tempo para ensaio dos espécimes. Isso sugere que as diferenças regionais podem estar mais relacionadas a questões estruturais da dentina, de distribuição do sistema adesivo e de polimerização do sistema adesivo-cimento. Após análise microscópica, Ferrari et al.³² (2001) sugeriram duas explicações para a menor formação de uma zona de interdifusão resina-dentina no terço apical do preparo para pinos: a) a pressão do *microbrush* com a solução é máxima no terço cervical, enquanto no terço apical ela é reduzida, resultando em pouca penetração do adesivo; b) a quantidade de túbulos no terço apical é menor.

É possível que a resistência seja influenciada também por alguns aspectos que devem ser levados em conta quando da utilização do teste de *push-out*. É preciso considerar, por exemplo, que a estabilidade dessa união é influenciada pelo fator friccional, isto é, a capacidade do pino de se manter em posição devido à fricção e rugosidade da superfície do cimento (Goracci et al.,⁴² 2005; Sadek et al.,⁸⁴.2006). Sabe-se também que alguns *gaps* podem surgir em interfaces como resultado da contração de polimerização ou da fadiga a que a restauração é submetida (Frankengerger et al.,³⁵ 2005). Em restaurações adesivas nos canais radiculares, a ocorrência do Fator C de configuração cavitária é muito pronunciada (Bouillaguet et al,¹⁴ 2003; Tay et al.,¹⁰² 2005). Alguns estudos obtiveram maior resistência de união no terço apical, e a explicação para isso foi o fato de que nesta região a polimerização é menor e o estresse de contração também é menor. (Gaston et al.,³⁸ 2001; Bitter et al., 2006). Contudo, sabe-se que no terço apical há pouco espaço para o relaxamento de estresses e, com isso, há grande possibilidade de descolamento (Tay et al.,¹⁰² 2005). As discordâncias também podem advir do fato de que os estresses contração e a forma como são dissipados são ainda influenciados pela contração volumétrica do material, pelo módulo de elasticidade do adesivo e da resina,

pela contribuição de bolhas de ar dentro da restauração e pela taxa de polimerização da resina (De Munck,²⁷ 2005).

Algumas micrografias (Figura 18) revelaram a presença de espaços entre dente e restauração. Pode-se argumentar que são apenas artefatos de técnica ocasionados pelo vácuo durante o preparo da amostra para a MEV; porém, se este foi o caso, isso também significa que estes seriam pontos de maior fragilidade na restauração, onde a separação da interface por outras razões seria mais fácil. Acredita-se que estes espaços são provavelmente resultado da contração de polimerização do cimento que sobrepujou a força de união entre adesivo e dentina em alguns pontos da interface.

As micrografias das Figuras 20-22 revelam que, independente do período, as fraturas ocorreram predominantemente dentro da camada híbrida. Porém, após 7 d as fraturas ocorreram com prejuízo dos pinos, com extrusão das fibras, sugerindo que a união entre dentina e sistema adesivo ainda não sofrera uma degradação que pudesse levar facilmente à sua extrusão sem prejuízo das demais partes da restauração, como parece ter ocorrido após 4 m.

Os adesivos All-Bond 2 e One-step Plus são sistemas que apresentam como solvente a acetona. De Munck et al.²⁷ (2005) apresentaram uma revisão sobre estes adesivos e foi observado que o adesivo One-Step sempre apresentou uma diminuição drástica da resistência após termociclagem e armazenamento em água em comparação com o adesivo All Bond 2, o que não foi observado no presente estudo. É possível que a utilização do All Bond 2 em sua forma dual tenha contribuído para isso uma vez que a viscosidade do material aumenta com a fotoativação e a mobilidade molecular diminui, dificultando a autopolimerização adicional (Faria-e-Silva et al.,²⁸ 2008).

Apesar de a formulação do adesivo One-step e One-step Plus serem diferentes quanto à quantidade de carga inorgânica, sabe-se que a sensibilidade técnica desses sistemas, bem como a do All Bond 2, está

relacionada ao fato de que a acetona precisa ser aplicada em dentina úmida pois não consegue reexpandir as fibras colágenas que sofrem colapso devido a falta de água. Além disso, o One-step Plus possui HEMA, que diminui a pressão de evaporação da água, o que pode interferir na remoção da água residual. Se a acetona evapora rapidamente, o adesivo hidrofóbico pode ter dificuldade de substituir a água residual nos espaços interfibrilares, a qual pode hidrolisar o polímero posteriormente (Spencer et al.,⁹⁷ 2002). Os espaços não-infiltrados pelo adesivo e a presença de umidade também favorecem a degradação do colágeno em longo prazo (Pashley et al.,⁷⁹ 2004; Manso et al.,⁶³ 2008), pela ação de enzimas (MMPs) presentes na matriz. Uma outra situação prejudicial ocorre se acetona não evaporar e se diluir onde há muita água, fazendo com que o monômero saia da solução (Tay et al.,⁹⁹ 1998).

Em outro estudo testou-se a resistência do sistema Clearfil SE Bond, que foi comprável à de um adesivo de condicionamento ácido prévio (Aguilar-Mendoza et al.,² 2008). Sua performance também se mostrou melhor do que a de adesivos simplificados autocondicionantes de passo único. O adesivo Clearfil SE Bond possui o 10-MDP em sua composição que é um monômero que se liga quimicamente a dentina ou esmalte através de fortes ligações iônicas com o cálcio (De Munck et al.,²⁷ 2005; Van Landuyt et al.,¹⁰⁵ 2007). Contudo, a reatividade com o mineral, no presente estudo, não pareceu eficiente como aquela dos adesivos de condicionamento ácido. Isso provavelmente ocorre porque o Clearfil SE Bond é pouco ácido e provoca apenas uma leve desmineralização da dentina (Wang et al.,¹¹⁸ 2006; Aguilar-Mendoza et al.,² 2008). De acordo com Zicari et al.,¹²¹ (2008), a resistência de união desse adesivo no canal pareceu promissora, mas a interação ainda é fraca, não sendo capaz de minimizar a microinfiltração na interface. No presente estudo, porém, as interfaces formadas com o Clearfil SE Bond pareceram bem estáveis após 4 m. O adesivo autocondicionante de passo único, Xeno III, apesar de mais agressivo devido ao seu menor pH, também mostrou pouca capacidade de

desmineralização e penetração na dentina. A dificuldade de penetração de ambos os sistemas autocondicionantes deve-se principalmente à presença da lama dentinária (Aguilar-Mendoza et al.,² 2008).

A nanoinfiltração da interface adesivo-dentina, ocasionada principalmente com o uso de sistemas simplificados, não ocorre apenas pela penetração incompleta do adesivo na dentina desmineralizada. Áreas dentro da resina polimerizada onde a umidade não foi completamente removida formam hidrogéis ou domínios hidrofílicos de monômeros residuais que também são susceptíveis à absorção de água. Por isso, tanto as umidades extrínsecas quanto intrínsecas do substrato dentinário devem ser consideradas para que se obtenha sucesso na adesão. Mesmo com a remoção efetiva da superfície mineral da dentina, a umidade intrínseca associada ao remanescente de água na rede de colágeno e nos túbulos pode criar uma interação irreversível de componentes solúveis com aqueles imiscíveis em água (Pereira et al.,⁸⁰ 1999; Chersoni et al.,²⁵ 2005). Em canais endodonticamente tratados, onde não se espera grande umidade do substrato, adesivos que apresentam um número menor de passos, enfrentam o problema resultante da sua hidrofilia e permeabilidade (Chersoni et al.,²⁵ 2005). Lavar o canal com água após o condicionamento ácido pode também ser problemático para a adesão quando não se consegue secar a entrada dos túbulos com pontas de papel. Segundo Chersoni et al.²⁵ (2005), isso explica a aparição de grandes bolhas na superfície de uma réplica de dentina tratada com o sistema de condicionamento total com dois passos One-Step Plus.

A análise dos mecanismos de falha após a fratura com testes mecânicos é limitada sem um exame cuidadoso com MEV e mapeamento dos elementos com raios-X. A resistência é sempre dependente dos tamanhos das falhas dentro do material e isto dificilmente pode ser rastreado sem a utilização dos recursos mencionados. Porém, a tenacidade, definida como a capacidade do material de resistir à propagação rápida do *crack*, é geralmente independente do tamanho dos defeitos dentro

do material. Trata-se de uma propriedade inerente do material que pode ser medida pelo fator de intensidade de *stress* (K_{IC}) ou pela taxa de liberação de energia (G_{IC}). No tocante a análise de interfaces, G_{IC} é particularmente importante, pois refere-se a energia requerida por unidade de área da superfície do *crack* para criar novas superfícies. Assim, a determinação da tenacidade interfacial pode ser feita com mecânica da fratura, reduzindo-se os riscos de uma interpretação equivocada dos resultados, além de prover informações sobre os limites de utilização clínica dos materiais (Della Bona et al.,²⁶ 2006).

No estudo de tenacidade, o caminho da trinca sob diferentes ângulos (Figura 25) mostra que a tenacidade de fratura na interface geralmente aumenta com a ação conjunta dos modos de tração e cisalhamento. Porém, a interface cimento dentina parece ser mais susceptível à fratura sob cargas mais complexas, onde o modo de cisalhamento é predominante. Ao contrário dos valores de resistência cuja comparação entre estudos não é possível, a tenacidade é uma propriedade inerente e pode ser comparada.

Em um estudo recente em que Aksormuang et al.⁵ (2008) testaram a resistência à tração de interface de pinos cimentados à dentina do canal observou-se que, após teste de microtração, a falha mais comumente vista foi entre cimento e pino. Isso demonstra que sob tração, a interface mais susceptível a fratura é esta. Porém, sob cargas mais complexas como a de cisalhamento, usada no teste de *push-out*, a interface cimento-dentina está envolvida nas fraturas. Isso é relatado também em outros estudos que usaram o teste de *push-out* e observaram uma predominância das fraturas na interface cimento-dentina (Nagas et al.,⁷⁰ 2007; Valandro et al.,¹⁰⁴ 2007, Melo et al.,⁵⁸ 2008;).

A complexidade do tecido dentinário e o ambiente heterogêneo que ele forma com o adesivo tornam a interpretação do espectro Raman difícil. Muitas vezes a presença de interferências torna a informação do espectro mais problemática ainda. Uma ferramenta

matemática muito útil é a aplicação de *wavelets* na remoção de interferências e correção da linha de base. Assim, o tratamento dos espectros Raman (Wang et al.,¹¹⁸ 2006) que apresentaram interferências maximizou a aquisição de informações mais detalhadas da interface no presente trabalho.

Apesar das diferenças na qualidade da camada híbrida demonstradas com a espectroscopia μ -Raman, não houve diferenças significativas de resistência entre os sistemas adesivos. Isso reforça a idéia de que o relacionamento entre a molhabilidade do adesivo, a estrutura da camada híbrida e a resistência de união não é óbvia (Aguilar-Mendoza et al., 2008). Após 7 d, a camada híbrida parecia intacta, com espessuras que diminuía em direção à região média do preparo. A quantidade de adesivo impregnado dependeu do sistema, sendo maior para aqueles de condicionamento ácido prévio. Depois de 4 m de armazenamento, alguns sistemas apresentaram uma perda na intensidade das bandas do adesivo, sugerindo a perda de monômeros e oligômeros para o meio. Diferenças na extensão de impregnação do adesivo entre os dois períodos revelou uma zona de colágeno desprotegido cujos espectros na região do Amido I (1600 e 1700 cm^{-1}) por vezes refletiram uma forma de colágeno desorganizada com o aparecimento de bandas em 1626 , 1650 e 1680 cm^{-1} , contrastando com o aspecto normal do colágeno que geralmente apresenta uma banda mais delimitada em 1663 - 1667 cm^{-1} . Isso sugere a perda da helicidade devido ao afrouxamento da fibrila colágena pela absorção de água (Wang et al.,¹¹² 2001).

A penetração do adesivo foi bem maior nos adesivos de condicionamento ácido, mas a existência de uma porção de dentina desmineralizada e não-infiltrada tanto na modalidade de condicionamento ácido como na autocondicionante foi observada, como já relatado em outros estudos (Carvalho et al.,²³ 2005; Wang; Spencer,¹¹⁴ 2004). Essa diferença entre extensão de desmineralização e penetração do adesivo demonstra que nestas condições a desmineralização da dentina do canal está criando “defeitos”, isto é, espaços não-selados que são uma ameaça ao bom

prognóstico de dentes tratados endodonticamente (Nagas et al.,⁷⁰ 2007). Além disso, como em todas as restaurações adesivas, fibrilas colágenas não encapsuladas pelo adesivo representam pontos susceptíveis à degradação da união (Breschi et al.,¹⁶ 2008).

A maior parte dos processos de degradação da interface adesivo-dentina depende da taxa de difusão, que pode ser acelerada quando se trabalha com o armazenamento de espécimes em escala micrométrica. Quando palitos de dentina para microtração foram armazenados, menos de 90 d foram necessários para se observar um processo de degradação (De Munck,²⁷ 2005). Os resultados do presente estudo não apresentaram diferenças na resistência de união entre 7 d e 4 m e umas das razões para isso pode ter sido o armazenamento das raízes intactas, ao invés das fatias. Deu-se preferência a esse método porque as porções cervical e média da restauração nunca ficam em contato direto com a saliva quando há um remanescente coronário.

Porém, as micrografias e as espectroscopias demonstraram alguns sinais de degradação da interface após 4 m. Após a armazenagem, a observação no próprio microscópio óptico, antes das leituras de espectroscopia, já demonstrava o aspecto descontínuo da interface cimento/dentina em algumas fatias. Essa degradação pode ter ocorrido pela absorção da água presente no meio externo que pode ter sido facilitada pela falta de uma restauração coronária (Manocci et al.,⁶¹ 2003) e pelos espaços criados durante a contração de polimerização (Bouillaguet et al.,¹⁴ 2003; Nagas et al.,⁷⁰ 2007). A água residual na dentina também deve ser considerada na deterioração da interface, pois contribui para o retardo da polimerização, degradação do polímero e eluição dos monômeros residuais (Van Landuyt et al.,¹⁰⁵ 2008; Breschi et al.,¹⁶ 2008). De fato, a diminuição da intensidade dos componentes dimetacrilatos como o BisGMA após 4 m e o aumento das bandas relacionadas a dentina já nos primeiros micrômetros sugerem a exposição de fibras colágenas possivelmente devido a hidrólise do polímero ou eluição dos monômeros.

Há uma susceptibilidade por parte dos adesivos simplificados em apresentar uma maior absorção de água pois funcionam como membranas permeáveis devido a presença de monômeros hidrofílicos e/ou iônicos. No presente estudo, imagens e espectros compatíveis com degradação foram mais comumente vistos nas interfaces formadas com os adesivos One-step Plus e Xeno III, corroborando a tese de que a hidrofília de alguns componentes influenciam a degradação da interface. A presença de radicais hidroxila do HEMA e a provável formação de uma rede polimérica pouco densa podem ter favorecido a degradação (Malacarne et al.,⁵⁹ 2006).

Quanto à polimerização, embora não tenha sido o objetivo do presente trabalho avaliar a polimerização do sistema adesivo, foi possível perceber que a altura da banda em 1638 cm^{-1} (grupos vinil, duplas ligações de carbono), que está diretamente relacionada ao grau de conversão, foi praticamente igual à da banda em 1610 cm^{-1} (anel aromático). Essa igualdade na altura das bandas foi percebida em todos os sistemas adesivos, principalmente nas regiões à distância da fonte de luz. Sabe-se que o grau de conversão tanto de adesivos como de resinas está relacionado à resistência mecânica do polímero resultante (Lowell et al.,⁵⁶ 2001, Ferracane et al.,³⁰ 2008) e, por isso, as diferenças regionais de resistência de união podem estar relacionadas a uma polimerização insuficiente do adesivo nas regiões mais apicais.

A polimerização do cimento dentro do canal foi analisada no presente estudo. Neste caso, observou-se uma influência marcante do tipo de adesivo, da região e do tempo para análise no grau de conversão do material. Mediu-se de forma direta, com espectroscopia Raman, a presença de duplas ligações residuais que indicam o grau de conversão do cimento. Muitos estudos sobre a eficiência de polimerização no comprimento do canal foram feitos de forma indireta com medição da dureza da camada de cimento (Bouillaguet et al.,¹⁴ 2003; Youldas, et al.¹¹⁰ Foxton et al.,³⁴ Morgan et al.,⁶⁸ 2008). Os resultados encontrados aqui estão de acordo

com os testes de dureza que demonstraram uma diminuição de valores de acordo com a profundidade da restauração no canal.

A influência de fatores como o tipo de pino (Galhano et al.,³⁷ 2008) e sistemas adesivo-cimentantes sobre a polimerização do cimento dentro do canal já foi estabelecida (Morgan et al.,⁶⁸ 2008). Porém a influência de sistemas adesivos foi pouco relatada. Sabe-se que na cimentação de pinos de fibra dentro do canal radicular é comum a utilização de cimentos resinosos de polimerização dual devido ao maior tempo de trabalho e capacidade de polimerização em regiões distantes da fonte de luz. (Foxton et al.,³³ 2005; Gauthier et al.,³⁹ 2005). Entretanto, foi constatado através de resultados de testes de resistência e observações ultraestruturais a existência de uma interação superficial entre monômeros resinosos acídicos da camada de inibição de oxigênio do adesivo com os componentes iniciadores de uma resina composta química (Sanares et al.,⁸⁵ 2001). Esta “incompatibilidade” foi relatada em outros estudos, quando da utilização de sistemas de condicionamento ácido prévio com dois passos e sistemas autocondicionantes de passo único associados a resinas de polimerização química ou dual (Arrais et al., 2009; Breschi et al.,¹⁶ 2008; Carvalho et al.,²² 2004; Tay et al.,⁹⁹ 2003). Nestes adesivos, a camada em contato com o oxigênio do ar possui monômeros acídicos residuais que ficam em contato direto com a resina e que reagem com o catalisador básico (aminas aromáticas terciárias) da mesma. No presente trabalho, variando-se apenas o fator adesivo, foi possível observar sua influência sobre o grau de conversão do cimento em três regiões. Na região onde o adesivo e o cimento se encontraram pareceu ocorrer uma mistura desses dois materiais com aumento da intensidade da banda do C=C aromático (Arrais et al.,⁷ 2009). No presente trabalho, o grau de conversão foi medido no micrômetro anterior a esta região. O adesivo Xeno III, principalmente na região mais distante da luz, foi o que determinou os menores valores de grau de conversão. Após 4 m o grau de conversão aumentou em todas as regiões, embora ainda houvesse uma diminuição em direção à região média.

Porém, não houve uma correlação linear entre o grau de conversão e a resistência de união. Apesar das diferenças no grau de conversão influenciada pelos diferentes adesivos, é possível que isso não comprometa de forma significativa as propriedades mecânicas da camada de cimento. Isso já foi observado em um estudo onde se mediu a dureza do cimento e a resistência de união do cimento (Aksornmuang et al, ⁵ 2006). Assim, atribuir isoladamente ao grau de conversão do cimento ou do adesivo a causa das baixas propriedades mecânicas não é suficiente. Os monômeros não-convertidos podem ter sido eliminados para o meio, diminuindo o número de duplas ligações residuais de carbono, mas obviamente, não levando a um aumento das propriedades mecânicas do polímero. Isso significa que o aumento do grau de conversão após 4 m pode ter sido apenas aparente, pois o monômero residual pode ter sofrido eluição (Miletic et al., ⁶⁵ 2009).

Este trabalho avaliou múltiplos fatores que podem interferir na união pino de fibra/sistema resinoso (cimento e adesivo)/dentina, com ênfase na interação dos diferentes tipos de adesivo com a dentina, no grau de conversão do cimento resinoso em diferentes níveis (regiões) do preparo no canal e nos efeitos do tempo, aliado à umidade. Não se trata de um estudo definitivo, pois a variedade na composição de adesivos, pinos e cimentos disponíveis, a fadiga mecânica e a reconstrução coronária certamente têm o seu papel no desempenho dessas restaurações.

7 CONCLUSÃO

Dentro dos limites desse estudo, algumas conclusões podem ser formuladas.

Quanto à resistência de união dos sistemas adesivos à dentina, observou-se que foi maior na região coronária. Além disso, os sistemas adesivos estudados apresentaram comportamentos semelhantes, não havendo também diferenças entre os períodos de avaliação.

O grau de conversão do cimento dependeu do sistema adesivo, com menores valores encontrados para o sistema autocondicionante de passo único Xeno III após 7 d, principalmente nas regiões mais distantes da luz.

O grau de conversão do cimento pareceu não estar relacionado à resistência de união do conjunto.

A análise com MEV das interfaces revelou formação de *tags* mais consistentes para os sistemas de condicionamento ácido do que para os sistemas autocondicionantes. As amostras fraturadas após 7 d romperam-se nas interfaces cimento-dentina e cimento-pino enquanto, após 4 m, romperam-se principalmente em cimento-dentina. Na análise de penetração do adesivo com Espectroscopia Raman, a espessura da camada híbrida foi maior nos adesivos de condicionamento ácido prévio. Algum nível de deterioração ocorreu na interface (no cimento e na camada híbrida) após 4 m para todos os sistemas, exceto para o Clearfil SE Bond.

Quanto à tenacidade à fratura das interfaces formadas com o adesivo All-Bond 2, a interface cimento-dentina, que foi rompida apenas quando o ângulo para fratura foi de 15°, mostrou-se mais tenaz que a interface pino-cimento.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

1. Ager III JW, Nalla RK, Balooch G, Kim, G, Pugach M, Habelitz S et al. On the increasing fragility of human teeth with age: a deep-UV Resonance Raman study. *J Bone Miner Res.* 2006; 21:1879–87.
2. Aguilar-Mendoza JA, Rosales-Leal JI, Rodríguez-Valverde MA, González-López S, Cabrerizo-Vílchez MA. Wettability and bonding of self-etching dental adhesives. Influence of the smear layer. *Dent Mater.* 2008; 24 (7): 994-1000.
3. Akgungor G., Akkayan B. Influence of dentin bonding agents and polymerization modes on the bond strength between translucent fiber posts and three dentin regions within a post space. *J Prosthet Dent.* 2006; 95 (5): 368-78.
4. Aksornmuang J, Nakajima M, Foxton RM, Tagami J. Regional bond strengths of a dual-cure resin core material to translucent quartz fiber post. *Am J Dent.* 2006a; 19(1):51-55.
5. Aksornmuang J, Nakajima M, Foxton, RM, Tagami J. Mechanical properties and bond strength of dual-cure resin composites to root canal dentin. *Dent Mater.* 2006b; 23 (2): 226-34.
6. Aksornmuang J, Nakajima M, Foxton, RM, Panyayong W, Tagami J. Regional bond strengths and failure analysis of fiber posts bonded to root canal dentin. *Oper Dent.* 2008 Nov-Dec; 33(6):636-43.
7. Arrais C, Gianini M, Rueggeberg FA. Effect of sodium sulfinate salts on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement

* **Baseado em:** Internacional Comité of Medical Journal Editors. Bibliographic Services Division. Uniform requirements for manuscripts submitted to biomedical journals: simple referentes [homepage na Internet]. Bethesda:US Nacional Library; c2003 [disponibilidade em 2006 fev; citado em 20 mar.]. Disponível em :http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

- systems exposed to attenuated light-activation. *J Dent.* 2009; 37: 219-27.
8. Ari H, Yasar E, Belli S. Effects of NaOCl on bond strengths of resin cements to root canal dentin. *J Endodon.* 2003; 29 (4): 248-251.
 9. Assouline LS, Fuss Z, Mazor Y, Weiss EI. Bacterial penetration and proliferation in root canal dentinal tubules after applying dentin adhesives in vitro. *J Endod.* 2001; 27 (6): 398-400.
 10. Balooch M, Demos SG, Kinney JH, Marshall GW. Local mechanical and optical properties of normal and transparent root dentin. *J Mater Sci.* 2001; 12: 507-514.
 11. Balooch M, Habelitz S, Kinney JH, Marshall SJ, Marshall GW. Mechanical properties of mineralized collagen fibrils as influenced by demineralization. *J Struct Biol.* 2008; 162: 404–410.
 12. Bitter K, Meyer-Lueckel H, Priehn K, Kanjuparambil JP, Neumann K, Kielbassa AM.. Effects of luting agent and thermocycling on bond strengths to root canal dentine. *Int Endod J.* 2006; 39 (10): 809-18.
 13. Boschian PL, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. *Dent Mater.* 2002; 18 (8): 596-602.
 14. Bouillaguet S, Troesch S, Wataha JC, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH. Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. *Dent Mater.* 2003; 19 (3): 199-205.
 15. Brackett WW, Tay FR, Looney SW, Ito S, Haisch LD, Pashley DH. The effect of subject age on the microtensile bond strengths of a resin and a resin-modified glass ionomer adhesive to tooth structure. *Oper Dent.* 2008; 33 (3): 282-286.
 16. Breschi L, Mazzoni A, Rugger AB, Cadenaro M, DI Lenarda R, Dorigo EE. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008; 24: 90–101.

17. Buonocore M; Wileman W; Brudevold F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res.* 1956; 35 (6): 846-51.
18. Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, et al. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2005; 113 (6): 525-30.
19. Cadenaro M, Breschi L, Antonioli F, Navarra CO, Manzoni A, Tay F, et al. Degree of conversion of resin blends in relation to ethanol content and hydrophilicity. *Dent Mater.* 2008; 24 (9): 1194-1200.
20. Carrilho MR, Carvalho RM; De Góes MF, Di Hypolito V, Geraldini S, Tay FR, et al. Chlorhexine preserves dentin bond in vitro. *J Dent Res.* 2007; 86 (1):90-4.
21. Carvalho RM, Ciucchi B, Sano H, Yoshiama M, Pashley DH. Resin diffusion through demineralized dentin. *Rev. Odontol. USP.* 1999; 13 (4):417-24.
22. Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Silva NRFA, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine. *J Dent.* 2004; 32 (1): 55-65.
23. Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occur in self-etch adhesives. *Biomater.* 2005; 26 (9):1035-42.
24. Cheong C, King NM, Pashley DH, Ferrari M, Toledano M, Tay FR. Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/dual-cured composites: two-step vs one-step systems. *Oper Dent.* 2003; 28 (6):747-55.
25. Chersoni S, Acquaviva GL, Prati C, Ferrari M, Grandini S, Pashley DH, et al. In vivo fluid movement through dentin adhesives in endodontically treated teeth. *J Dent Res.* 2005; 84 (3): 223-27.

26. Della Bona A, Anusavice K, Mecholsky Jr JJ. Apparent Interfacial fracture toughness of resin ceramic systems. *J Dent Res.* 2006; 85 (11): 1037-41.
27. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res.* 2005; 84 (2): 118-32.
28. Faria-e-Silva AL, Casselli DSM, Lim GS, Ogliari FA, Piva E, Martin LRM. Kinetics of conversion of two dual-cured adhesive systems. *J Endod.* 2008; 34: 1115–18.
29. Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite in relation to the configuration of the restoration. *J Dent Res.* 1987; 66 (11): 1636-39.
30. Ferracane JL. Developing a more complete understanding of stresses produced in dental composites during polymerization. *Dent Mater.* 2005; 21: 36–42.
31. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidiaco MC. Bonding to root canal: Structural characteristics of the substrate. *Am J Dent.* 2000; 13 (5): 255-60.
32. Ferrari M, Vichi A, Grandini S. Efficacy of different adhesive techniques on bonding to root canal walls: an SEM investigation. *Dent Mater.* 2001; 17: 422-29.
33. Foxton RM, Nakajima M, Tagami J, Miura H. Bonding of photo and dual cure adhesives to root canal dentin. *Oper Dent.* 2003; 28 (5): 543-51.
34. Foxton RM, Nakajima M, Tagami J, Miura H. Adhesion to root canal dentine using one and two-step adhesives with dual-cure composite core materials. *J Oral Rehab.* 2005; 32: 97-105.

35. Frankenberger R, Pashley DH, Reich SM, Lohbauer U, Petschelt A, Tay FR. Characterization of resin–dentine interfaces by compressive cyclic loading *Biomater*. 2004; 26 (14): 2043–52.
36. Fratzl P. *Collagen: Structure and Mechanics*. New York: Springer; 2008.
37. Galhano GA, Melo RM, Barbosa SH, Zamboni SC, Bottino MA, Scotti R. Evaluation of light transmission through translucent and opaque posts. *Oper Dent*. 2008; 33 (3): 321-324.
38. Gaston BA, Lesley AW, Liewehr FR, Fernandes C, Pashley DH. Evaluation of regional bond strength of resin cement to endodontic surfaces. *J Endodon*. 2001; 27 (5): 321-24.
39. Gauthier M, Stangel, I, Ellis TH, Zhu XX. A new method for quantifying the intensity of the C=C band of dimethacrylate dental monomers in their FTIR and Raman spectra. *Biomater*. 2005; 26: 6440–48.
40. Giachetti L, Russo DS, Bertini F, Giuliani V. Translucent fiber post cementation using a light-curing adhesive/composite system: SEM analysis and pull-out test. *J Dent*. 2004; 32 (8): 629-34.
41. Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, Monticelli F, Raffaelli O, Cardoso PC, et al. The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. *Eur J Oral Sci*. 2004; 112: 353-361.
42. Goracci C, Fabianelli A, Sadek FT, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M. The contribution of friction to the dislocation resistance of bonded fiber posts. *J Endod*. 2005; 31 (8): 608-12.
43. Grandini S, Sapio S, Goracci C, Monticelli F, Ferrari M. A one step procedure for luting glass fibre posts: an SEM evaluation. *Int Endodon J*. 2004; 37 (10): 679-86.
44. Gregoire GL, Akon BA, Millas A. Interfacial micromorphological differences in hybrid layer formation between water- and solvent-based dentin bonding systems. *J Prosthet Dent*. 2002; 87 (6); 633-41.

45. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Endo K, Oguchi H. The extent to which resin can infiltrate dentin by acetone-based adhesives. *J Dent Res.* 2002; 81(1): 74-8.
46. Hage MS, Wong RDM, Lindemuth JS. Retention of posts luted with phosphate monomer-based composite cement in canals obturated using an eugenol sealer. *Am J Dent.* 2002; 15 (6): 378-82.
47. Hebling J, Pashley DH, Tjäderhane L, Tay FR. Chlorhexidine Arrests Subclinical Degradation of Dentin Hybrid Layers in vivo. *J Dent Res.* 2005; 84(8): 741-6.
48. Hu Y, Jiang T, Shen A, Wei L, Wang X, Hu J. A background elimination method based on wavelet transform for Raman spectra. *Chemom Intellig Lab Syst.* 2007; 85: 94–101.
49. Katz JL, Bumrerraj S, Dreyfuss J, wang Y, Spencer P. Micromechanics of the dentin/adhesive interface. *J Biomed Mater Res.* 2001; 58 (4): 366-71.
50. Kelly JR. Perspectives on strength. *Dent Mater.* 1995; 11: 103-10.
51. Kinney JH, Habelitz S, Marshall SJ, Marshall GW. The importance of intrafibrillar mineralization of collagen on the mechanical properties of dentin. *J Dent Res.* 2003; 82 (12): 957-61.
52. Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. Long-term tensile bond durability of two different 4-META containing resin cements to dentin. *Dent Mater.* 2002; 18 (3): 276-80.
53. Kurtz JS, Perdigão J, Geraldini S, Hodges JS, Bowles RW. Bond strengths of tooth-colored posts. Effect of sealer, dentin adhesive and root region. *Am J Dent.* 2003; 16 Spec Issue: 31A-36A.
54. Lertchirakarn V, Palamara JE, Messer HH. Anisotropy of tensile strength of root dentin. *J Dent Res.* 2001; 80 (2):.453-6.
55. Lopes C, Cardoso PC, Vieira LCC, Baratieri LN. Microtensile bond strength to root canal vs pulp chamber dentin: effect of bonding strategies. *J Adhes Dent.* 2004; 6 (2): 129-33.

56. Lowell LG, Berchtold KA, Elliott JE, Lu H, Bowman CN. Understanding the kinetics and network formation of dimethacrylate dental resins. *Polym Adv Technol.* 2001; 12: 335-45.
57. Lucksanasombool PA, Higgs WAJ, Higgs RJED, Swain MV. Interfacial fracture toughness between bovine cortical bone and cements. *Biomater.* 2003; 24:1159–66.
58. Melo RM, Galhano G, Barbosa SH, Valandro LF, Pavanelli CA, Bottino MA. Effect of adhesive system type and tooth region on the bond strength to dentin. *J Adhes Dent.* 2008; 10 (2): 127-33.
59. Malacarne J, Carvalho RM, Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. O. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater.* 2006; 22(10): 973-80.
60. Mannocci F, Sherriff M, Ferrari M, Watson TF. Microtensile bond strength and confocal microscopy of dental adhesives bonded to root canal dentin. *Am J Dent.* 2001; 14(4): 200-4.
61. Mannocci F, Bertelli E, Watson TF, Ford TP. Resin dentin interfaces of endodontically-treated restored teeth. *Am J Dent.* 2003; 16 (1): 28-32.
62. Mannocci F, Pileck P, Bertelli E, Watson TF. Density of dentinal tubules affects the tensile strength of root dentin. *Dent Mater.* 2004; 20: 293-96.
63. Manso AP, Marquezini L JR, Silva SM, Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM. Stability of wet versus dry bonding with different solvent-based adhesives. *Dent Mater.* 2008; 24 (4): 476-82.
64. Miguez PA, Pereira PNR, Atsawasawan P, Yamauchi M. Collagen cross-linking and ultimate tensile strength in dentin. *J Dent Res.* 2004, 83 (10): 807-10.
65. Miletic V, Santini A, Trkulja I. Quantification of monomer elution and carbon-carbon double bonds in dental adhesive systems using HPLC and micro-Raman spectroscopy. *J Dent.* 2009; 37: 177-84.

66. Mjör IA, Nordahl I. The density of dentinal tubules in human teeth. *Archs Oral Biol.* 1996; 41 (5): 401-12.
67. Mjör IA, Smith MR, Ferrari M, Mannocci F. The structure of dentine in the apical region of human teeth. *Int J Endodon.* 2001; 34 (5): 346-53.
68. Morgan LFSA, Peixoto RTRC, Albuquerque RC, Corrêa MFS, Poletto LTA, Pinotti MB. Light transmission through a translucent fiber post. *J Endod.* 2008; 34: 299–302.
69. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 1982; 16 (3): 265-73.
70. Nagas E, Cehreli ZC, Durmaz V, Vallittu PK, Lassila LV. Regional push-out bond strength and coronal microleakage of Resilon after different light-curing methods. *J Endodon.* 2007; 37 (12): 1464-68.
71. Ngoh EC, Pashley DH, Loushine RJ, Weller RN, Kimbrough WF. Effects of Eugenol on Resin Bond Strengths to Root Canal Dentin. *J Endodon.* 2001; 27 (6): 411- 14.
72. Nikaido T, Takano N, Sasafuchi Y. Bond strengths to endodontically-treated teeth. *Am J Dent.* 1999; 12 (4): 177-80.
73. Nishitani Y, Yoshiyama M, Wadgaonkar B, Breschi L, Mannello F, Mazzoni A, et al. Activation of gelanolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives. *Eur J oral Sci.* 2006; 114: 160-66.
74. Odian G. Principles of polymerization. New York: Willey Interscience; 2004.
75. Ogata M, Okuda M, Nakajima M, Pereira PNR, Sano H, Tagami J. Influence of the direction of Tubules on bond strnght to dentin. *Oper dent.* 2001; 26: 27-35.
76. Okuda M, Pereira PN, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs. microtensile bond strength. *Oper Dent.* 2002; 27 (3); 289-96.

77. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int.* 1993 Sep; 24 (9):618-31.
78. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater.* 1995; 11 (2):117-25.
79. Pashley DH, Tay FR, Yiu CK, Hashimoto, Breschi L, Carvalho R, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res.* 2004; 83: 741-6.
80. Pereira PNR, Okuda M, Sano H, Yoshikawa T, Burrow MF, Tagami J. Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. *Dent Mater.* 1999; 15: 46-53.
81. Pianelli C, Devaux S, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res.* 1999; 48: 675-81.
82. Qiang YE, Spencer P, Wang Y, Misra A. Relationship of solvent to the photopolymerization process, properties, and structure in model dentin adhesives. *J Biomed Mater Res.* 2007; 80A: 342–50.
83. Rahbar N, Yang Y, Soboyejo W. Mixed mode fracture of dental interfaces. *Mater Sci Eng A.* 2008; 488: 381-88.
84. Sadek FT, Goracci C, Monticelli F, Grandini S, Cury AH, Tay F, Ferrari M. Immediate and 24-hour evaluation of the interfacial strengths of fiber posts. *J Endod.* 2006; 32 (12): 1174-7.
85. Sanares AME, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater.* 2001; 17: 542-56.
86. Sano H, Yoshikawa T, Pereira PNR, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, et al. Long term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res.* 1999; 78 (4): 906-11.

87. Santini A, Miletic V. Quantitative micro-Raman assessment of dentine demineralization, adhesive penetration, and degree of conversion of three dentine bonding systems. *Eur J Oral Sci.* 2008; 16: 177–83.
88. Sauro S, Pashley DH, Mannocci F, Tay FR, Pilecki P, Sheriff M, et al. Micropermeability of current self-etching and etch-and-rinse adhesives bonded to deep dentine: a comparison study using a double-staining/confocal microscopy technique. *Eur J Oral Sci.* 2008; 116: 184–93.
89. Sen BH, Wesselink PR, Türkün M. The smear layer: a phenomenon in root canal therapy. *Int Endod J.* 1995; 28 (3): 141-8.
90. Serafino C; Gallina G; Cumbo E; Ferrari M. Surface debris of canal walls after post space preparation in endodontically treated teeth: A scanning electron microscopic study. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Radiol Endod.* 2004; 97: 381-87.
91. Sigemori RM, Reis AF, Giannini M, Paulillo LA. Curing depth of a resin-modified glass ionomer and two resin-based luting agents. *Oper Dent.* 2005; 30 (2):185-9.
92. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomater.* 2002; 23: 1819–29.
93. Smith E, Dent G. *Modern Raman Spectroscopy: a practical approach.* West Sussex: John Wiley and Sons Ltd; 2005.
94. Soares CJ, Santana FR, Castro CG, Santos-Filho PC, Soares PV, Qian F, Armstrong SR. Finite element analysis and bond strength of a glass post to intraradicular dentin: Comparison between microtensile and push-out tests. *Dent Mater.* 2008; 24 (10): 1405-11.
95. Spencer P, Wang Y, Walker MP, Wieliczka DM, Swafford JR. Interfacial chemistry of the dentin/adhesive bond. *J Dent Res.* 2000; 79 (7): 1458-63.

96. Spencer P, Wang Y, Walker MP, Swafford R. Molecular Structure of Acid-etched Dentin Smear Layers-in situ Study. *J Dent Res.* 2001; 80 (9): 1802-07.
97. Spencer P, Wang Y. Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. *J Biomed Mater Res.* 2002; 62 (3): 447-56.
98. Spencer P, Wang Y, Bohaty B. Interfacial chemistry of moisture-aged class II composite restorations. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; 77 (2): 234-40.
99. Suh BI, Feng L, Pashley DH, Tay FR. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. *J Adhes Dent.* 2003, 5 (4): 267-82.
100. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. *J Dent.* 1998; 26 (2): 147-56.
101. Tay FR, Syh BI, Pashley DH, Prati C, Chuang S, Li F. Factors contributing to the incompatibility between simplified –step adhesives and self-cured or dual cured composites. Part II. Single bottle, total etch adhesive. *J Adhes Dent.* 2003; 5 (2): 91-105.
102. Tay FR, Loushine RJ, Lambrechts P, Weller RN, Pashley DH. Geometric factors affecting dentin bonding in root canals: a theoretical modeling approach. *J Endodon.* 2005; 31 (8): 584-89.
103. Tjaderhane L, Larjava H, Sorsa T, Uitto VJ, Larmas M, Salot. The activation and function of host matrix metalloproteinase in dentin matrix during breakdown in carious lesions. *J Dent Res.* 1998; 77: 1622-29.
104. Valandro LF, Baldissara P, Galhano GA, Melo RM, Mallmann A, Scottl R, et al. Effect of mechanical cycling on the push-out bond strength of

- fiber posts adhesively bonded to human root dentin. *Oper Dent.* 2007; 32 (6): 579-88.
105. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomater.* 2007; 28 (26): 3757-85.
106. Van Meerbeek B, Yoshida Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G, et al. Hybridization Effectiveness of a two-step versus a three-step smear layer removing adhesive system examined correlatively by TEM and AFM. *J Adhes Dent.* 1999; 1 (1): 7-23.
107. Grandini S, Davidson CL, Ferrari M. A SEM evaluation of several adhesive systems used for bonding fiber posts under clinical conditions. *Dent Mater.* 2002; 18: 498-502.
108. Yoshiyama M, Carvalho RM, Sano H, Horner JA, Brewer PD, Pashley DH. Regional bond strengths of resins to human root dentine. *J Dent.* 1996; 24 (6): 435-42.
109. Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley DH. Regional bond strengths of self-etching/self-priming adhesive systems. *J Dent.* 1998; 26 (5): 609-16.
110. Yoldas O, Alaçam T. Microhardness of Composites in Simulated Root Canals Cured with Light Transmitting Posts and Glass-Fiber. *J Endodon.* 2005; 31 (2): 104-6.
111. Walker MP, Wang Y, Spencer P. Morphological and chemical characterization of the dentin /resin cement interface produced with a self-etching primer. *J Adhes Dent.* 2002; 4: 181-9.
112. Wang Y, Spencer P. Quantifying adhesive penetration in adhesive/dentin interface using confocal Raman Microspectroscopy. *J Biomed Mater Res.* 2002; 59: 46–55.

113. Wang Y, Spencer P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding. *J Dent Res.* 2003; 82 (2): 141-52.
114. Wang Y, Spencer P. Physiochemical interactions at the interfaces between self-etch adhesive systems and dentine. *J Dent.* 2004; 32 (7): 567-79.
115. Wang Y, Spencer P, Hager C, Bohaty, B. Comparison of interfacial characteristics of adhesive bonding to superficial versus deep dentine using SEM and staining techniques. *J Dent.* 2005. 34 (1): 26-34.
116. Wang Y, Spencer P. Interfacial chemistry of class II composite restoration: structure analysis. *J Biomed Mater Res A.* 2005; 75 (3): 580-87.
117. Wang Y, Spencer P, Yao X. Micro-Raman imaging analysis of monomer/mineral distribution in intertubular region of adhesive/dentin interfaces. *J Biomed Opt.* 2006; 11 (2): 024005.
118. Wang YP, Wang P, Spencer P. Fuzzy Clustering of Raman Spectral Imaging Data with a Wavelet-Based Noise-Reduction Approach. *Appl Spectrosc.* 2006; 60 (7): 826-32.
119. Wakefield CW, Draughn RA, Sneed WD, Davis TN. Shear bond strengths of six bonding systems using push-out method of in vitro testing. *Oper Dent.* 1998; 23: 69-76.
120. Wolanek GA, Loushine RJ, Weller RN, Kimbrough WF, Volkmann KR. In vitro bacterial penetration of endodontically treated teeth coronally sealed with a dentin bonding agent. *J Endod.* 2001; 27 (5): 354-77.
121. Zicari F, Couthino E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater.* 2008; 24 (2): 967-977.
122. Zhou J, Huang M, Sagnang F, Soboyejo WO. Interfacial failure of a dental cement composite bonded to glass substrates. *Dent Mater.* 2006; 22 (6): 585-91.

APÊNDICE A - Resultado do teste T de Student de amostras pareadas para o grau de conversão do cimento nas diferentes regiões

Paired T-Test and CI: CORONAL, CERVICAL

Paired T for CORONAL - CERVICAL

	N	Mean	StDev	SE Mean
CORONAL	40	0.629547	0.175299	0.027717
CERVICAL	40	0.502712	0.210272	0.033247
Difference	40	0.126836	0.223105	0.035276

95% CI for mean difference: (0.055483, 0.198188)
T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 3.60
P-Value = 0.0010 < 0.017 difere

Paired T-Test and CI: CORONAL, MIDDLE

Paired T for CORONAL - MIDDLE

	N	Mean	StDev	SE Mean
CORONAL	40	0.629547	0.175299	0.027717
MIDDLE	40	0.368312	0.236963	0.037467
Difference	40	0.261236	0.231112	0.036542

95% CI for mean difference: (0.187323, 0.335149)
T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 7.15
P-Value = 0.0001 < 0.017 difere

Paired T-Test and CI: CERVICAL, MIDDLE

Paired T for CERVICAL - MIDDLE

	N	Mean	StDev	SE Mean
CERVICAL	40	0.502712	0.210272	0.033247
MIDDLE	40	0.368312	0.236963	0.037467
Difference	40	0.134400	0.229289	0.036254

95% CI for mean difference: (0.061070, 0.207730)
T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = 3.71
P-Value = 0.0010 < 0.017

As 3 regiões diferem ente si quanto ao GC(%) $5\%/3 = 0.05/3 = 0.017$
correção de Bonferroni

ANEXO A – Certificado de aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa.

 <p>UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS CAMPOS FACULDADE DE ODONTOLOGIA Av. Eng. Dornelles Leal, 771 - St. Dornelles - CEP 13201-870 - F. (13) 347-4000 - FAX (13) 347-0009</p>	<p>Comitê de Ética em Pesquisa Envolvendo Seres Humanos</p> <p>São José dos Campos, 16 de fevereiro de 2009</p>	<p>Ofício nº 01/09-CEP</p>	<p>Prezado(a) Sr.(a) RENATA MARQUES DE MELO MARINHO</p>		
<p>Projeto</p>	<p>Influência de sistemas adesivos na união a dentina do canal radicular e pino de fibra: análise da resistência adesiva e do grau de conversão do cimento resinoso dual</p>	<p>PARECER</p>	<p>Por solicitação da Pesquisadora, foi alterado o título do Projeto acima mencionado, passando a denominar-se "Influência de sistemas adesivos e da região do dente na durabilidade de união a dentina e pino de fibra". Convalidando dessa forma o Protocolo nº 039/2006-PH/CEP de 13/06/2006.</p>		
<p>Atenciosamente,</p>	<p> Prof.a Adjunta JANETE DIAS ALMEIDA Coordenadora</p>	<p> UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS CAMPOS FACULDADE DE ODONTOLOGIA Av. Eng. Dornelles Leal, 771 - St. Dornelles - CEP 13201-870 - F. (13) 347-4000 - FAX (13) 347-0009</p>	<p>CERTIFICADO Comitê de Ética em Pesquisa-Local</p>	<p>CERTIFICAMOS, que o protocolo nº 039/2006-PH/CEP, sobre "Influência de sistemas adesivos na união a dentina do canal radicular e pino de fibra: análise da resistência adesiva, da espessura da camada híbrida e do grau de conversão do cimento resinoso dual", sob a responsabilidade de RENATA MARQUES DE MELO, está de acordo com os Princípios Éticos, seguindo diretrizes e normas regulamentadoras de pesquisa, envolvendo seres humanos, conforme Resolução nº 196/96 do Conselho Nacional de Saúde e foi aprovado por este Comitê de Ética em Pesquisa.</p>	<p>São José dos Campos, 13 de junho de 2005,</p> <p> Prof.a. Dra. Sueli Carvalho Mutti Naressi Coordenadora do Comitê de Ética em Pesquisa-Local</p>

ANEXO B – Declaração do comitê de ética em pesquisa da UNITAU sobre
doação de dentes.



Universidade de Taubaté
Autarquia Municipal de Regime Especial
Reconhecida pelo Dec. Fed. Nº 78.924/76
Recredenciada pelo CEE/SP
CNPJ 45.176.153/0001-22

Reitoria
Rua 4 de Março, 432 - Centro - Taubaté-SP - 12020-270
tel.: (12) 225-4100 fax: (12) 232-7660 www.unitau.br reitoria@unitau.br

Departamento de Odontologia
Rua Expedicionário Ernesto Pereira, 110 - Centro - CEP: 12020-030
Taubaté - SP

Departamento de Odontologia

Banco de Dentes Humanos

Declaração ao comitê de ética em pesquisa

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

Sendo assim, após a aprovação do CEP, nossa contribuição consistirá no oferecimento de 67 dentes unirradiculares

(número e grupo de dentes)

para a execução do trabalho de pesquisa intitulado Avaliação da união de interfaces adesivas dento-implantes em dentes de fibra. Efeitos, tipos de sistemas adesivos de união do canal radicular e do grau de conversão do denturo resinoso

ser realizado por Renata Marques de Melo Marinho

(autor(es))

e orientado por Prof. Dr. Mauro Antonio Bottino



Taubaté, 19 de julho de 2007

Prof.ª Dr.ª Sandra M. Habitantz
Responsável pelo Banco de Dentes
UNITAU

Melo, RM. *Effects of bonding agents and tooth region on the bonding durability between dentin and fiber post [thesis].* São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP – São Paulo State University; 2009.

ABSTRACT

This study evaluated the performance of two etch-and-rinse (All-Bond 2 and One-step Plus-Bisco) and two self-etch adhesive systems (Clearfil SE Bond- Kuraray and Xeno III-Dentsply) concerning their bonding durability to coronal and root canal dentin, infiltration onto dentin and influence on the degree of cure of a dual-cure cement. It was also determined the interfacial fracture toughness of the post/cement/dentin interface formed with All-Bond 2. The root canals of 80 human incisors and canines were instrumented and prepared with burs (FRC Postec System, Ivoclar). Dentin was treated with one of the four adhesives and FRC Postec posts (Ivoclar) were cemented to the root canal with Duo-link dual-cure resin cement (Bisco). Eight groups were formed according to the adhesive system employed and the aging time in water (7 or 4 m). Six transverse sections (~1.0 mm) were cut from 4 mm above the CEJ up to 4 mm short of the root canal apex, comprising coronal and root canal dentin. Three out of the six sections were submitted to push-out testing in an Instron machine (1 mm/min, 50 Kgf). The degree of conversion of the cement and the infiltration of the adhesive were evaluated in the remaining sections through Raman μ -Spectroscopy. The fracture toughness specimens were made out of two half disks of fiber-reinforced composite (post) cemented to dentin pieces, forming the Brazil nut specimen. The analysis obtained with the 3-way Anova of repeated measures test ($p < 0.05$) showed that only the "region" had statistically significant effects on the bond strengths (MPa). Comparison of the means achieved in each region (Tukey, $p < 0.05$) revealed that the coronal portion (4.20 MPa) was higher than the cervical (3.45 MPa) and middle portions (3.26 MPa) of the root, which were not statistically different. The interfacial fracture toughness was higher for the cement-dentin interface than for the cement-post interface. The penetration of the bonding agent into dentin was higher for the etch-and-rinse systems and decreased towards the middle region. As for the degree of conversion (%), All-Bond 2 after 4 m (72%) was significantly higher than Xeno III after 7 d (26%) (Tukey, 5%). No significant correlation was found between the degree of conversion and the bond strength. The bond strength, the degree of conversion of the cement and the hybrid layer quality were superior in the coronal dentin. The fracture toughness obtained with bonding agent All-Bond 2 was higher for the cement/dentin interface. The degree of conversion of the cement was also dependent on the bonding agent and the time for analysis.

Key-words: Bonding agents; Dentin bond strength. Root dentin canal. Degree of conversion.