

PATRÍCIA RONDON PLEFFKEN DA SILVA

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA INTERFACE
ADESIVA CRIADA POR SISTEMAS ADESIVOS CONVENCIONAL E
AUTOCONDICIONANTE, ASSOCIADOS OU NÃO AO LASER ND:YAG,
UTILIZANDO A TÉCNICA DA NANOINDENTAÇÃO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia, Campus de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos para a obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Área de Dentística.

Orientador: Prof. Adj. Sérgio Eduardo de Paiva Gonçalves

São José dos Campos
2010

BANCA EXAMINADORA

Prof. Adj. Sérgio Eduardo de Paiva Gonçalves (Orientador)

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Estadual Paulista - UNESP

Prof. Dra. Alessandra Bühler Borges

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Estadual Paulista - UNESP

Prof. Dra. Andrea Anido Anido

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Bandeirantes de São Paulo - UNIBAN

São José dos Campos, 05 de junho de 2010.

Uma noite eu tive um sonho...

*Sonhei que estava andando na praia com o Senhor,
e no céu, passavam cenas de minha vida.
Para cada cena que passava, percebi pegadas na areia;
Uma era minha e a outra do Senhor.
Quando a última cena de minha vida passou diante de nós,
olhei para as pegadas na areia,
Notei que muitas vezes no caminho da minha vida
havia apenas um par de pegadas na areia.
Notei também que isso aconteceu nos momentos mais difíceis
da minha vida.
Isso aborreceu-me deveras e perguntei então ao Senhor:*

*-Senhor, Tu me disseste que, uma vez que eu resolvi Te seguir, Tu
andarias sempre comigo, todo o caminho,*

*Mas notei que nos momentos das maiores atribulações do meu viver
havia na areia dos caminhos da vida, apenas um par de pegadas.*

*- Não compreendo... Porque nas horas em que eu mais necessitava Tu
me deixastes?*

O Senhor respondeu :

*- Meu precioso filho, Eu te amo e jamais te deixaria nas horas da tua
prova e do teu sofrimento. Quando viste na areia apenas um par de
pegadas,
foi exatamente aí que*

EU TE CARREGUEI EM MEUS BRAÇOS!

DEDICATÓRIA

A Deus pelo dom da vida e pela salvação em Jesus Cristo, por ser meu refúgio em momentos difíceis, por seu eterno amor por mim e por colocar pessoas maravilhosas no meu caminho.

Ao meu marido André, que sempre me deu força em momentos que estive desanimada. Obrigada pela paciência, amizade e amor. Você torna os meus dias muito melhores. Agradeço a Deus por você estar ao meu lado. Te amo!

Aos meus pais Edsel e Silvia, que são exemplos de amor e referência de vida. Pessoas que amo muito, a vocês todo meu respeito e gratidão.

Aos meus irmãos, Daniel, Cristiane e Talita por todo carinho e companheirismo, vocês são presente de Deus em minha vida.

Aos meus avôs, Edison e Maria que sempre me apoiaram e acreditaram nos meus sonhos, vibrando comigo em cada conquista. Muito obrigada por todos os mimos e carinho.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador, Prof. Adj. Sérgio Eduardo de Paiva Gonçalves, pessoa que aprendi a respeitar e admirar pela sua competência indiscutível. Obrigada pela confiança, oportunidades e ensinamentos transmitidos durante a realização deste trabalho.

As amigas do Curso de Pós-Graduação em Dentística Daphne, Graziela e Melissa, pelo incentivo constante, amizade e companheirismo!

A minha amiga e irmã, Polyana, pela amizade e pela imprescindível colaboração durante a fase experimental. Obrigada pelo carinho e amizade!

As minhas amigas dentistas Alessandra, Janaína e Luciana, pelo carinho e ajuda, principalmente no início da minha vida profissional.

Aos amigos Pr. Gilberto e Maríglaucci, um exemplo de casal, que nunca deixaram de orar por mim. Obrigada por fazerem parte da minha história.

A minha grande amiga Ana Paula, que apesar de seguirmos caminhos tão diferentes, mesmo a distância você não deixou de fazer parte de minha vida.

A toda a minha família, que sempre torceu por mim, me incentivou e vibrou a cada vitória!

AGRADECIMENTOS

A Faculdade de Odontologia de São José dos Campos-Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, na pessoa do diretor José Roberto Rodrigues.

Ao programa de Pós-Graduação em odontologia Restauradora, coordenado pelo Prof. Adj. Clóvis Paganí.

Aos professores Prof. Assist. Dr. Carlos Rocha Gomes Torres, Prof. Assist. Dr^{ra}. Maria Filomena R. Lima Huhtala, Prof. Assist. Dr^{ra} Alessandra Bühler Borges, Prof. Assist. Dr. César Rogério Pucci pela amizade, pelos conhecimentos transmitidos e incentivos.

Ao Prof. Ivan Balducci, pela realização da análise estatística.

As funcionárias do Laboratório Fernanda Maria de Brito Cunha e Josiana Maria Alves Carneiro e a secretária Rosângela da Silva de Melo, pelo auxílio e colaboração em todas as partes deste estudo.

As secretárias da Pós-graduação pelas informações e atenção prestada.

Ao laboratório de propriedades nanomecânicas da Universidade Federal do Paraná, representado pelo Prof. Dr. Carlos Maurício Lepienski, que realizou as nanoindentações.

A CAPES pela concessão da bolsa de estudo, que me deu a oportunidade para a realização deste curso de pós-graduação.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste estudo, que Deus abençoe a vida de cada um de vocês.

*“Todas as coisas contribuem juntamente para o bem
daqueles que amam a Deus, daqueles que são chamados
segundo o seu propósito”*

Romanos 8:28

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	11
LISTA DE QUADROS E TABELAS.....	14
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	16
RESUMO.....	18
1 INTRODUÇÃO.....	19
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	25
2.1 Hibridização.....	25
2.2 Laser.....	52
2.3 Nanoindentação.....	75
3 PROPOSIÇÃO.....	94
4 MATERIAL E MÉTODO.....	95
4.1 Materiais empregados.....	95
4.2 Preparo das amostras.....	97
4.3 Divisão dos grupos.....	100
4.4 Nanoindentação.....	102
4.4.1 Dureza.....	103
4.4.2 Módulo de Elasticidade.....	104
4.4.3 Aplicação da técnica da nanoindentação.....	105
4.4.4 O método Oliver-Pharr.....	108
4.6 Análise estatística.....	111
5 RESULTADOS.....	112
5.1 Parte I - Dureza.....	112

5.2 Parte II - Módulo de elasticidade.....	118
5.3 Dureza e Módulo de elasticidade da Dentina e Resina Composta.....	123
6 DISCUSSÃO.....	125
6.1 Da metodologia.....	125
6.2 Dos Resultados.....	132
6.2.1 Dureza.....	133
6.2.2 Módulo de elasticidade.....	135
7 CONCLUSÃO.....	139
8 REFERÊNCIAS.....	141
ANEXO.....	157
ABSTRACT.....	158

LISTA DE FIGURAS

Figura 1-	A) Sistema adesivo Adper Single Bond.....	96
	B) Sistema adesivo Clearfil SE Bond.....	96
	C) Resina composta Filtek Z350, cor A2.....	96
Figura 2-	A) Terceiro molar hígido.....	100
	B) Dente embutido em resina acrílica por sua raiz.....	100
	C) Desgaste oclusal dos dentes em recortador de gesso.....	100
	D) Terceiro molar com a raiz seccionada.....	100
Figura 3-	A) Cavidade na superfície oclusal do dente.....	100
	B) Medição da espessura da dentina remanescente.....	100
	C) Selamento das hemi-coroas com cera utilidade para posteriormente embutimento em resina acrílica.....	100
	D) Secção da coroa do dente em duas hemi-coroas com disco diamantado em Labcut.....	100
Figura 4-	Representação da distribuição das amostras de acordo com o Grupo.....	102
Figura 5-	A) Laser Nd:YAG.....	103
	B) Preparo das amostras: Amostra restaurada.....	103
Figura 6-	Nanoindentador Nano Indenter® XP.....	104
Figura 7-	Curva típica de tensão versus deformação.....	106

Figura 8-	A) Impressão da indentação.....	106
	B) B) Indentador Berkovich.....	106
Figura 9-	Pontos de medição para nanoindentação.....	107
Figura 10-	Representação esquemática da curva de carregamento e descarregamento.....	108
Figura 11-	Perfil da superfície durante o carregamento máximo e após a retirada da carga, num teste de indentação instrumentada.....	110
Figura 12-	Gráfico de colunas (MÉDIA±DP) dos valores de dureza.....	115
Figura 13-	Gráfico de médias dos valores de dureza obtidos, segundo as condições experimentais estabelecidas pelas três variáveis: Adesivo, Laser e Camada.....	117
Figura 14-	Gráfico de colunas (média± desvio-padrão) dos valores de módulo de elasticidade.....	121
Figura 15 -	Gráfico de médias dos valores do módulo de elasticidade obtidos, segundo as condições experimentais estabelecidas pelas três variáveis: Adesivo, Laser e Camada.....	

Figura 16-	Gráfico dos valores médios do módulo de elasticidade considerando separadamente a região (camada).....	123
Figura 17-	A) Fotomicrografia por MO das nanoindentações realizadas na interface adesiva. Magnificação de 100x.....	125

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1- Materiais utilizados e respectivos fabricantes, composição e modo de aplicação.....	97
Tabela 1- Medidas de dureza de sistema adesivo convencional, em GPa.....	113
Tabela 2- Medidas de dureza de sistema adesivo autocondicionante.....	114
Tabela 3- Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de dureza (GPa) obtidos nas indentações em oito condições experimentais.....	116
Tabela 4- ANOVA para os dados de dureza obtidos.....	114
Tabela 5- Teste de Tukey para as oito condições experimentais..	118
Tabela 6- Medidas do módulo de elasticidade de sistema adesivo Convencional, em GPa.....	119
Tabela 7- Medidas do módulo de elasticidade de sistema adesivo autocondicionante GPa.....	119
Tabela 8- Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de módulo de elasticidade (GPa) obtidos nas indentações em oito condições experimentais.....	120

Tabela 9-	Anova para os dados de dureza obtidos.....	121
Tabela 10-	Resultados do teste de Tukey para camada adesiva....	122
Tabela 11-	Resultados do teste de Tukey para camada híbrida.....	123
Tabela 12-	Resultados do teste t-Student para o grupo SB com ausência do laser- camada adesiva; camada híbrida....	123
Tabela 13-	Resultados do teste t-Student para o grupo SB com presença do laser- camada adesiva; camada híbrida...	124
Tabela 14-	Resultados do teste t-Student para o grupo Clearfil com ausência do laser- camada adesiva; camada híbrida.....	124
Tabela 15-	Resultados do teste t-Student para o grupo Clearfil com presença do laser- camada adesiva; camada híbrida.....	124
Tabela 16-	Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados da dureza e de módulo de elasticidade (GPa) obtidos nas indentações da Resina Composta e Dentina.....	125

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

°C = grau Celsius

μ = micro (10^{-6})

μm = micrometro

η = nano (10^{-9})

4-META = 4-metacriloxietil trimelitato anidrido

ANOVA = análise de variância

Ca = cálcio

CO₂ = dióxido de carbono

Er:YAG = laser de érbio:ítrio-alumínio-granada

FTIR = microespectroscopia de infravermelho por transmissão transformada de Fourier

GPa = giga Pascal

h = hora

HEMA = hidroxí etil metacrilato

J/cm² = joule por centímetro quadrado

K = quilo (10^3)

Kg = quilograma

Kgf /cm² = quilograma força por centímetro quadrado

KV = quilo volt

LASER = light amplification by stimulated emission of radiation

m = mili (10^{-3})

M = mega (10^6)

MET = microscopia eletrônica de transmissão

MEV = microscopia eletrônica de varredura

min = minuto

mJ = milijoule

mm = milímetro

mm² = milímetro quadrado

MMA/TBB = metil metacrilato/tri-n-nbutil burano

MPa = mega Pascal

N = newton

N = normal

NaOCl = hipoclorito de sódio

Nd:YAG = laser de neodímio: ítrio-alumínio-granada

nm = nanômetro

NPG-GMA=

ps = picossegundos

qBEI = imagem quantitativas de elétrons retroespalhados

rpm = rotações por minuto

SAXS = espalhamento de raios X a baixo ângulo

s = segundo

Da Silva PRP. Estudo das propriedades mecânicas da interface adesiva criada por sistemas adesivos convencional e autocondicionante, associados ou não ao laser Nd:YAG, utilizando a técnica da nanoindentação. [Dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2010.

RESUMO

O objetivo desta pesquisa foi avaliar a influência do laser Nd:YAG nas propriedades mecânicas (dureza e módulo de elasticidade) da interface adesiva, utilizando a técnica da nanoindentação, empregando-se sistema adesivo convencional Adper Single Bond 2 – 3M ESPE (SB) ou autocondicionante Clearfil SE Bond – Kuraray (CSE). Doze terceiros molares humanos tiveram suas superfícies oclusais desgastadas até a exposição da dentina superficial. Uma cavidade circular padronizada com fresa 3053 foi realizada na superfície oclusal proporcionando 2 mm de dentina remanescente. Os espécimes foram embutidos em resina acrílica, e seccionados no sentido méso-distal, sendo as 24 hemi-coroas obtidas divididas em quatro grupos: Grupo controle (SBC) - aplicação do sistema SB de acordo com as recomendações do fabricante; Grupo laser (SBL) - aplicação do sistema adesivo SB e tratamento com laser Nd:YAG (140mJ/cm²/60s/não contato); Grupo controle (CSEC) - aplicação do sistema adesivo autocondicionante CSE de acordo com as recomendações do fabricante; Grupo laser (CSEL)- aplicação do sistema adesivo autocondicionante CSE e tratamento com laser Nd:YAG (140mJ/cm²/60s/não contato). Após a polimerização dos sistemas adesivos, foram aplicados dois incrementos da resina composta Filtek Z 350 (3M ESPE). Os corpos-de-prova foram imersos em água destilada e armazenados por 24h em estufa 37°C e submetidos à nanoindentação em aparelho Nano Indenter® XP (MTS®, MN, EUA).. Os resultados foram submetidos aos testes estatísticos de Análise de Variância (ANOVA), Tukey e t-Student ($p < 0,05$). Concluiu-se que a aplicação do laser Nd:YAG em ambos os sistemas adesivos não alterou o nível de dureza da interface adesiva, no entanto alterou o módulo de elasticidade.

Palavras-chave: Nanodureza. Laser Nd:YAG. Camada Híbrida.

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, muitas pesquisas foram desenvolvidas concernentes à união de materiais restauradores nas estruturas dentárias. As primeiras tentativas para se obter retenção se davam à custa de cavidades que possuíam retenções mecânicas (Purk et al., 1990; Cooley; Barkmeier 1992; Mandras et al., 1993), o que causava remoção desnecessária de tecido saudável.

Um grande avanço no desenvolvimento da adesão direta do material restaurador ao dente, com mínimo de remoção de tecidos, ocorreu com a descoberta de Buonocore (1955), que verificou que o condicionamento ácido aplicado sobre a superfície do esmalte dental, aumentava a união entre o dente e a restauração.

Segundo Nakabayashi (1982), o estabelecimento da adesão ao substrato dentinário ocorre por meio da hibridização. A camada híbrida é resultante da infiltração do sistema adesivo entre as fibras colágenas da dentina que foram expostas após o condicionamento ácido e remoção da *smear layer* (Eick et al., 1970; Nakabayashi et al., 1991; Nakabayashi et al., 1992; Van Meerbeek et al., 1992; Pashley et al., 1994). A camada híbrida é considerada como o principal mecanismo de retenção dos sistemas adesivos atuais (Eick et al., 1993; Pashley; Carvalho, 1997).

Com o desenvolvimento das pesquisas, a técnica adesiva ao esmalte mostrou-se segura e confiável. Entretanto, a união ao tecido dentinário ainda é considerada um procedimento complexo, devido à composição heterogênea que este tecido apresenta. Sua estrutura é constituída de matriz peritubular e intertubular com diferente teor de mineralização, e relação direta com a polpa, o que pode ocasionar

sensibilidade pós-operatória. Enquanto o esmalte é um tecido altamente mineralizado, a dentina apresenta elevado teor de componentes orgânicos, água e oxigênio, o que lhe confere características de umidade superficial. Essas características podem prejudicar direta ou indiretamente a resistência adesiva (Pashley, 1991).

Para diminuir falhas que pudessem ocorrer durante a técnica adesiva foram introduzidos no mercado sistemas mais hidrofílicos, com maior afinidade pela água. Isso favoreceu a penetrabilidade desse material, principalmente na dentina, e conseqüentemente a resistência adesiva (Gwinnet; Kanca, 1992; Pashley et al., 1992).

Outra necessidade clínica dos sistemas adesivos era a aplicação mais rápida e menos sensível à técnica. Com isso os fabricantes criaram sistemas adesivos de frasco único, que unem *primer* e adesivo, porém mantendo o condicionamento ácido prévio (Eick et al., 1993).

A camada híbrida deveria constituir-se em uma barreira eficaz contra a penetração bacteriana e de fluidos. No entanto, estudos afirmam que em diversas situações ela pode se apresentar porosa e permeável, prejudicando a longevidade da restauração, a exemplo de quando os monômeros resinosos não penetram totalmente na matriz demineralizada, levando a formação de uma zona de fragilidade pela hidrólise do colágeno não protegido (Pashley et al., 1991; Sano et al., 1995).

Na tentativa de minimizar tais inconvenientes, foram introduzidos no mercado sistemas adesivos autocondicionantes, que se baseiam na incorporação da *smear layer* (Watanabe et al., 1994). Estes sistemas facilitam a técnica adesiva, pois reduzem o número de passos e, portanto, diminuem falhas que podem ocorrer nas etapas de condicionamento, lavagem e secagem da dentina, como observado nos adesivos convencionais, resultando também na simplificação dos procedimentos clínicos e economia de tempo (Oliveira et al., 2003;

Bouillaguet, 2001). Esses sistemas contêm monômeros resinosos ácidos que desmineralizam a *smear layer*, e se difundem através dela e da dentina subjacente em pouca profundidade, resultando geralmente na obtenção de uma delgada camada híbrida com forte adesão à dentina, agora chamada de camada de integração (Ogata et al., 2001; Nakabayashi et al., 1996). Os monômeros que promovem o condicionamento são também responsáveis pela adesão, ou seja, a desmineralização e a infiltração destes monômeros pela camada de *smear layer* e dentina ocorrem simultaneamente, evitando áreas de colágeno desprotegido pela incompleta impregnação da área condicionada (Fitchie et al., 1993). No entanto, a qualidade da adesão produzida por esse método pode sofrer variações de acordo com as características da *smear layer* que serve de substrato na formação da camada de integração, tais como densidade e espessura (Nakabayashi et al., 1992; Koibuchi et al., 2001).

Qualidade e uniformidade da camada híbrida, com boas propriedades mecânicas, são fatores importantes para se obter adesão e estabilidade favoráveis. Com isso, alternativas tem sido estudadas para melhorar o padrão de adesão. Entre elas está a utilização de várias formas de energia laser, tais como o laser de CO₂ e Nd:YAG para tratamento dos tecidos dentais (Cooper et al., 1988; White et al., 1993; Gonçalves et al., 1997).

As primeiras aplicações destes lasers foram realizadas previamente à aplicação do sistema adesivo, o que na grande maioria das vezes resultou em redução da resistência adesiva quando comparados com cavidades não irradiadas, pois os lasers possuem a propriedade de causar desnaturação dos componentes orgânicos da dentina pela geração de calor, apesar de seu resfriamento, além de fusão e recristalização do conteúdo inorgânico (Cooper et al., 1988; Hesse et al., 1990; Myers et al., 1990; Oho et al., 1990; White et al., 1993; Gonçalves et al., 1997; Dederich et al., 1984).

Estas observações da morfologia após irradiação com laser Nd:YAG levaram Gonçalves (1997; 1999) a acreditar que a aplicação do laser Nd:YAG sobre a dentina já condicionada pelo ácido fosfórico e impregnada de adesivo, proporcionava a fusão e recristalização da hidroxiapatita dentinária em presença de monômeros resinosos, resultando num substrato mais resistente e com maior afinidade química ao processo de adesão. Os resultados obtidos pelo autor mostraram significativo aumento da resistência adesiva e comprovaram a recristalização da dentina. Baseado nestas alterações que o laser proporciona à dentina, há a hipótese de haver correlação entre a propriedade mecânica da camada híbrida e o tratamento da dentina com laser Nd:YAG.

Kemp-Sholte e Davidson (1990) sugeriram a formação de uma “parede cavitária elástica”, de modo a reduzir os efeitos adversos da contração de polimerização dos compósitos restauradores e tensão mastigatória que causam “falha” marginal. Os autores acreditam que a técnica restauradora que associa materiais forradores elásticos e compósitos rígidos parece ser uma alternativa para a redução de estresse na interface dente/ compósito.

Porém a própria camada híbrida já apresenta características de elasticidade e funciona como uma estrutura de absorção de tensões. Entretanto, esta flexibilidade é limitada, desempenhando parcialmente a função de minimizar as tensões geradas pela contração de polimerização dos compósitos restauradores (Van Meerbeek et al., 1993; Swift et al., 1996). Com isso, houve um crescente interesse na formação de interface adesiva com certo grau de elasticidade e rigidez, o suficiente para compensar a alteração dimensional causada pela redução volumétrica do compósito e também auxiliar na absorção das tensões provenientes do carregamento oclusal, melhorando assim a qualidade da interface adesiva.

O conhecimento das propriedades elástica e plástica da interface de união, formada pela aplicação do laser Nd:YAG é difícil, pois esta região possui dimensões muito pequenas. Atualmente as pesquisas buscam na nanociência, e mais especificamente na nanotecnologia, o conhecimento para alcançar este objetivo.

A compreensão das propriedades mecânicas de regiões de tamanho em escala nanométrica (nanoescala), pode abrir novos horizontes de informações e proporcionar o reconhecimento de propriedades diferentes daquelas obtidas em escala macroscópica. Isso tem revolucionado a ciência e a tecnologia. O conhecimento e o entendimento da nanotecnologia estão compreendidos entre 0,1 e 100 nm (Wilson et al., 2002). Com esta faixa dimensional, a ciência moderna pode determinar as propriedades da matéria exercendo controle sobre ela. O grande desafio atualmente é formar conhecimentos que auxiliem a compreensão e a manipulação de nanoestruturas.

A análise da nanodureza e módulo de elasticidade são realizados através da técnica da nanoindentação. É uma técnica seletiva e não destrutiva que fornece dados de materiais rígidos. Apesar da ampla utilização deste teste na física e engenharia, o seu uso na odontologia é muito recente.

O teste consiste em ensaiar amostras utilizando penetradores de geometria conhecida sob condições controladas de carga, tempo e profundidade de penetração. A geração automática de curvas, força versus profundidade de penetração, permite o acesso a diferentes propriedades mecânicas do material que está sendo pesquisado. A análise dos dados obtidos no teste de nanoindentação mais utilizado é o de Oliver e Pharr (1992), que resulta em dois parâmetros, módulo de elasticidade (E) e dureza (D).

O equipamento utilizado para este teste possui alta resolução de medidas de carga (micro-Newtons) e deslocamento (nanômetros). Diferentemente dos testes convencionais de microdureza,

muitas das informações quantitativas são obtidas dos dados de carga-deslocamento, ao invés de observações visuais da impressão causada na amostra pelo penetrador (Van Meerbeek , 1993; Akimoto, 2001; Schulze, 2005).

A possibilidade de utilização da nanoidentação muito estimulou a realização desse estudo, pela análise da propriedade mecânica da interface adesiva, camada híbrida e camada adesiva, formada após a irradiação da dentina humana com laser Nd:YAG na presença de sistema adesivo, visando elucidar as características responsáveis pelo aumento da resistência desta camada com esta técnica.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Para facilitar a compreensão do leitor, a revisão da literatura foi dividida em três tópicos principais: Hibridização; Laser; e Nanoidentação.

2.1 Hibridização

Em 1955, Buonocore deu um grande impulso para o estabelecimento da era adesiva na Odontologia, quando apresentou um estudo sobre o tratamento do esmalte dental com ácido fosfórico a 85% por 30s, com o objetivo de criar microporosidades que permitissem a infiltração e adesão mecânica de resina acrílica ao esmalte. O autor verificou que a retenção adesiva nesse substrato melhorou significativamente.

Buonocore et al. (1956), relataram propriedades de uma resina capaz de unir-se à superfície da dentina humana. Neste estudo foram utilizados dentes humanos incluídos em resina acrílica e desgastados até a obtenção de uma área plana, que foi delimitada por meio de papel alumínio com perfuração padronizada. Após condicionamento ácido clorídrico a 7%, por, 1 minuto e aplicação de adesivo, a área recebeu uma camada de resina com aproximadamente 1,0 a 1,9 mm de espessura. Após a imersão em água esta união mostrou boa resistência. Os valores de união foram de 28 kg/cm², inicialmente, e após imersão em água por três meses reduziram-se para 15 kg/cm² nas superfícies sem tratamento. A força de união para superfícies tratadas

com ácido clorídrico a 7%, inicialmente, foi de 53 kg/cm². Após imersão em água por cinco meses houve uma diminuição para 28 kg/cm². Os autores concluíram que a boa resistência ocorria em decorrência da combinação química entre componentes da resina adesiva e a matéria orgânica da dentina.

Em busca de uma melhor resistência adesiva, Bowen (1965), verificou materiais restauradores sobre esmalte, dentina, utilizando NPG-GMA. Os resultados mostraram que além do condicionamento da superfície do dente, também era necessário a aplicação de um adesivo resinoso antes da resina composta para conseguir uma melhor adesão. O autor também observou que a adição de sílica fundida no adesivo resinoso melhorava a resistência adesiva.

Eick et al. (1970), objetivando examinar em MEV (microscopia eletrônica de varredura) a topografia da superfície dentinária de dentes humanos e hígidos, que foram submetidos a instrumentos rotatórios diamantados e brocas carbide, com e sem o uso de jato de ar-água, verificaram superfícies mais ásperas ao utilizar a ponta diamantada e que as superfícies cortadas a seco, eram mais ásperas. Os autores verificaram que a camada formada não era homogênea e apresentava pouco aderida à dentina, com aproximadamente 0,5µm de espessura contendo partículas de apatita. Concluíram os autores que essa camada prejudicava reações químicas ou a simples sobreposição dos materiais restauradores a esse tecido.

Em 1976, Garberoglio e Brännströmm, examinaram em MEV a estrutura da dentina a variadas distâncias da polpa. Os autores procuraram determinar o número e o diâmetro dos túbulos dentinários, conforme as profundidades pré-determinadas. Concluíram que em média, a dentina superficial apresentava um número de 20.000 túbulos/mm², com cerca de 0,9 µm de diâmetro; a dentina média, 29.000 túbulos/mm² com cerca de 1,2 µm de diâmetro; e a dentina profunda, 45.000 túbulos/mm² com 2,5 µm de diâmetro. Os autores concluíram que o número e o

diâmetro dos túbulos dentinários aumentam na medida em que se aproximam da polpa.

Em 1979, Fusayama et al. empregaram um novo teste para avaliar a resistência adesiva de um novo sistema adesivo (Clearfil Bond System-F). O material foi aplicado sobre o esmalte e dentina, hígida e cariada, submetidos ou não ao condicionamento ácido. A comparação foi realizada com os sistemas Adaptic Total System (Johnson & Johnson), Concise Enamel Bond (3M) e Palakan (Kulzer). As superfícies vestibulares de incisivos e oclusais de molares foram desgastadas, condicionadas ou não, recebendo em seguida os sistemas adesivos, seguindo as recomendações dos fabricantes e posteriormente resinas compostas foram aplicadas por meio de uma matriz de teflon de 5mm de diâmetro, contendo uma alça que possibilitou a ligação com a máquina de tração. O novo adesivo mostrou forte adesão a todos os substratos testados. Também foi concluído neste estudo que o condicionamento ácido aumentou ainda mais a aderência do adesivo na dentina.

A formação da camada híbrida foi descrita pela primeira vez por Nakabayashi et al. em 1982 em um estudo que verificava a efetividade da solução 4-META/metil metacrilato-tri-n-butil borano (MMA-TBB) associada a um agente condicionador composto pela união do cloreto férrico a 3% em ácido cítrico a 10%. Esta combinação de ácidos, conhecida como solução 10-3, além de remover totalmente a lama dentinária, desmineralizava a dentina subjacente em aproximadamente 5µm de profundidade. A diferença desta solução com as anteriores, é que as outras apenas tratavam a lama dentinária e não modificavam a dentina subjacente para receber os monômeros resinosos. Os autores utilizaram cilindros de esmalte e dentina humana e bovina condicionados, os monômeros resinosos hidrofóbicos e hidrofílicos (4-META), infiltraram-se entre as fibras colágenas expostas e, posteriormente, foram polimerizados. Os autores observaram, nas imagens em microscopia eletrônica de varredura, uma região mista abaixo da interface adesiva,

com monômeros resinosos no interior da dentina desmineralizada e a denominaram camada híbrida. Este estudo demonstrou que a adesão ocorria entre os agentes resinosos e as fibras colágenas.

Em 1984, Pashley concluiu que a *smear layer* é uma camada muito fina e solúvel em ácido, não aparente em microscopia óptica comum, fator pelo qual muitas vezes foi negligenciada. Verificou existência de duas situações distintas em relação a esta estrutura, a ação prejudicial da manutenção da camada de *smear layer* no selamento marginal e seu benefício com relação à proteção do tecido pulpar com a presença de *smear plug* vedando os canalículos dentinários. A partir destes resultados o autor sugeriu que mais estudos fossem realizados para a manutenção de *smear plug* e remoção ou diminuição da camada de *smear layer* na superfície de adesão.

Em 1991, Eick et al., avaliaram a influência da superfície dentinária na adesão. Três categorias de adesivos dentinários foram propostas: categoria I incluiu adesivos com valores de resistência ao cisalhamento, entre 5 e 7 MPa; categoria II incluiu adesivos dentinários com forças de cisalhamento entre 8 e 14 MPa; e, Categoria III adesivos com a resistência ao cisalhamento com valores de até 20 MPa. Na primeira parte deste estudo, os autores utilizaram MEV e microscopia eletrônica de transmissão (MET), através da fotomicrografias da camada de esfregaço (*smear layer*) e da interface de três adesivos da categoria I. As fotomicrografias mostraram que o umedecimento e penetração da primeira geração de adesivos dentinários não foram suficientes para produzir grande força de cisalhamento. Quando os adesivos da categoria I foram testados para a resistência ao cisalhamento, falhas ocorreram na interface ou no adesivo/resina.

A formação da camada híbrida foi observada por Nakabayashi et al. em 1991, na dentina e no esmalte por meio do MEV, após a utilização de adesivos contendo 4-META em sua composição. A microscopia do esmalte revelou que o prévio tratamento com ácido

fosfórico criou retenções mecânicas devido à dissolução do material interprismático, onde a penetração do adesivo resultou em união mecânica. Os autores estudaram também a ação do 4-META em dentina após o condicionamento com a solução 10:3 (ácido cítrico a 10% e oxalato férrico a 3%), observou-se a formação de uma camada intermediária formada por resina e dentina, denominada "camada híbrida".

Em 1992, Browm et al. avaliaram a energia de superfície da dentina e esmalte. Para determinar a energia de superfície foi utilizado o esquema de Zisman que consiste no cosseno do diâmetro *versus* a superfície de tensão. Os autores concluíram que a dentina bovina possuía energia de superfície menor que da dentina humana. Os resultados obtidos também sugerem que a dentina tenha maior energia de superfície do que o esmalte.

Eick et al. (1992), continuando seus estudos avaliaram os adesivos na categoria II. Utilizaram MEV e MET, e as fotomicrografias foram avaliadas. Os autores relacionaram a capacidade de penetração do sistema adesivo na superfície dentinária com a resistência adesiva. Concluíram que o aumento da resistência adesiva da categoria II em relação a I é devido ao aumento da capacidade de umedecimento e penetração destes materiais.

Nakabayashi et al., em 1992, investigaram em MET a adesão do 4-META/MMA/TBB aplicado *in vivo*. Foram selecionados três dentes de dois pacientes a serem extraídos por cárie ou doença periodontal, dos quais, um era cariado e dois íntegros. Os dentes foram anestesiados e a superfície vestibular dos dentes foi planificada com ponta diamantada em alta rotação, expondo toda a superfície dentinária. A solução 10:3 foi aplicada e, após a lavagem e secagem, foi aplicado o sistema adesivo de acordo com as recomendações do fabricante. Em seguida os dentes foram extraídos e a interface adesiva analisada em MET. Os resultados revelaram a formação da camada híbrida em todos os dentes e uma pequena intensidade de desmineralização da dentina.

Mostraram também que os monômeros resinosos envolveram e impregnaram o colágeno exposto e a hidroxiapatita. Os autores concluíram que esse fator pode proporcionar uma adesão aparentemente estável, pois resulta na formação de uma camada com menor probabilidade a hidrólise dos peptídeos do colágeno.

Para conceituar agentes condicionadores e *primers*, Pashley et al. (1992), observaram que a remoção da camada de *smear layer* pelo condicionamento ácido, ocasiona um aumento da permeabilidade da dentina, umidade superficial, potencial de irritação pulpar, desnaturação do colágeno e possível discrepância entre profundidade de desmineralização e capacidade de penetração do agente adesivo. Em virtude disso, os autores concluíram que o sistema adesivo deve ser hidrofílico, ter afinidade à água, com capacidade de penetrar tanto em dentina intertubular como em dentina peritubular. Os autores ainda acrescentaram que a profundidade de desmineralização causada pelo ácido depende não só do tempo de condicionamento, como também da concentração, tipo de ácido utilizado e concentração mineral do substrato em questão.

A descrição da formação da camada híbrida em dentina foi minuciosamente detalhada por um importante estudo realizado por Van Meerbeek et al. (1992). Os autores analisaram por meio do MEV e MET, a interface dentina e resina para esclarecer o mecanismo de adesão. Foram utilizados terceiros molares extraídos, que tiveram o esmalte oclusal removido e a padronização da *smear layer* por lixas de granulação 600. Em seguida foi realizada a adesão com *Clearfil Liner Bond System* e aplicação de resina composta de baixa viscosidade. As interfaces foram posteriormente preparadas para análise em MEV e MET. Os autores classificaram os sistemas adesivos em três grupos, para possível esclarecimento de seus mecanismos de adesão. O primeiro grupo removia a camada de *smear layer*. O segundo grupo preservava a camada de *smear layer*. E o terceiro dissolvia parcialmente a camada de

smear layer, criando uma camada fina de dentina saturada por resina. Os autores concluíram que ocorreu a formação de um emaranhado micromecânico que originou uma estrutura composta de uma tela de colágeno desmineralizado envolto de monômeros resinosos. Também afirmaram que tanto o MEV e MET foram eficientes em evidenciar a presença da camada híbrida; observaram que a difusão dos monômeros de resina diminuiu com a profundidade, o que resultou no encapsulamento dos cristais de hidroxiapatita até a subcamada da zona de interdifusão. E o pré-tratamento da dentina com ácido causou a desnaturação do colágeno superficial.

Em 1993 Eick et al., realizaram um estudo com os adesivos da categoria III. Após os testes de cisalhamento, foram utilizados MEV e MET e observaram fratura do tipo coesiva em dentina ou em resina nos espécimes que apresentaram maiores valores de resistência adesiva. Segundo os autores, este aumento ocorreu devido a um conjunto de fatores: umedecimento efetivo e penetração do sistema adesivo na dentina preparada, e a capacidade de manter as fibras colágenas estruturalmente intactas na superfície da dentina.

Marshall Junior (1993), fez uma análise da microestrutura da dentina. O autor relatou as variações estruturais e a dependência na preparação de espécime, tipo de dente, localização na dentina, condições de armazenamento e modificações químicas e físicas. São citadas as estratégias para a união dentinária tais como: união química à fase mineral, ao colágeno, ou precipitados com modificação química; uma variedade de união micromecânica por formação de *tags* nos túbulos; modificação de áreas intertubulares por desmineralização parcial e formação de uma estrutura híbrida dentina-polímero por impregnação e polimerização de monômeros na dentina parcialmente desmineralizada; e penetração na dentina modificada por laser. De acordo com o autor, a dentina pode ser considerada como um complexo hidratado, formado pela combinação de quatro elementos: a) túbulos; b) uma área peritubular

altamente mineralizada, embutida em matriz intertubular; c) colágeno com cristais de apatita; d) fluido dentinário. A permeabilidade da dentina é altamente variável e depende da localização no dente que é maior perto da polpa. Para a realização de testes de resistência com a dentina, devemos considerar que ela estará afastada de seu ambiente natural; um período de seis meses após a extração é indicado. O autor concluiu, com este trabalho, que detalhes na estrutura e composição da dentina são vitais para o sucesso dos sistemas de união.

Ferrari, Cagidiaco e Mason (1994) pesquisaram a semelhança micromorfológica da interface resina/dentina de dentes *in vivo* e *in vitro*. Utilizaram para análise *in vivo*, dez dentes, os quais, após serem restaurados foram submetidos à extração e armazenamento. Para o grupo *in vitro*, foram utilizados dez dentes que foram extraídos recentemente, e realizados os mesmos procedimentos. A seguir, os dentes foram seccionados em duas metades, uma metade foi utilizada para visualizar a camada híbrida, sendo parcialmente descalcificada e a outra metade foi usada para observar a morfologia dos *tags* de resina formados, sendo completamente desmineralizada. Após a dissolução das estruturas dentais, as interfaces adesivas foram observadas em MEV. Não foram encontradas diferenças morfológicas entre os grupos *in vivo* e *in vitro*. Os autores concluíram que a morfologia dos *tags* de resina se apresentava na forma de cone-invertido, o que poderia auxiliar na retenção micromecânica dos adesivos.

Com auxílio da microscopia eletrônica de varredura Chappell, Spencer e Eick (1994) relataram o efeito de seis tipos de adesivos dentinários sobre a *smear layer*. Terceiros molares não erupcionados foram seccionados e tratados com o respectivo adesivo, de acordo com as recomendações dos fabricantes. Para cada passo do sistema adesivo foi utilizado um dente, e todos os passos foram observado em MEV. O adesivo All-Bond 2, sem condicionamento, não removeu a *smear layer* antes da aplicação do *primer* e do adesivo. O

primer do sistema Prisma Universal Bond 3 alterou a *smear layer*, mas não produziu uma zona de desmineralização ampla. Os demais adesivos removeram a *smear layer* antes da aplicação do *primer*.

Em comparação ao esmalte, a dentina é um desafio maior no processo adesivo, devido a sua característica orgânica, túbulos preenchidos por fluídos e a variação em sua composição intrínseca. Porém, porém na dentina esclerótica este processo é ainda mais difícil. Perdigão et al. em 1994, com o objetivo de avaliar a resistência adesiva de quatro sistemas adesivos em dentina com diferentes níveis de mineralização, utilizaram 120 molares humanos que foram divididos aleatoriamente em três grupos (n=40). Os dentes foram desgastados até a exposição de dentina, a qual foi condicionada com ácido fosfórico por 5s para remoção da *smear layer* obtida com o desgaste. Posteriormente, o primeiro grupo foi imerso em solução mineralizante, contendo 1,5 mM de cálcio, 0,9 mM de fosfato e 0,15 M de cloreto de potássio, por 14 dias, em trocas diárias, para obter o modelo de dentina esclerótica. O segundo grupo foi imerso em solução desmineralizante, contendo 0,1 mol/L de ácido acético, que remove o mineral, mas não dissolve o colágeno por sete dias, simulando dentina cariada. Os demais dentes, pertencentes ao terceiro grupo, foram imersos em água destilada, que simulou a dentina hígida. Depois de completados o período de armazenamento, procedeu-se à aplicação do sistema adesivo e da resina composta, e posteriormente foram realizados o teste de resistência adesiva e análise em MEV. Para todos os sistemas adesivos, a média de resistência em dentina normal foi significativamente maior em relação aos outros substratos. A resistência em dentina hipermineralizada foi significativamente maior do que a desmineralizada para todos os sistemas, com exceção do Prisma Universal Bond 3. A avaliação morfológica da dentina hipermineralizada sugere que a obliteração total ou parcial dos túbulos dentinários, pela alta concentração mineral da dentina peri e intertubular, possam impedir uma união confiável com o

material restaurador. Isto, provavelmente, não permitirá um condicionamento ideal para que haja uma penetração efetiva dos sistemas adesivos, o que afetaria significativamente a adesão. Clinicamente, a dentina hipermineralizada ocorre em substrato de dentina esclerótica, assim foi sugerida a confecção de retenções adicionais nesta situação clínica.

Sano et al., em 1994, estudaram as propriedades elásticas da dentina humana e bovina, mineralizada e desmineralizada. O objetivo do deste estudo foi testar a hipótese de que a matriz de dentina desmineralizada tem pouca contribuição para resistência da dentina, medindo e comparando a resistência à tração e módulo de elasticidade. Utilizaram fatias de dentina bovina e humana (4 x 0,5 x 0,5mm de espessura). Os espécimes foram imersos em 0,5M de EDTA (pH 7,4) em um banho ativado magneticamente por quatro dias, seguido da lavagem com água. As amostras foram testadas em dispositivo de microtração Bencor Multi-T modificado. Os resultados demonstraram que a dentina humana mineralizada apresentou média de resistência a tração (UTS) de 104 MPa. A dentina coronária bovina apresentou UTS de 91 MPa, e a dentina radicular bovina 129 MPa. O módulo de elasticidade da dentina bovina mineralizada e humana variou de 13-15 MPa. Quando os espécimes foram desmineralizados em EDTA, a resistência, a tração e o módulo de elasticidade diminuíram para 26-32 MPa e a 0,25 GPa, respectivamente. Os resultados indicaram que o colágeno contribui com cerca de 30% da UTS da dentina mineralizada, que é superior ao esperado.

Watanabe et al., em 1994, realizaram um estudo para melhorar a qualidade de adesão, no qual empregaram grandes concentrações de Phenil-P (20%) associadas a 30% de hidróxi etil metacrilato (HEMA) sobre a dentina bovina fraturada, coberta por *smear layer*. Os resultados demonstraram que esta solução desmineralizou a *smear layer* e a camada superficial de dentina, criando uma camada

híbrida que contém a smear layer original. Os autores concluíram que este sistema apresentou vantagens por não desmineralizar excessivamente a dentina, evitando a criação da zona de fragilidade pela discrepância entre desmineralização ácida e penetração do adesivo, além de manter baixa a permeabilidade e constituir-se de um único passo de condicionamento e *primer*, garantindo de forma mais efetiva o não-colapso do colágeno frente à remoção dos minerais e secagem excessiva da dentina condicionada. A permeabilidade manteve-se baixa pela preservação dos *smear plugs*.

Nakajima et al., em 1995, realizaram um estudo com o objetivo de testar a hipótese de que a adesão à dentina afetada por cárie é inferior àquela conseguida na dentina normal e que a qualidade da camada híbrida desempenha papel principal numa boa adesão. Foram utilizados quarenta e sete terceiros molares humanos com lesões de cárie, os critérios de inclusão foram que a cárie deveria ser limitada à superfície oclusal, e que houvesse grande quantidade de dentina normal ao redor da lesão para servir de controle. Foi removido o tecido amolecido e a dentina cariada corada, ficando de um lado do dente dentina afetada por cárie e do outro, dentina normal. Em seguida, a dentina foi polida com lixa d'água de granulação 600 e cada dente foi aleatoriamente designado para um dos 3 sistemas adesivos testados: G1: All Bond 2 (Bisco Inc, Itália); G2: Scotchbond Multi-Purpose (3M Dental Products, St. Paul); G3: Clearfil Liner Bond II System (Kuraray Co, Ltda, Japão). G1: sendo a dentina mantida úmida após o condicionamento ácido; G2: usando dentina seca seguindo indicação do fabricante e G3: não houve lavagem com água após condicionamento da dentina com o primer autocondicionante. Em G1, G2 e G3, o adesivo foi fotopolimerizado de acordo com as instruções do fabricante, em seguida a resina composta foi inserida incrementalmente. As amostras foram armazenadas em água a 37°C por 24h. De cada dente foram obtidas de 4 a 6 fatias verticais perpendiculares à superfície aderida, de aproximadamente 1 mm de

espessura das duas porções: normal e com cárie. As amostras foram fixadas em um dispositivo e levadas à máquina universal (AG 500B, Shimadzu, Japão) para teste de microresistência adesiva com velocidade de 1mm/min. Após o teste, as interfaces adesivas foram polidas, preparadas e avaliadas em MEV para observar a qualidade da camada híbrida. A adesão à dentina normal com All Bond 2 ($26,9 \pm 8,8$ MPa) ou Clearfil Liner Bond II ($29,5 \pm 10,9$ MPa) foi maior do que a obtida em dentina afetada por cárie ($13,0 \pm 3,6$ MPa e $14,0 \pm 4,3$ MPa) respectivamente. As resistências adesivas obtidas com Scotchbond Multi-Purpose foram similares em dentina normal e afetada por cárie ($20,3 \pm 5,5$ MPa e $18,5 \pm 4,0$ MPa) respectivamente. Os autores concluíram que a resistência adesiva à dentina depende tanto do sistema adesivo usado como do tipo de dentina.

Sano et al. (1995), examinaram através do MEV uma nova modalidade de infiltração marginal denominada nanoinfiltração, estabelecida não por entre a parede cavitária e o material restaurador, mas por entre a camada de colágeno desmineralizado, sem ter sido impregnado por monômeros adesivos. Para tanto, foram utilizados terceiros molares não irrompidos, extraídos, sobre os quais foram confeccionados cavidades classe V, seguida da aplicação de cinco sistemas adesivos diferentes. A seguir, as cavidades foram restauradas. Realizado o isolamento dos espécimes, com exceção de 1mm ao redor das restaurações, estes foram imersos por 8h em solução fotoreveladora. Os resultados revelaram a penetração de prata através da dentina desmineralizada. A infiltração ocorreu via poros nanométricos (20 a 100 nm) abaixo da interface adesiva, mesmo na ausência de fendas. Concluíram que a camada híbrida era permeável, e apresentava porosidades de dimensões nanométricas. Assim, poderiam ocorrer infiltrações bacterianas e de outras substâncias prejudiciais à estrutura dentária, denominada pelos autores como nanoinfiltração.

Objetivando localizar e identificar as porosidades nanométricas na camada híbrida, Sano et al. (1995) realizaram um estudo. Para tanto, foram selecionados terceiros molares hígidos e dois discos de dentina com espessura aproximada de 1-1,5mm foram obtidos de cada dente. Os dois discos foram condicionados e aderidos utilizando dois sistemas adesivos diferentes Clearfil Liner Bond (Kuraray) e All-Bond 2 adhesive (Bisco). Os espécimes foram armazenados em água 37°C por 24h. Em seguida foram seccionadas perpendicularmente, obtendo 10 espécimes por sistema adesivo. Cinco foram analisados em MET e a outra metade em MEV. Três pares de espécimes foram imersos em solução de nitrato de prata e dois imersos somente em água, por 24h, em seguida, foram preparados para as análises. Os resultados revelaram a penetração de prata através da dentina desmineralizada nos dois grupos. Segundo os autores, esses defeito/porosidades podem ser criados durante a infiltração e/ou polimerização dos monômeros resinosos, contração de polimerização da resina adesiva ou devido à extração de monômeros hidrofílicos não adequadamente polimerizados.

Ferrari e Davidson (1996), avaliaram a formação da camada híbrida, de *tags* e extensões laterais de resina após aplicação de dois tipos de sistemas adesivos, um convencional (Scotchbond Multi-Use) e um *primer* autocondicionante (Clearfil Liner Bond II). As amostras *in vivo* foram realizadas em pacientes voluntários em dezoito dentes com exodontia indicada. Dez dentes, após a extração, foram seccionados e tratados com ácido cítrico a 10% por um minuto, lavados em água deionizada e tratados, em seguida, com hipoclorito de sódio a 10% por cinco segundos, para análise da camada híbrida. Cada sistema adesivo foi testado em cinco amostras. Os outros oito dentes foram tratados imediatamente após a extração para avaliar a presença de interconexão dos túbulos dentinários, com solução ácida hidrocloreídrica a 37% por dois dias e hipoclorito de sódio a 5% por duas horas. As amostras foram então observadas em MEV. Os autores relataram a espessura da camada

híbrida com média de 4,2 μm para o Scotchbond Multi-Usa e 1,65 μm para o sistema Clearfil Liner Bond II, e formação de *tags* com ramos laterais em ambos os sistemas adesivos. De acordo com os autores, a significância clínica desse estudo está na presença da camada híbrida e dos *tags* e ramos laterais formados em ambos os sistemas, que podem, segundo os autores, melhorarem a força de adesão das restaurações. Além disso, o uso rotineiro dos *primers* autocondicionantes pode simplificar os procedimentos das restaurações adesivas estéticas.

Nakabayashi e Saimi (1996) desenvolveram um estudo com o objetivo de avaliar a confiabilidade de adesivos autocondicionantes na dentina intacta. Para isso, avaliaram a camada híbrida formada por um primer ácido de um sistema adesivo autocondicionante, variaram os tempos de aplicação desses primer condicionante e avaliaram os resultados em MEV tentando relacioná-los aos resultados de testes de tração. De acordo com os autores ocorreram variações nas espessuras das camadas híbridas. Utilizando 30 segundos durante a aplicação do primer foram observadas espessuras de 2,1 μm e com tempo de aplicação de 60 segundos foram encontradas camadas com espessura média de 4,1 μm . Os autores revelaram que a formação da camada híbrida é estável e, sobretudo de alta qualidade que pode ser extrapolada para uma situação clínica de resistência à cárie recorrente e à sensibilidade pós-operatória.

Tay et al. (1996), avaliaram o efeito da hidratação excessiva da superfície dentinária, condicionada por ácido previamente à aplicação de um adesivo à base de acetona. Discos de dentina foram obtidos de molares humanos e divididos em grupos, conforme a hidratação superficial após o condicionamento ácido: a) dentina seca com jato de ar por três segundos; b) dentina visivelmente úmida; c) dentina excessivamente úmida pela adição de 40 ml de água destilada previamente à aplicação do adesivo. Embora a camada híbrida tenha sido observada em todos os grupos, foram detectadas falhas seqüenciais ao

longo da interface adesiva, além da perda de um efetivo selamento tubular, conforme o aumento da umidade superficial. No grupo 1, foram observados entre curtos *tags* de resina, glóbulos de resina intratubular. Pequenas bolhas incluídas dentro da camada de resina, adjacentes à camada híbrida, foram encontradas no grupo 2, aumentando em número e tamanho o grupo 3. Tais defeitos podem explicar a redução da resistência adesiva na presença de umidade associada com adesivos baseados em acetona. Os túbulos incompletamente selados, com a presença de bolhas, poderiam ser a explicação para o fenômeno de sensibilidade pós-operatória reportados, em especial, para este tipo de sistema adesivo, já que estes espaços representariam uma via para a movimentação hidrodinâmica de fluidos.

Pioch et al. (1998) avaliaram as espessuras da camada híbrida formada por diferentes tipos de adesivos e realizaram testes de cisalhamento para verificar a correlação entre espessura da camada híbrida e a resistência adesiva. Utilizaram setecentos e setenta e cinco molares humanos que tiveram o esmalte removido e a dentina superficial exposta. Cinco diferentes adesivos foram aplicados sobre a superfície, de acordo com as instruções do fabricante. Somente o tempo de condicionamento ácido foi alterado. Os autores relataram que os sistemas que apresentaram menor espessura (condicionamento por 15s) foram os que tiveram maior força de adesão, concluíram que este fator não poderia ser o único parâmetro para verificar a qualidade do sistema adesivo.

Prati et al. (1999), realizaram um estudo que avaliava espessura e a morfologia da camada híbrida em dentina jovem, idosa e esclerótica. Os autores utilizaram cinco sistemas adesivos e observaram que a espessura da camada híbrida era sempre maior em dentina profunda, do que em dentina superficial. Na dentina esclerosada foi observada uma camada mais fina e muito porosa do que em dentina normal, sem que houvesse interferência da idade e, segundo os autores, isso justificaria as falhas de adesão, que são constantemente encontradas

sobre este tipo de dentina. Além disso, em dentina jovem normal, a camada híbrida geralmente era mais espessa do que em dentina idosa normal, apresentando uma espessura entre 2,5 e 7 μ m, variando de acordo com o sistema adesivo empregado.

Sano et al. em 1999, avaliaram a estabilidade da resistência adesiva e a morfologia da interface produzida por um sistema adesivo autocondicionante, aplicado *in vivo*, após diferentes períodos de tempo. Para esse estudo foi utilizado um primata adulto (*Macaca fuscata*), um ano antes de ser sacrificado, o animal foi anestesiado e em quatro dentes foram realizadas cavidades rasas classe V em dentina, que foram restauradas com o sistema adesivo Clearfil Liner Bond II (Kuraray) e resina Clearfil Photo Posterior (Kuraray). Após 180 dias foi realizado o mesmo procedimento restaurador em mais quatro dentes. Um dia antes de sacrificar o animal, este foi novamente anestesiado e os procedimentos realizados em mais quatro dentes. No dia seguinte os dentes foram cuidadosamente extraídos e armazenados em 37°C por 24h. Após este período, os dentes foram submetidos ao teste de microtração. As superfícies adesivas, após a fratura, foram observadas em MEV. Não houve diferença significativa na resistência adesiva, que permaneceu estável em aproximadamente 19 MPa durante um ano. As observações em MEV das superfícies fraturadas revelaram no topo da camada híbrida e dentro da resina adesiva, porosidades que aumentaram com o tempo.

Tay et al. (2000) examinaram as características ultraestruturais da interface resina-dentina em lesões cervicais não-cariosas hipermineralizadas utilizando adesivo autocondicionante (Clearfil Liner Bond II, Kuraray, Japão). Para a avaliação morfológica, aplicaram o adesivo em lesões cervicais profundas e examinaram várias regiões dentro destas lesões em MEV e em MET. Os autores relataram neste estudo, quatro fatores que poderiam interferir na redução da resistência adesiva na dentina hipermineralizada: a) a presença da camada

hibridizada com a matriz intermicrobiana com a possibilidade de enfraquecer a união adesiva; b) a dificuldade do autocondicionante em penetrar na camada espessa e hipermineralizada; c) presença de uma camada de colágeno desnaturado, possivelmente remineralizado, na base da superfície hipermineralizada; d) a formação de trajetos escleróticos no lúmen tubular que evitam a formação dos *tags* resinosos.

Van Meerbeek et al. em 2000 propuseram técnicas em microscopia para estudar os mecanismos de adesão à dentina e ao esmalte, expondo um protocolo de análise morfológica de novos materiais adesivos anteriormente à sua permissão para utilização clínica. Quatro técnicas foram descritas, sendo destacada a relação existente entre a metodologia empregada e suas respectivas possibilidades, e as limitações e potenciais de formação de artefatos. A possibilidade de observação da camada híbrida é obtida somente após processamento químico das amostras posteriormente ao seccionamento ou fratura das interfaces. A técnica mais comumente utilizada para visualização de interfaces em MEV envolve a dissolução parcial ou total da dentina superficial com ácidos concentrados, como o ácido clorídrico e ácido nítrico. Para remover os componentes orgânicos dentinários desta superfície, os espécimes são comumente desproteinizados com hipoclorito de sódio. A utilização desta técnica (desafio ácido-base) sobre a interface adesiva, promove a verificação da resistência da camada híbrida quanto à sua degradação, além de revelar as características morfológicas de *tags* e da própria camada híbrida, sua resistência da região de colágeno infiltrada e copolimerizada por monômeros, protegendo do processo de dissolução clínica e laboratorial. Desta forma, altos valores de resistência adesiva, obtidos para alguns sistemas adesivos, têm sido correlacionados com uma avaliação morfológica positiva em MEV ao desafio ácido-base. O protocolo sugerido pelos autores consta da observação em microscopia de força atômica (MFA) em condição ambiente, após o corte ultrafino com lâmina de diamante. A vantagem da MFA sobre a MEV-EC consiste no

fato de que a superfície escaneada de dentina é a real, sem nada interpondo, enquanto a vista em MEV recebe a cobertura condutiva. Os autores avaliaram a determinação da presença de nanoinfiltração dentro da camada híbrida que pode ocorrer mesmo na ausência de *gaps* na interface. Segundo os autores, as possíveis razões para a inclusão de poros na camada híbrida, são: a) infiltração incompleta de resina; b) evaporação incompleta de solvente (água, acetona ou álcool); c) dissolução (lixiviação) de monômeros adesivos incompletamente polimerizados; d) hidrólise ou degradação de colágeno ou de polímeros resinosos; e) inadequada umidade do colágeno. Os sistemas autocondicionantes além da retenção micromecânica oferecida pela hibridização, cristais de hidroxiapatita residuais podem servir como receptores químicos para adesão de adesivos baseados em fosfatos ou carboxilatos e que estudos adicionais devem ser realizados para verificar o efeito da nanoinfiltração na longevidade clínica das restaurações adesivas. A MEV é uma técnica microscópica muito utilizada dentro da ciência dos materiais odontológicos, principalmente pela profundidade de ação, por sua alta resolução e por seu fácil manuseio. Uma série complexa e extensa de passos é necessária para evitar a formação de artefatos devido à contração decorrente da desidratação e da presença de alto vácuo para a observação de amostras biológicas. Assim, este preparo deve seguir um protocolo sistemático e rigoroso, envolvendo fixação, desidratação, secagem e cobertura com material condutor. Os autores concluíram que apesar da alta resolução morfológica obtida com a microscopia é necessário conhecer a técnica de utilização deste recurso, além de suas limitações. Desta forma seria possível a análise correta dos dados obtidos. Pesquisas adicionais deveriam ser direcionadas para o estudo das propriedades físico-químicas da união resinosa com a dentina, sendo que o objetivo final destas pesquisas seria alcançar um patamar cada vez mais confiável e durável para a utilização clínica de restaurações adesivas.

Koibuchi, Yasuda e Nakabayashi (2001) avaliaram os efeitos da camada de *smear layer* na resistência adesiva da dentina humana, tratada com sistema adesivo autocondicionante. Quinze dentes humanos hígidos, recém extraídos tiveram sua dentina exposta com lixas abrasivas, número 600 (grupo I) e lixa número 180 (grupo II), e tratados com o sistema adesivo Clearfil Liner Bond II. Em seguida uma camada de resina composta foi aplicada e fotopolimerizada por 60 segundos. Os espécimes foram armazenados em água a 37° C por 24 horas. Em seguida foi realizado o teste de resistência adesiva à tração e a análise em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados revelaram diferença estatística significativa entre os grupos: força de tensão de 10.0 ± 7.2 e 28.5 ± 5.2 MPa para dentina preparada com lixas de número 180 e 600, respectivamente. Na análise em MEV, os pontos críticos de fragilidade foram as interfaces entre o topo da *smear layer* hibridizada e a resina composta, e a base da *smear layer* hibridizada e o topo da dentina subjacente. Assim os autores concluíram que a presença e a qualidade da camada de *smear layer* produzida durante o preparo dentinário *in vitro*, poderia interferir na força de tensão.

Arrais e Giannini (2002) estudaram a morfologia e espessura da difusão da resina através da dentina desmineralizada ou sem condicionamento. Dezesesseis terceiros molares humanos foram armazenados em formalina a 2% por duas semanas e mantidos por 24 horas em água destilada, antes do experimento. As raízes foram removidas e as coroas seccionadas no sentido mésio-distal, obtendo-se 32 hemi-coroas. A superfície oclusal foi removida até obter 2 mm de remanescente dentinário, e lixas de carbetto de silício (600) foram utilizadas para regularizar a *smear layer*. Os espécimes foram divididos em quatro grupos de acordo com sistema adesivo: 1 – Sistema adesivo convencional de múltiplos passos (Scotchbond Multipurpose Plus – 3M); 2 – Sistema adesivo convencional monocomponente (Single Bond – 3M); 3 - Sistema adesivo autocondicionante (Etch & Prime 3.0 – Degussa); 4 -

Sistema adesivo autocondicionante (Clearfil SE Bond – Kuraray). Após a aplicação dos adesivos seguidos da inserção da resina, as amostras ficaram 24 horas em água destilada a 37°C. A superfície axial de cada amostra foi polida com lixa e óxido de alumínio e pasta de diamante. Em seguida foi aplicado ácido fosfórico a 37% por 5 segundos para facilitar a visualização da camada híbrida. Foram fixadas em solução de Karnovsky e tetróxido de ósmio, desidratadas em acetona e revestidas em ouro. Os autores utilizaram microscopia eletrônica para análise e concluíram que o adesivo Scotchbond seguido pelo Single Bond, apresentaram a camada híbrida mais espessa, em comparação com as finas e homogêneas camadas apresentadas pelos adesivos autocondicionantes.

Em 2002, Carrilho et al. testaram a resistência adesiva de quatro sistemas adesivos aplicados à dentina humana. Doze terceiros molares tiveram o esmalte oclusal removido para a exposição de uma superfície plana de dentina e foram divididos aleatoriamente em quatro grupos: Grupo 1 - Single Bond e P60 (3M Dental); Grupo 2 - Bond 1 e Surefil (Jeneric/Pentron); Grupo 3 - Prime&Bond NT e Alert (Dentsply); Grupo 4 - Prime&Bond 2.1 e TPH (Dentsply). Após 24 horas de armazenagem em água destilada a 37°C, os dentes sofreram cortes longitudinais perpendiculares para obtenção de espécimes de 0,8 mm² de área e 10 mm de comprimento e submetidos ao teste de microtração. Os pesquisadores não encontraram diferenças estatísticas significantes entre os adesivos testados. O Single Bond apresentou a menor evidência dos espécimes que sofreram fratura precoce.

Torii et al., (2002) verificaram o efeito do condicionamento com ácido fosfórico em esmalte e dentina, precedente à aplicação do adesivo autocondicionante. Oitenta dentes bovinos foram divididos aleatoriamente em quatro grupos. Os tratamentos superficiais foram os seguintes: Grupo 1) esmalte foi planificado com lixa de granulação 600; Grupo 2) esmalte planificado e condicionado com ácido fosfórico a 35% por 15s; Grupo 3) dentina desgastada; Grupo 4) dentina desgastada e

condicionada da mesma forma que o grupo 2. Subseqüentemente, cada grupo foi dividido em dois subgrupos, com dez espécimes cada, sendo aplicadas duas marcas de sistema adesivo autocondicionante: UniFil Bond(UB) e Clearfil SE Bond (SE) (Kuraray), seguido da aplicação de uma camada de resina composta (AP-X), conforme normas do fabricante. Os espécimes foram, então, armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas, após este período foram seccionados, e submetidos ao teste de microtração. Os testes estatísticos revelaram um aumento significativo nos valores de resistência adesiva para o esmalte, enquanto que para a dentina houve um decréscimo, também significativo. As análises em MEV revelaram a formação de *tags* em esmalte para ambas as condições, mas estes se apresentaram porosos quando da ausência do condicionamento prévio. Em dentina, a camada híbrida se apresentou mais espessa quando foi realizado o condicionamento prévio, porém significativamente mais porosa para ambos os sistemas.

Em 2003, Tay e Pashley realizaram um estudo utilizando o MET (microscopia eletrônica de transmissão) para verificar a presença de canais de água (*“Water Treening”*) presente ao longo da interface dentina/resina. Terceiros molares foram selecionados e seccionados no terço médio da coroa, expondo uma superfície dentinária profunda, esta abrasionada com lixa de granulação 180. Para análise em esmalte a superfície vestibular foi jateada com óxido de alumínio 50µm, para remover a superfície aprismática. Diferentes tipos de sistemas adesivos foram utilizados. Segundo os autores a impregnação de prata nos adesivos, ocorre nos sítios hidrofílicos do material e nos finos canais deixados pela passagem de água durante o fenômeno de permeabilidade dos adesivos. Os autores realizaram fotomicrografias eletrônicas de transmissão, obtidas na interface adesiva, tratada pela técnica de impregnação com nitrato de prata. Os resultados mostraram que todos os adesivos apresentaram certo grau de nanoinfiltração na camada híbrida. Canais de água foram observados na superfície da camada híbrida e se

estendendo para dentro da camada de adesivo. Os autores concluem que esses canais ao longo da interface representam *sítes* de incompleta remoção da água residual, os quais podem surgir como sítios de degradação hidrolítica da interface adesiva ao longo do tempo.

Susin et al. em 2003, compararam a espessura da camada híbrida formada por sistemas adesivos atuais sob influência de diferentes condições de substrato dentinário (úmido, desidratado e reumidificado). Para a realização deste estudo, foram utilizados 180 terceiros molares humanos hígidos, seccionados na altura do 1/3 médio da coroa dental. Os fragmentos foram divididos em seis grupos de acordo com sistema adesivo utilizado: Scotchbond Multi Uso (3M); Single Bond (3M); Prime&Bond 2.1 (Dentsply); One Coat Bond (Tokuyama); Clearfil SE Bond (Kuraray) e One Up Bond F (Tokuyama). As técnicas adesivas foram aplicadas nos respectivos substratos de acordo com as orientações dos fabricantes e duas camadas, de 1 mm cada, de resina composta Z250 (3M) foram aplicadas sobre a área de teste. Os fragmentos foram seccionados e preparados para observação em MEV. Os resultados quanto à espessura de camada híbrida, mostraram que os sistemas adesivos que empregaram condicionamento ácido separadamente tiveram comportamentos semelhantes em função dos substratos, sendo que em dentina úmida a espessura de camada híbrida encontrada foi maior do que em dentina desidratada e reumidificada. Entretanto, os sistemas adesivos autocondicionante apresentaram diferentes performances, quando comparados aos primeiros, apresentando melhores resultados em dentina reumidificada. Entende-se que as condições de substrato dentinário e os sistemas adesivos apresentaram interação e isso determina que as técnicas adesivas realizadas em dentina previnam o colapso das fibras colágenas, que ocorre pela utilização de ar comprimido como meio de secagem da mesma.

Cho e Dickens (2004) investigaram a hipótese de que a variação do conteúdo de acetona de sistemas adesivos dentinários pode afetar a espessura da camada adesiva e resistência à microtração (MTBS), e verificaram se a espessura da camada adesiva é um indicador válido para MTBS. Adesivos dentinário experimental foram preparados com 27, 37, 47, 57 ou 67% de acetona e foram utilizados para adesão da resina composta em superfícies de dentina na oclusal de molares humanos. A espessura da camada adesiva foi determinada por análise de imagens digitalizadas. A MTBS foi medida após 48 h. As superfícies de fratura foram observadas em MEV. Com o aumento do teor de acetona, a MTBS variou de 38 MPa (acetona 67%) para o maior valor MTBS de 64 MPa (acetona 37%), enquanto que a espessura da camada adesiva decresceu linearmente. Ambas as variáveis dependentes mostraram correlação inversa com o teor de acetona ($p < 0,0001$), mas não foram correlacionados entre si ($P > 0,05$). Noventa e quatro por cento das amostras apresentaram fraturas na camada adesiva estendendo para as interfaces com a camada híbrida ou a resina composta. Nos grupos contendo 57 e 67% de acetona, as fraturas foram observadas nas interfaces. Em vez da espessura da camada adesiva, trincas interfaciais na amostras contendo adesivos ricos em acetona pode ter causado MTBS inferiores. Os autores concluíram que a menor concentração de acetona, devido a evaporação do solvente durante o uso clínico do sistema adesivo, não parecem diminuir MTBS, mas sim melhorar a integridade da interface adesiva.

Lloret et al. realizaram um estudo, em 2004, para avaliar a resistência adesiva entre dentina e resina composta polimerizada com luz halógena e laser de argônio. Para este estudo foram utilizados oitenta dentes incisivos bovinos, hígidos e irrompidos. Os dentes foram seccionados na região cervical, onde somente a coroa foi utilizada. As faces vestibulares foram expostas através de uma seqüência de lixas (120, 400, 600). As amostras foram divididas em oito grupos, sendo que

em quatro grupos a resina foi inserida em um único incremento, e nos outros a resina foi inserida em três incrementos. O adesivo utilizado para todos os grupos foi o Scotchbond, que foi fotoativado por 10 segundos nos grupos de luz halógena e por 5 segundos nos grupos do laser. Também foram testados três tempos de aplicação do laser de argônio para a fotoativação da resina (10s, 20s e 30s), e 40 segundos para os grupos de luz halógena. Os corpos-de-prova foram levados ao teste de tração. Os autores concluíram que a fotoativação por 10 segundos e 20 segundos por laser em um único incremento apresentou a menor força de tração quando comparados com 40 segundos de fotoativação por luz halógena; não houve diferença estatística com 30 segundos de laser. A técnica incremental apresentou os maiores valores de força em relação à de um único incremento.

Anido (2005) comparou a profundidade de desmineralização com ácido fosfórico a 37% (AF) e com primer ácido (PR) e a espessura da hibridização empregando-se um sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond - Kuraray (CS) e convencional Adper Single Bond - 3M ESPE (SB), seguindo instruções dos fabricantes em dentina humana (H) e bovina (B). Empregaram-se 15 incisivos humanos e 15 bovinos, extraídos e congelados. Fatias de dentina foram obtidas da porção vestibular de 10 dentes, destinadas à análise da desmineralização. Os espécimes receberam uma camada de verniz em sua porção cervical (controle). Após o tratamento com o ácido fosfórico ou com o *primer*, as fatias foram fraturadas. Cinco dentes humanos e bovinos destinaram-se à análise da hibridização na porção média de dentina. Foram seccionados, divididos em duas hemi-coroas, isolados com verniz (controle), submetidos ao SB e CS e ao desafio químico ácido-base. As amostras foram processadas para análise ao MEV do perfil de adesão e desmineralização. Obtidas as quatro medidas e a média para cada amostra, realizou-se a ANOVA ($p < 0,05$) e o teste Tukey (5%). Os grupos apresentaram resultados em μm , semelhantes estatisticamente, para a

profundidade de desmineralização com AF (H: $4,62 \pm 1,14$; B: $4,92 \pm 1,12$) e PR (H: $1,41 \pm 0,20$ e B: $1,57 \pm 0,16$) e para hibridização com CS (H: $1,53 \pm 0,11$; B: $1,97 \pm 0,16$) e SB (H: $3,43 \pm 1,13$; B: $4,31 \pm 1,28$). Concluiu-se que: H e B apresentaram comportamento similar durante os procedimentos adesivos; SB promoveu maior profundidade de desmineralização e espessura de hibridização.

Candenaro et al. (2005) realizaram um estudo para analisar o grau de polimerização de diferentes sistemas adesivos em relação à sua permeabilidade. Os sistemas adesivos utilizados neste estudo foram: um convencional de três passos OptiBond FL; um convencional de dois passos One-Step, um adesivo autocondicionante de dois passos Clearfil Protect Bond e um autocondicionante de um passo XenolIII. As películas adesivas foram preparadas e fotopolimerizadas com XL-2500 (3M ESPE) por 20, 40 ou 60s. Para os adesivos não simplificados apenas o adesivo hidrófobo foi utilizado para a análise DSC (Calorimetria exploratória diferencial) e avaliação de microdureza. A permeabilidade dos adesivos foi avaliada em dentes humanos ligados a um dispositivo de permeabilidade e analisados estatisticamente. Os resultados mostraram que o grau de polimerização obtidos a partir do DSC foi diretamente proporcional à microdureza. Um aumento do nível de polimerização depois de prolongada exposição à luz de cura foi confirmado para todos os adesivos. Adesivos simplificados apresentaram menor grau de polimerização e mostrou polimerização incompleta, mesmo após 60s. Uma correlação inversa foi encontrada entre o grau de polimerização e a permeabilidade. Este estudo suporta a hipótese de que a permeabilidade dos adesivos simplificados está correlacionada com polimerização incompleta dos monômeros. Estes adesivos podem tornar-se menos permeáveis, usando maior tempo de polimerização que o recomendado pelo respectivo fabricante.

Carvalho et al. (2005) avaliaram a hipótese de que nos adesivos autocondicionantes a desmineralização e a infiltração de

monômeros adesivos ocorre na mesma extensão. Cinco sistemas autocondicionantes de passo único e cinco de 2 passos na técnica de aplicação foram utilizados. Dentina de terceiros molares foram expostas e preparadas com nitrato de prata para observação em Microscópio Eletrônico de Transmissão. Foi possível visualizar claramente na maior parte dos espécimes dos adesivos de passo único e ocasionalmente nos adesivos de 2 passos, uma extensa zona impregnada pela prata, logo abaixo da zona hibridizada. Essa zona representa uma área que foi parcialmente desmineralizada pelo adesivo autocondicionante e não infiltrada pelos monômeros adesivos, podendo funcionar como um sítio de degradação da interface adesiva. Assim os autores concluíram que esse fenômeno pode representar uma limitação dos sistemas autocondicionantes.

Em 2007, Hosoya et al. avaliaram as propriedades biomecânicas e a dureza e módulo de elasticidade, da dentina decídua condicionada por sistema adesivo de um passo. Foram utilizados seis dentes sem cáries e seis dentes cariados. Para os dentes saudáveis, as superfícies oclusais foram desgastadas para expor a dentina superficial. Nos dentes cariados, a dentina infectada foi corada com um detector de cáries e removida em baixa rotação com refrigeração constante. Foi aplicado sobre a dentina preparada o sistema com One-Up Bond F Plus (Tokuyama Dental Co., Tóquio, Japão). A interface resina-dentina e a dentina abaixo da interface foi medida com um nanoindentador e observada com SEM e TEM. Para ambos os dentes cariados e saudáveis não houve diferença significativa na dureza da dentina a 10-80 μm abaixo da interface. A dureza da dentina na região da interface foi significativamente menor na dentina cariada do que na não-cariada. Quanto ao módulo de elasticidade da dentina interfacial, ambos os substratos apresentaram valores significativamente mais baixos do que a dentina subjacente. Além disso, o módulo de elasticidade da dentina interfacial foi significativamente menor na dentina afetada. A camada

híbrida nos dentes cariados foi mais espessa e exibiu características morfológicas mais complexas.

Albaladejo et al. (2009) avaliaram a eficácia na formação de tags de resina, ramos laterais e da camada híbrida de cinco sistemas adesivos (Single Bond -SB-; Prime & Bond NT -PNT-; Clearfil SE Bond -SEB-, Protect Bond -PB-Etch & Prime 3.0 -EP). Superfícies planas de dentina de vinte e cinco molares foram tratadas com os sistemas adesivos de acordo com as instruções dos fabricantes. Em seguida foi aplicada resina composta na forma incremental. Os espécimes foram seccionados paralelamente ao longo eixo. Uma parte foi tratada com ácido fosfórico e hipoclorito de sódio a fim de revelar a formação da camada híbrida. A outra metade foi armazenada em ácido clorídrico a 30% para detectar a formação de tags e ramo lateral de resina. Os dois adesivos convencionais apresentaram camadas híbridas mais espessas do que aqueles encontrados em sistemas adesivos autocondicionantes, porém eram contínuas e uniformes de espessura em todos os adesivos. Os adesivos convencionais formaram maior número de tags de resina do que os adesivos autocondicionantes. Formação do ramo lateral foi observada nos adesivos convencionais e no adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond (SEB). Os autores concluíram que o SEB apresentou infiltração de resina adequada.

Sarr et al., em 2010, avaliaram mecanicamente e morfolologicamente, 11 diferentes sistemas adesivos aplicados sobre a dentina. A ultra-estrutura resultante da interface dentina/adesivo foi caracterizada por microscopia eletrônica de transmissão (TEM). Terceiros molares humanos tiveram a dentina superficial exposta. Os adesivos selecionados foram aplicados conforme as instruções do respectivo fabricante, para a medição microTBS após armazenamento em água a 37°C por 24 horas, ou para caracterização interfacial (TEM). A microTBS variou de 11,1-63,6 MPa; os maiores valores obtidos foram do adesivo convencional três passos e os menores com adesivos autocondicionantes

de um passo. Na avaliação morfológica (TEM), mostraram padrões de interação muito diferente, especialmente para os adesivos autocondicionantes. Os autores concluíram que quando ligado à dentina, os adesivos com os procedimentos de aplicação simplificada (em particular, autocondicionante de único passo) ainda possuem um desempenho inferior em relação aos convencionais.

2.2 Laser

Através do princípio da emissão estimulada de radiação postulada por Einstein (1917), obteve a primeira emissão estimulada da luz visível utilizando um cristal de rubi, o qual se denominou *LASER* (light amplification by stimulated emission of radiation - amplificação da luz por emissão estimulada de radiação).

Posteriormente, vários estudos para a utilização do *laser* em Odontologia foram realizados. Em 1964, Stern e Sogrmes iniciaram os primeiros estudos "in vitro" irradiando o tecido dental duro com o *laser* de rubi e observaram a formação de crateras, fusão do esmalte e a carbonização em profundidade na dentina. Desse modo, tal *laser* mostrou-se pouco efetivo e outros sistemas foram sendo pesquisados como o CO₂ e Nd:YAG. Entretanto, ambos causaram a carbonização tecidual devido à pequena absorção desses comprimentos de onda tanto pelo esmalte quanto pela dentina.

Dederich et al. (1984), avaliaram a capacidade do laser Nd:YAG em promover a fusão da parede dentinária do canal radicular, para isso utilizaram oito primeiros e segundos molares inferiores humanos extraídos que foram instrumentados até a lima nº 25. A dentina circundante dos canais foi pintada com tinta cor preta para aumentar a absorção pelo laser. Foi utilizado o Nd:YAG com níveis de potência de

25W, 37W e 50W, com fibra óptica de 600µm de diâmetro, a 3mm da dentina com um tempo de aplicação na ordem de 0,5s. Após a avaliação dos espécimes em MEV os autores concluíram que ocorreu fusão e recristalização tanto dos plugs dentinários quanto da dentina circundante. Relataram também, que o grau de fusão variava de mínimo a completo. Foi relatada ainda a presença de espaços e trincas em alguns espécimes, sendo necessários mais estudos para determinar parâmetros de exposição capazes de promover fusão da dentina sem produzir espaços, trincas e calor no tecido.

Morioka et al. (1985), realizou um estudo utilizando dentes molares de cobaias que foram irradiados com um laser de Nd:YAG, modo livre e fluências variando entre 10 J/cm² e 50 J/cm², tentaram correlacionar a densidade de energia do laser com a resistência adquirida pelo esmalte. Os autores concluíram que, no intervalo de energia utilizado, quanto maior a fluência, maior era a resistência do esmalte frente à desmineralização.

Em 1989, Keller e Hibst utilizando um *laser* de Er: YAG relataram que de acordo com a energia utilizada ocorria remoção parcial do tecido dental, isto ocorria através de microexplosões que não causavam danos térmicos aos tecidos adjacentes devido à grande absorção desse comprimento de onda (emissão de 2,94 mj) pela água e radicais hidroxila da hidroxiapatita presentes na subsuperfície da estrutura dental.

Investigando as alterações na estrutura e composição do esmalte irradiado, Oho e Morioka em 1990 irradiaram dentes humanos extraídos com laser de Nd:YAG e laser de Argônio, observando em microscopia de luz polarizada e em espectroscopia de infravermelho. Os autores encontraram importante redução na quantidade de água, substâncias orgânicas e carbonato. Estes achados significaram que o esmalte irradiado apresentava diminuição dos espaços inter e intra-cristalinos. A redução na quantidade de carbonato refletiu na resistência

ao ataque ácido. O estudo levou à conclusão que, no esmalte irradiado, o cálcio liberado pelo ataque da solução desmineralizadora é incorporado e depositado nos pequenos espaços produzidos pela radiação laser.

Tagomori et al. (1989) avaliaram *in vitro* os efeitos da combinação da luz *laser* e de soluções fluoretadas sobre a resistência ao ataque ácido de amostras de esmalte. Os dentes foram irradiados através de um aparelho laser de Nd:YAG de duração de pulso de 0,3 ms e com uma energia por pulso de 0,7J. A densidade de energia utilizada por pulso variava de 0 a 10/cm², no modo desfocado e a densidade de potência de pico do aparelho variava de 0 a 3,6 x 10⁶ W/cm². As superfícies de esmalte foram irradiadas com os seguintes parâmetros: taxa de repetição de 20 pps, tempo de irradiação de 0,5s (10 pulsos) e densidade de energia variando entre 0 e 100 J/cm². Antes da irradiação as amostras de esmalte foram tratadas com tinta nanquim para facilitar a absorção da radiação. Após a irradiação, as amostras foram embebidas em 1 ml de uma solução de NaF a 2% ou flúor fosfato acidulado (FFA) (2% NaF, 0,68 M H₂PO₄, pH 5,3) e incubadas a 37°C por 5 min, 60 min e 24 horas. A seguir algumas amostras sofreram ataque ácido, sendo que outras não condicionadas serviram como grupo controle. A resistência ao ataque ácido do esmalte tratado foi determinada pela taxa dissolução de cálcio através de espectrofotometria de absorção atômica. As amostras foram observadas em microscopia eletrônica de varredura (MEV) e através de microanálise de sonda eletrônica (EPM). Os resultados do estudo apontaram para um grande aumento na resistência do esmalte após o tratamento das amostras com a irradiação laser seguido pela aplicação da solução de FFA. Efeitos mais discretos foram obtidos com aplicação de FFA antes da irradiação laser, que foi similar aos efeitos obtidos pelas amostras que receberam somente tratamento com FFA. Resultados parecidos foram obtidos nas amostras que sofreram somente irradiação *laser*. A aplicação de FFA após a irradiação *laser* produziu uma grande fonte de flúor no esmalte. A solução de NaF produziu efeitos mais

discretos na resistência do esmalte, ao mesmo tempo em que menos flúor foi liberado, mesmo quando a amostra de esmalte foi irradiada pelo laser de Nd:YAG.

Hesse et al. (1990) realizaram um estudo sobre as mudanças morfológicas na superfície do esmalte ocorridas pela irradiação com laser de Nd:YAG. Utilizaram dentes humanos extraídos. O aparelho operou nos parâmetros de energia 30 mJ e 75 mJ e taxa de repetição de 10 pps e 15 pps, respectivamente. A densidade de energia total foi de 95,5 J/cm² e 238,8 J/cm², respectivamente, a qual foi liberada através de uma ponta de fibra óptica de 200µm de diâmetro. Um iniciador laser foi utilizado visando provocar uma maior absorção da radiação. Analisando sob MEV, as amostras que foram irradiadas com uma energia de 30 mJ, visualizaram numerosas crateras de irradiação. Estas cavidades ocorriam individualmente ou em grupos, dentro e entre pequenas cristas irregulares ou mesmo elevações. Áreas de rachaduras pareciam na região irradiada, as quais não se observavam no grupo não irradiado. O autor interpretou-as como causadas por acentuadas diferenças térmicas ocorridas na matriz do esmalte ou mesmo provocadas por artefatos de técnica. A aparência das amostras irradiadas por energias de 75 mJ e uso de iniciador mostrou superfícies com crateras em forma de disco de impacto que tinham aproximadamente entre 230 e 250 µm de diâmetro. O centro destas crateras apresentava-se plano ou levemente côncavo e eram preenchidos por cristas tênues e baixas e também depressões. Numerosas porosidades estavam presentes. Cada um destes discos estava rodeado por uma zona ou halo de esmalte alterado. O esmalte nestas regiões era liso e com presença de pequenas crateras circulares ou poros. O autor concluiu que, a aparência morfológica microscópica da superfície do esmalte irradiado, poderia aumentar a resistência adesiva entre a superfície de esmalte condicionada pela irradiação e materiais restauradores utilizados clinicamente.

Para analisar os efeitos de um laser pulsado de Nd:YAG sobre o esmalte e a dentina em dentes humanos extraídos, Myers em 1990 realizou uma análise histológica através do MEV. Antes da irradiação laser, os dentes foram cobertos com uma solução fotoativadora. O aparelho operou nos parâmetros de 0,8 W de potência, energia de 80 mJ e frequência de 10 Hz para a irradiação da superfície do esmalte. As amostras de dentina hígida foram também irradiadas com os mesmos parâmetros energéticos e levadas à microscopia. As amostras de dentina cariada foram divididas em dois sub-grupos onde um foi irradiado e o outro serviu como controle não irradiado. As amostras irradiadas sofreram cortes histológicos e avaliadas em microscopia óptica. Os resultados demonstraram que o esmalte irradiado apresentava-se com múltiplos padrões circulares que se sobrepunham uns aos outros. Crateras no esmalte foram observadas e alcançavam a profundidade de 15 a 40 μm . Enquanto que áreas de carbonização não estavam presentes, pequenos corpos esferoidais se destacavam e representavam áreas superficiais de ressolidificação de cristais de hidroxiapatita. Também ausentes das amostras, quando observadas em MEV, estavam áreas de rachaduras ou fissuras no tecido não irradiado adjacente às crateras. Nas amostras de dentina não cariada, eram observadas sob MEV, crateras provenientes dos pulsos de irradiação. Sob maior aumento, a superfície irradiada tomava a aparência de mosaico com pequenos corpos esféricos sobressaindo-se à superfície. Uma vez mais, áreas de rachaduras ou fissuras no tecido não irradiado adjacente estavam ausentes. Sob microscopia óptica, as amostras de dentina cariada não mostravam qualquer evidência de rachaduras ou separação dos túbulos dentinários. A superfície dentinária irradiada exibia a formação de crateras e depressões, e áreas de carbonização. Abaixo desta camada observavam-se áreas de alterações estruturais dos túbulos dentinários, até uma profundidade de 40 μm .

Schaller et al. em 1997 avaliaram o efeito do tratamento com laser Nd:YAG na permeabilidade da dentina. Quarenta discos de dentina foram utilizados, obtidos pela secção horizontal do terço médio da coroa de terceiros molares recém-extraídos e não cariados. Após a remoção da polpa os discos foram regularizados com lixa d'água de granulação 600 até a espessura de 3,5 mm e divididos em quatro grupos (n=10), três grupos em que a dentina recebeu tratamento com o laser Nd:YAG (American Dental Laser Inc – Troy EUA) - comprimento de onda de 1,060 μm , no modo contato com fibra óptica de 320 μm nos seguintes parâmetros: Grupo A) 60 mJ e 10Hz; Grupo B) 90 mJ e 10 Hz; Grupo C) 120 mJ e 15 Hz. O grupo D (controle) não recebeu tratamento com laser. Os discos foram colocados em um dispositivo para mensurar a mudança na permeabilidade da dentina antes e após o tratamento com o laser. A mensuração foi realizada através do grau de filtração dos túbulos dentinários, por meio de uma solução radioativa de Ringer sobre uma pressão de 30 cmH_2O . O teste ANOVA mostrou uma significativa influência do tratamento com o laser Nd:YAG na permeabilidade da dentina ($p<0,001$). O coeficiente médio do grupo controle e o grupo tratado com laser foi $2,19 \pm 0,86$ para o parâmetro de 60 mJ; $1,49 \pm 0,88$ para o parâmetro de 90 mJ e $2,04 \pm 2,17$ para o de 120 mJ. O condicionamento da superfície tratada com laser teve significativa influencia estatística na permeabilidade da dentina somente no grupo A ($p<0,001$). Os autores concluíram que o tratamento com laser Nd:YAG geralmente aumenta a permeabilidade da dentina, porém um aumento controlado.

Em 1999 Ariyaratnam et al., investigaram os efeitos provocados na superfície dentinária após a utilização de um laser de Nd:YAG atuando como condicionador, a fim de propiciar a adesão de um material restaurador à dentina. Superfícies dentinárias de molares recentemente extraídos foram irradiadas com o laser em diferentes parâmetros. A análise das características da superfície dentinária foi feita

por um perfilômetro. Os resultados foram analisados pelo programa SPSS/PC e foi realizado o teste de variância múltipla. Os espécimes foram examinados através de MEV. Os resultados do estudo mostraram que as amostras irradiadas exibiam uma morfologia qualitativamente diferente quando comparado às amostras não irradiadas. O tratamento laser com os parâmetros mais altos, ocasionaram a formação de microrrachaduras e fissuras na superfície dentinária. A adesão da resina composta à dentina tratada com o laser, não foi significativamente diferente da dentina não tratada, mesmo se considerarmos o fato de que a rugosidade superficial da dentina tratada era significativamente maior do que a da dentina não tratada.

Com objetivo de comparar os efeitos *in vitro* dos lasers de CO₂, Nd:YAG e Er:YAG na morfologia da dentina, Kawabata et al. em 1999 analisaram trinta pré-molares humanos. O esmalte foi desgastado até a exposição da dentina superficial. A dentina foi polida com lixa d'água de granulação 400 a 800 e uma área de 4x3 mm² foi delimitada para a irradiação com laser. Os dentes foram divididos em três grupos de acordo com o laser utilizado. G1) foi utilizado laser CO₂ LX-20SP para aplicação em pulso normal (PN) e super pulso (SP) com potência de 2W, faixa de 10 a 100 ms e frequência variando de 2 a 20 Hz. O laser foi aplicado em cinco padrões para cada tipo de pulso: PN1) 10 ms e 10 Hz; PN2) 10ms e 20 Hz; PN3) 20 ms e 20 Hz; PN4) 50 ms e 2 Hz e PN5) 100 ms e 2 Hz. Para o super pulso (SP) a potência foi de 2W, a faixa de 10 a 15 ms e a frequência de 2 a 30 Hz. Os padrões de irradiação foram: SP1) 10 ms e 10 Hz; SP2) 10 ms e 20 Hz; SP3) 10 ms e 30 Hz; SP4) 15 ms e 2 Hz e SP5) 15 ms e 5 Hz. Ambos PN e SP foram aplicados a uma distância de 1 mm, usando uma ponta cerâmica de 0,8 mm de diâmetro. G2) uma tinta foi aplicada na área a ser irradiada. O laser utilizado foi Nd:YAG DOL8 (SLT, Japão) aplicado a uma distância de 1 mm e um nível de energia de 50 a 200 mJ/pulso e frequência de 10 Hz, usando fibra óptica de 0,6 mm de diâmetro. G3: O Er:YAG utilizado Erwin foi aplicado usando modo

contato sob refrigeração. O nível de energia foi de 50-200 mJ/pulso, frequência de 10 Hz e uma ponta de 0,6 mm em contato foi empregada. As amostras foram preparadas para a análise em MEV (JCXA-733, JEOL) em 12 Kv. Metades das amostras foram utilizadas para observar as superfícies irradiadas. A outra metade foi seccionada verticalmente na superfície irradiada para observar suas secções longitudinais. Para avaliar os efeitos do laser na dentina tubular, cinco amostras foram preparadas, expostas a cada tipo de laser sob cada série de condições. Na dentina não irradiada, os túbulos não foram visíveis devido à presença de *smear layer*. A aplicação de laser de CO₂ resultou em selamento dos túbulos dentinários, sendo que os do super pulso também apresentaram na superfície rugosidade e rachadura. A aplicação de laser Nd:YAG na energia de 50 a 100 mJ/pulso resultou na formação de estrutura fundida, com fendas e irregularidades. Quando a energia foi de 150 mJ/pulso foram observadas estruturas esféricas em adição ao aspecto de fundição. No corte longitudinal foi observado selamento dos túbulos dentinários. No grupo Er:YAG os túbulos dentinários permaneceram abertos após a aplicação do laser em todas as condições, a superfície irradiada ficou irregular; a secção longitudinal também revelou túbulos dentinários não selados. No teste de penetração do corante quando o laser de CO₂ foi aplicado no pulso de 50 milisegundos para o normal e 15 milisegundos para o SP, a penetração do corante foi profunda comparada com os outros pulsos, mas não alcançou a cavidade pulpar. Quando o Nd:YAG foi aplicado no nível de energia de 50-100 mJ/pulso, o corante não alcançou a cavidade pulpar e sua penetração foi suprimida se comparada às amostras não irradiadas; quando o nível de energia foi de 150 mJ/pulso, o corante penetrou a cavidade pulpar. No Er:YAG ocorreu penetração de corante na cavidade pulpar em todas as condições. Os autores concluíram que o laser Er:YAG não selou os túbulos dentinários, já o laser Nd:YAG selou os túbulos, mas produziu micro rachaduras de vários tamanhos, enquanto o laser CO₂ se mostrou capaz de selar os túbulos

dentinários, sendo o SP particularmente proveitoso uma vez que não induziu carbonização e fendas excessivas. Também observaram que o uso do CO₂ foi mais adequado para o selamento dos túbulos para o propósito de revestimento e que as condições ótimas foi largura do pulso de 10 a 20 milissegundos e frequência de 10 a 20 Hz no PN e largura de 10ms e frequência de 10 a 30Hz para o SP.

Matos et al. em 1999, avaliaram a influência da dentina tratada com laser Nd:YAG na resistência adesiva antes e após o procedimento adesivo. Trinta incisivos humanos foram incluídos em resina acrílica com a superfície vestibular voltada para cima. A superfície foi desgastada até a exposição da dentina, em baixa rotação. As amostras foram divididas em três grupos de acordo com o tratamento da dentina. G1) Controle – aplicação de ácido fosfórico 35% por 20 s, lavado e delicadamente seco e mais duas camadas Single Bond (3M), sendo cada uma fotopolimerizada por 20 s; G2) a superfície da dentina foi irradiada com laser Nd:YAG e os mesmos procedimentos que G1; G3) mesmo que G1, porém a segunda camada de Single Bond não foi fotopolimerizada. A amostra foi irradiada com laser Nd:YAG com comprimento de onda de 1,064 µm, 0,6W, 15 Hz e 40 mJ/ pulso com fibra óptica de 400 µm, no modo contato a 1mm de distância por 30 s. Sobre as amostras, espécimes em resina composta Z100 (3M, St. Paul, MW) foram construídas com 3 mm de diâmetro por meio de uma matriz de *teflon*. A resina composta foi inserida em três incrementos sendo cada um polimerizado por 40 s com uma intensidade de luz de 460 mW/cm². As amostras foram armazenadas em água destilada por 24 h a 37°C. Em seguida foi realizado o teste de resistência adesiva em máquina universal Instron, modelo 4442 (Instron Corp, Canton, MA) a uma velocidade de 0,5 mm/min. A análise de variância $p < 0,05$ determinou que o tipo de tratamento dentinário usado influenciou a resistência adesiva. O teste de Tukey determinou, entretanto, que o G1, sem laser, (15,46 MPa) e G3, com laser após a aplicação do adesivo, (15,67 MPa) tiveram resultados

similares, ambos maiores do que o G2, laser antes da aplicação do adesivo (4,57 MPa). Os autores concluíram que o tipo de tratamento dentinário, especialmente o uso do laser Nd:YAG, teve influência na resistência adesiva da resina composta, e que mais estudos deveriam ser realizados sobre a camada híbrida formada pela utilização do laser

Gonçalves et al. em 1999, realizaram um estudo com o objetivo de investigar os efeitos na resistência adesiva do pré-tratamento da dentina com irradiação a laser, condicionamento ácido e hipermineralização. Foi utilizado neste estudo o sistema adesivo Scotchbond Multi-Use Plus (3M). Sessenta incisivos bovinos foram selecionados e armazenados a -18°C em água destilada. A superfície vestibular foi desgastada até a exposição da dentina superficial, foi realizada uma tomada radiográfica de cada dente para padronizar a espessura da dentina. Os espécimes foram divididos em 2 grupos: (1) o controle, que foi mantido em água destilada a 4°C; (2) hipermineralizado, que foi mantido em solução hipermineralizante a 4°C por 14 dias. Cada um destes grupos citados foi subdividido em três grupos, de acordo com o pré-tratamento da dentina: segundo normas do fabricante – F (condicionamento ácido+ *primer* + adesivo); AL (condicionamento ácido+ *primer* + adesivo + laser) e LA (laser + condicionamento ácido + *primer*+ adesivo). Após a inserção dos cilindros de resina composta (Z100-3M), procedeu-se o teste, de resistência adesiva executada em uma máquina Instron (célula de carga de 500 kg a 0,5 mm/min), seguido por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios. Os dados foram submetidos ao teste estatístico ANOVA: AL (9,96 MPa), F (7,28 MPa) e LA (4,87 MPa). Os resultados demonstraram que o pré-tratamento da dentina com laser após a aplicação do sistema adesivo, grupo AL, foi promissor na criação de um novo substrato, originando os maiores valores de resistência adesiva.

Com o objetivo de avaliar a resistência adesiva da dentina tratada com laser de Nd:YAG, Matos et al., em 2000, realizaram um

estudo com resina composta em esmalte com aplicação do laser antes e após procedimento de adesão, utilizando um sistema adesivo autocondicionante. Quarenta e oito dentes humanos hígidos foram utilizados neste estudo. Os dentes foram embutidos em resina acrílica com a superfície vestibular voltada para cima e tiveram a superfície do esmalte exposta por meio de lixa d'água de granulação 180. As amostras foram divididas em seis grupos, de acordo com o substrato e o tipo de tratamento: GI (controle) – esmalte com Clearfil Liner Bond 2V (J.Morita Corp, Osaka, Japão). (CLB2V) seguindo recomendações do fabricante; GII – irradiação do esmalte com Nd:YAG + CLB2V; GIII – esmalte + CLB2V sem fotopolimerização + irradiação com Nd:YAG; GIV (controle) – dentina + CLB2V; GV – dentina + Nd:YAG + CLB2V; GVI – dentina + CLB2V sem fotopolimerização + Nd:YAG. O laser Nd:YAG Pulse Máster 1000 (American Dental Technology, MI) com $\lambda=1,064\ \mu\text{m}$ e 150 μs de duração do pulso. Os parâmetros usados foram 0,6W, 15Hz e 40mJ/pulso com fibra óptica de 320 μm perpendicular a superfície dental, a 1 mm da superfície por 30s. Em seguida, foram feitos dois incrementos cilíndricos de 3 mm de diâmetro da resina composta Clearfil APX (J.Morita, Japão), com auxílio de uma matriz de *teflon*. Cada incremento foi fotopolimerizado por 40s com aparelho XL 1500 com 460 W/cm² de intensidade de luz (Demetron Research Corp, Danbury). As amostras foram armazenadas em água destilada por 24 h a 37°C e, então, submetidas ao teste de resistência adesiva em máquina universal Instron modelo 4442 (Instron Corp, Canton, MA), com uma velocidade constante de 0,5mm/min. Os dados foram submetidos aos testes ANOVA e Tukey. A média para o esmalte foi de 15,54 MPa, menor do que a média para a dentina 20,38 MPa. A resistência adesiva dos grupos em que o laser foi aplicado na dentina antes do adesivo foi em média 15,73 MPa sendo menor do que os grupos em que o laser foi depois do adesivo 20,6 MPa. A interação dos resultados entre os grupos GI x GIII; GII x GIII; GIV x GI; GII x GV foi estatisticamente significativa. Os autores concluíram que a resistência

adesiva da resina composta com o sistema adesivo autocondicionante foi maior em dentina do que em esmalte e que o melhor momento para a aplicação do Nd:YAG é após da aplicação do sistema adesivo. O sistema adesivo autocondicionante testado pode ser usado juntamente com o laser Nd:YAG sem comprometer a adesão à dentina.

Para avaliar microinfiltração em restaurações de resina composta com preparo cavitário e pré-tratamento dentinário realizado por laser, Araújo et al. (2001) utilizaram Microscopia Óptica e MEV. Usaram para o preparo, laser de Er:YAG (Kavo Key, Alemanha) 350 mJ, 4 Hz e $116,7\text{J}/\text{cm}^2$, e para pré-tratamento dentinário, laser de Nd:YAG (Pulse Máster 1000-ADT), foi utilizado 60mJ, 10s e densidade de energia de $74,6\text{J}/\text{cm}^2$. Empregaram oitenta dentes bovinos com preparos nas faces vestibular e lingual, totalizando 160 preparos que foram divididos em oito grupos. G-I (preparo com laser de Er:YAG + Prime & Bond NT + TPH), G-II (preparo com laser Er:YAG + Single Bond + Z100), G-III (preparo com laser Er:YAG + Single Bond + laser de Nd:YAG + Z100), G-IV (preparo com laser Er:YAG + Prime & Bond NT + laser de Nd:YAG + TPH), G-V (preparo convencional + Prime & Bond NT + TPH), G-VI (preparo convencional + Single Bond + Z100), G-VII (preparo convencional + Single Bond + laser de Nd:YAG + Z100), G-VIII (preparo convencional + Prime & Bond NT + laser de Nd:YAG + TPH). Os dentes restaurados foram termociclados por 300 ciclos nas temperaturas entre $5^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e $55^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (30s cada temperatura). Em seguida foram mergulhados em nitrato de prata 50% por 24 h, em total ausência de luz e colocados em solução foto-reveladora sob luz fluorescente por 6h, para o teste de infiltração marginal. Foram seccionados no sentido inciso gengival obtendo três fatias. A avaliação da microinfiltração na margem gengival foi feita através de lupa estereomicroscópica segundo escores de zero a quatro. A fatia mediana foi polida e preparada para avaliação da nanoinfiltração em MEV. O grupo G3 (LSNd), preparo com laser Er:YAG +

Single Bond + laser Nd:YAG, apresentou os menores valores quanto à microinfiltração e nanoinfiltração.

Oda *et al.* (2001), observou morfologicamente em um estudo comparativo por microscopia eletrônica de varredura, que a união entre adesivo e a resina composta à dentina irradiada com o *laser* de Er:YAG ou Nd:YAG, utilizados em substituição ao condicionamento ácido ou associados, foi melhor nos grupos irradiados com o *laser* de Er:YAG e condicionamento ácido, onde foi possível verificar nitidamente a penetração da resina nos túbulos dentinários. Em relação aos grupos irradiados com o *laser* de Nd:YAG houve apenas uma aparente superposição da resina na superfície dentinária, sugerindo que houve oclusão dos túbulos com características de fusão na dentina.

Em 2001, Sazak *et al.* verificaram o efeito do laser de Nd:YAG, abrasão, jateamento e condicionamento ácido no conteúdo mineral e morfológico da dentina e esmalte. Dez terceiros molares humanos foram seccionados transversalmente na junção esmalte-cemento com disco diamantado em baixa rotação. De cada coroa, foram obtidas quatro fatias de esmalte e dentina, resultando em quarenta superfícies. As fatias de esmalte foram obtidas através de dois cortes longitudinais nas coroas dos molares. Já as fatias de dentina foram obtidas através de uma secção transversal no meio oclusal da coroa e dois cortes longitudinais. Em seguida, as fatias foram embutidas em blocos de resina acrílica quimicamente ativada e divididas em quatro grupos. G1) controle, não recebeu tratamento; G2) a superfície foi atacada por ácido fosfórico 37% (3M Dental Products, EUA) sendo 60s em esmalte e 30s em dentina, em seguida, as superfícies foram lavadas com água e secas com jato de ar; G3) foi utilizado o laser de Nd:YAG Pulse Máster 600 (American Dental Technology Corp., EUA) com $\lambda=1,064\mu\text{m}$ com fibra óptica de 320 μm de diâmetro em contato, os parâmetros foram 0,75 J de energia e 15 Hz frequência por 2 s (antes da aplicação do laser, a superfície do esmalte foi pintada com tinta preta para

melhor absorção da luz laser); G4) foi feito jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm a uma pressão de 60psi no aparelho KCP 1000 Whispyet (American Dental Technology Inc) o tempo de aplicação foi de 2 s em esmalte e 1 s na dentina a uma distância de 2 mm da superfície. As amostras foram preparadas para análise morfológica em MEV (JEOL JSM T330, Japão) em 20 Kv. O conteúdo de cálcio, fósforo, enxofre e potássio no esmalte de cada amostra foram mensurados por meio do MEV e de um Espectrômetro de energia dispersiva (Tracor Northen Inc, X Ray Detectors, WI53562, EUA) simultaneamente. As diferenças no conteúdo do mineral entre controle e os grupos tratados foram analisadas usando o teste de Mann-Whitney V. Morfologicamente, a dentina tratada com laser mostrou uma superfície aparentemente fundida com obstrução parcial dos túbulos dentinários, bem como rachaduras ao longo da sua extensão. O jateamento criou uma superfície muito irregular no esmalte e na dentina, além da obliteração dos túbulos dentinários. Já na dentina condicionada por ácido foram observados túbulos dentinários. O conteúdo de cálcio no esmalte tratado por laser foi maior do que do grupo controle, embora não significativo. A única mudança significativa no conteúdo mineral foi a redução de Ca na dentina do grupo controle em relação à dentina tratada por laser. Os autores concluíram que o Nd:YAG e o jateamento criaram uma irregularidade de superfície maior, em menos tempo do que o condicionamento com ácido fosfórico no esmalte e dentina. Entretanto, a irradiação com laser causou mudanças no conteúdo mineral da superfície de esmalte e dentina. Mais estudos devem ser realizados para determinar o exato relacionamento do grau de irregularidades na superfície, resistência adesiva e microinfiltração.

Lizarelli e Bagnato em 2002 realizaram uma análise do esmalte e dentina exposto ao laser de Nd:YAG através de um regime de picossegundos. Nesse estudo foi utilizado um laser de Nd:YAG em picossegundo "Q-switched" e "mode-locked" (Antares 76-s, Coherent,

Palo Alto, CA), três molares humanos recém-extraídos e foram realizados 15 microcavidades em esmalte e 9 em dentina. Os parâmetros para irradiar o esmalte seguiram uma frequência fixa de 100 Hz e potência média de 1,3 W; enquanto que para a dentina, a frequência foi fixada em 15 Hz enquanto que a potência média variou em 800, 700 e 600 mW. Nesse experimento, foi possível observar a influência da energia total entregue nos tecidos esmalte e dentina, quando potências médias mais altas foram escolhidas. O esmalte demonstrou ser mais capaz de dissipar as ondas de choque do que a dentina, uma vez que as trincas originadas nas microcavidades foram mais frequentes em tecido dentinário, diferentemente do esmalte. Em conclusão, parece que para manter os aspectos de definição de bordas é importante escolher tempos de irradiação mais curtos, quando as potências médias forem mantidas mais altas, ou seja, energia total entregue mais baixa e bem localizada.

Em 2003, Kawaguchi et al. avaliaram a influência de laser de Nd:YAG na microinfiltração marginal de restaurações de resina composta. Neste estudo foram realizadas cavidades classe V em trinta e seis incisivos bovinos, os quais foram divididos em três grupos (n=12): Grupo 1) controle; Grupo 2) irradiação com laser de Nd:YAG antes da aplicação do sistema adesivo SB (3M-ESPE); Grupo 3) irradiação com laser de Nd:YAG após a aplicação do sistema adesivo SB (3M-ESPE). Os parâmetros do laser foram: 40 mJ, 15Hz, 0,6W, sem contato, a uma distância de 1 mm da superfície dentinária, por 30s. Posteriormente, foram feitas as restaurações com a resina composta Z-250 (3M-ESPE). Após o polimento das restaurações e da termociclagem, os espécimes foram impermeabilizados e imersos em solução de nitrato de prata 50% por 8h, na total ausência de luz. Em seguida, os dentes foram cortados no sentido longitudinal e analisados quanto ao grau de infiltração marginal. Os resultados foram submetidos ao teste estatístico de Kruskal-Wallis ao nível de significância de 5%. Os autores concluíram que o laser de

Nd:YAG não influenciou a microinfiltração marginal das restaurações de resina composta, independentemente do momento de sua aplicação.

Coelho em 2004, avaliou a resistência adesiva de resina composta em dentina bovina, tratada com hipoclorito de sódio, laser de Er:YAG e Nd:YAG, empregando sistema adesivo monocomponente e autocondicionante. Utilizou - se 120 dentes bovinos que tiveram as raízes seccionadas. Após embutimento em resina acrílica, as superfícies vestibulares foram desgastadas com lixas numa sequência de granulação decrescente para padronizar a *smear layer* e expor a dentina até a espessura de 2 mm. A área de adesão foi delimitada em 3 mm de diâmetro. Os espécimes foram divididos em oito grupos, de acordo com o sistema adesivo e tratamento dentinário realizado: G1- SB -Single Bond (3M); G2 -CSEB -Clearfil SE Bond (Kuraray); G3 -SBH - após condicionamento ácido foi utilizado o hipoclorito de sódio a 10% durante 60s. Em seguida o Single Bond; G4 -CSEBH -após condicionamento ácido foi utilizado o hipoclorito de sódio a 10% durante 60s, em seguida CSEB; G5 - Laser Er:Y AG -60mJ de pulso e 10Hz por 60s e Single Bond; G6 -Laser Er:YAG por 60mJ de pulso e 10Hz por 60s e CSEB; G7 -Laser Nd:YAG -60mJ e 10Hz por 20s e Single Bond; G8 -Laser Nd:YAG- 60mJ e 10Hz por 20s e CSEB. A resina composta TPH (Dentsply) foi inserida pela técnica incremental, em matriz bipartida, sobre a área preparada. Após 24 horas de armazenagem em água destilada a 37°C, os espécimes foram submetidos à força de cisalhamento, em uma máquina de ensaios universal (EMIC), a uma velocidade de 0,5mm/min. Para análise estatística foram empregados os testes t (Student), comparação múltipla de Dunnet e Tukey, e análise de variância (ANOVA). Concluiu que o sistema adesivo autocondicionante apresentou resistência adesiva, significativamente maior que o monocomponente; que o tratamento da dentina com NaClO e laser de Er:YAG apresentou resistência adesiva maior e estatisticamente significativa com o sistema adesivo autocondicionante (CSEB), e que o tratamento da dentina com laser de

Nd:YAG apresentou resistência adesiva maior e estatisticamente significativa, com o sistema monocomponente (SB).

Ribeiro, em 2005, comparou a resistência adesiva da dentina condicionada com laser Er:YAG ou com ácido fosfórico 37% e posteriormente, pré-tratada ou não com o laser Nd:YAG. Cinquenta e seis molares humanos hígidos foram utilizados, os quais tiveram a porção coronária dividida em três fatias. As fatias foram embutidas em resina acrílica e a dentina superficial foi exposta com lixas d'água. A área adesiva foi delimitada por uma fita seladora com perfuração de 3 mm de diâmetro. Os espécimes foram, então, divididos em quatro grupos, os quais receberam quatro diferentes formas de tratamentos: GRUPO 1 (controle) = ácido fosfórico 37% + sistema adesivo Single Bond - SB (3M-ESPE); GRUPO 2 = ácido fosfórico 37%, + SB + Nd:YAG (140 mJ, 10 Hz); GRUPO 3 = Er:YAG (60 mJ, 10 Hz) + SB; GRUPO 4 = Er:YAG (60 mJ, 10 Hz) + SB + Nd:YAG (140 mJ, 10 Hz). Na sequência, os sistemas adesivos foram fotopolimerizados por 10s, seguidos da confecção das restaurações de resina composta Z100 (3M) por meio de uma matriz metálica. Então, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37°C por uma semana. Posteriormente, foram submetidas ao ensaio mecânico de cisalhamento a uma velocidade de 0,5 mm/min e carga de 100Kgf. Não houve diferença estatisticamente significativa entre G1 ($17,05 \pm 4,15$) e G2 ($16,90 \pm 3,36$). Porém, os mesmos apresentaram maiores médias de resistência adesiva do que G3 ($12,12 \pm 3,85$) e G4 ($12,92 \pm 2,73$), que também não apresentaram diferença estatística significativa entre si. O autor concluiu que o condicionamento convencional com ácido fosfórico promoveu resultados mais favoráveis de adesão à dentina e o tratamento com o laser Nd:YAG foi indiferente.

Rolla et al. em 2006, investigaram a influência de Nd: YAG na resistência à microtração (microTBS) de diferentes sistemas adesivos para dentina humana. Terceiros molares tiveram sua superfície oclusal desgastadas até expor dentina. Os dentes foram então divididos

aleatoriamente em seis grupos. Cada sistema adesivo foi aplicado, de acordo com as instruções dos fabricantes, e a superfície da dentina com e sem Nd:YAG (0,9 W, 15 Hz, 60 mJ por pulso). Um bloco de compósito foi construído sobre a camada adesiva. Os espécimes foram seccionados para obtenção de 0,70 x 0,70 mm de seção transversal. Vinte corpos de prova foram selecionados para cada grupo, e então foram submetidos à microtração em uma máquina universal de ensaios. De acordo com o teste a t-Student, para o Single Bond, não houve diferença estatisticamente significativa entre dentina com ou sem exposição ao laser. Para o Tyrian SPE / One Step Plus, valor microTBS com laser (27,09 MPa) foi estatisticamente maior do que sem laser (19,13 MPa), bem como para Adper Prompt L-Pop (22,85 e 13,78 MPa; $p \leq 0,01$). A aplicação do laser Nd:YAG na dentina proporcionou um aumento nos valores de cisalhamento para o Tyrian SPE / One Step Plus e Adper Prompt L-Pop sistemas adesivos, mas não influenciou a resistência adesiva do sistema adesivo Single Bond.

O estudo realizado por Dayem em 2008 avaliou a profundidade de penetração dos sistemas adesivos através da dentina condicionada, desproteínizada com Nd: YAG ou hipoclorito de sódio 10% (NaOCL), por meio de microscopia de luz fluorescente. Na superfície vestibular e lingual de sessenta pré-molares humanos superiores extraídos foram realizadas cavidades classe V. Os dentes foram divididos aleatoriamente em dois grupos, cada um constituído por 30 dentes e cada grupo subdividido em três subgrupos, cada um com dez dentes (20 cavidades): grupo 1 Excite bond, que foi subdividida em Grupo 1A, ataque ácido/Nd:YAG, grupo 1-B, ataque ácido/10% NaOCl, e grupo 1C, ataque ácido; grupo 2, sistema adesivo Solobond, que foi subdividida em grupo 2-A, ataque ácido/Nd:YAG mais sistema adesivo Solobond Plus, grupo 2-B, ataque ácido/10% NaOCl mais sistema adesivo Solobond Plus e grupo 2-C, ataque ácido mais sistema adesivo Solobond Plus. Os dentes foram

preparados para análise de microscopia luz fluorescente (FLM) e os resultados mostraram que o tratamento com ataque ácido/Nd:YAG levou a um aumento significativo da profundidade de penetração do sistema adesivo, e que a profundidade máxima de penetração do sistema adesivo ocorreu através do condicionamento ataque ácido/Nd:YAG foi significativamente maior que o condicionamento ataque ácido/10% NaOCl. O sistema adesivo Solobond Plus mostrou a profundidade de penetração máxima, maior que o sistema adesivo Excite.

Kuwana em 2008 avaliou em MEV a influência da irradiação com laser Nd:YAG na qualidade da hibridização da dentina bovina, empregando-se sistema adesivo convencional *Adper Single Bond* – 3M ESPE (ASB) ou autocondicionante *Clearfil SE Bond* – Kuraray (CSEB). Para tanto, foram utilizados 10 incisivos bovinos, extraídos e congelados. Os dentes foram seccionados em duas hemi-coroas e incluídos em resina acrílica. Em seguida, a superfície vestibular foi desgastada até a obtenção da dentina de profundidade média. Cada hemi-coroa do mesmo dente, foram submetidas em sua porção incisal ao ASB e em sua porção cervical ao CSEB, em seguida as amostras foram divididas em 3 grupos, de 5 hemi-coroas cada: GI – controle, após a aplicação dos sistemas adesivos foi realizada a fotopolimerização; GII – após a aplicação dos sistemas adesivos a amostra foi irradiada com laser Nd:YAG com 60 mJ de energia/pulso e em seguida a fotopolimerização e GIII – após a aplicação dos sistemas adesivos a amostra foi irradiada com laser Nd:YAG com 140mJ de energia/pulso e em seguida a fotopolimerização. Todas as amostras receberam a aplicação de dois incrementos de resina composta *Filtek Z350* – 3M ESPE e fotopolimerização de acordo com as orientações do fabricante. Após 24h de armazenagem em água destilada a 37°C, os perfis de adesão foram polidos, submetidos a um desafio ácido-base, e processados para análise em MEV. Os resultados foram submetidos aos testes estatísticos de

Análise de Variância (ANOVA) e de Tukey. Quanto à espessura de hibridização a associação da irradiação com laser Nd:YAG no parâmetro de 140 mJ/cm^2 após a aplicação do sistema adesivo, previamente à fotopolimerização promoveu as maiores médias de espessura da camada híbrida, independente do sistema adesivo empregado. A menor espessura da camada híbrida foi apresentada pelas amostras que receberam a aplicação do sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond e não foram irradiadas pelo laser Nd:YAG. O laser Nd:YAG reduziu as diferenças de medidas de espessura de camada híbrida entre os grupos. Quanto à análise morfológica da presença de falhas a irradiação com laser Nd:YAG no parâmetro de 140 mJ/cm^2 após a aplicação do sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond promoveu melhor desempenho, representado por meio da formação de camadas híbridas mais homogêneas, com menor presença de fendas e porosidades. A comparação de melhor desempenho para presença de falhas na camada híbrida, expressa pela maior prevalência de escore zero, entre os grupos para os dois sistemas adesivos, não apresentou diferenças estatisticamente significante. Quanto à análise morfológica da presença de tags e microtags a irradiação com laser Nd:YAG no parâmetro de 140 mJ/cm^2 após a aplicação do sistema adesivo convencional Adper Single Bond promoveu melhor desempenho, representado por meio da presença de tags e microtags nas camadas híbridas. A comparação de melhor desempenho para presença de tags e microtags na camada híbrida, expressa pela maior prevalência de escore dois, entre os grupos para os sistemas adesivos, não apresentou diferenças estatisticamente significantes. Nas amostras que receberam a aplicação do sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond o melhor desempenho quanto à presença de tags e microtags foi apresentado naquelas irradiadas pelo laser Nd:YAG com 60 mJ/cm^2 , em contraste ao pior desempenho apresentado naquelas irradiadas pelo laser Nd:YAG com 140 mJ/cm^2 . Nas amostras que receberam a aplicação do sistema adesivo

convencional Adper Single Bond não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos quanto à presença de tags e microtags.

O estudo realizado por Li em 2009, avaliou a resistência à microtração da dentina esclerótica, exposta ao laser Nd:YAG. Dez dentes humanos extraídos tiveram a superfície oclusal desgastadas e seccionados em duas metades e divididos aleatoriamente em dois grupos com 10 dentes em cada grupo. Todos foram condicionados pelo sistema adesivo autocondicionante (Adper Prompt L-Pop), em seguida os dentes do grupo experimental foram tratados com laser de Nd:YAG (1W, 10Hz). Após 24 horas de armazenamento em água destilada, os dentes foram seccionados em colunas 0.8mmx0.8 mm. Foi então realizado o teste de microtração da força adesiva e a interface de cada espécime fraturado foi examinado sob microscópio. Teste t pareado foi utilizado para análise entre os dois grupos. A resistência à microtração do grupo experimental ($18,94 \pm 6,81$ MPa) e grupo controle ($15,76 \pm 5,61$ MPa) demonstrou diferença estatisticamente significativa ($P < 0,05$). O tipo de fratura foi principalmente do tipo adesiva. O autor concluiu que o Laser Nd:YAG (1W, 10Hz) pode melhorar a força de união da resina composta à dentina esclerótica.

Ferreira et al. em 2009, realizaram um estudo *in vitro* para avaliar a resistência à microtração (microTBS) e morfologia da camada híbrida de diferentes sistemas adesivos, seja seguido por tratamento com Nd:YAG ou não. Estudos anteriores mostraram que os efeitos de Nd:YAG na superfície dentinária, nas margens das restaurações, mas há poucos relatos sobre os efeitos da irradiação sobre a camada híbrida. Vinte e quatro dentes bovinos foram seccionados verticalmente e divididos aleatoriamente em 8 grupos, de acordo com o sistema adesivo utilizado - Scotchbond Multi Purpose (SBMP) ou Clearfil SE Bond (CSEB) -, e foram irradiados com Nd: YAG ou não, com diferentes parâmetros: 0,8 W/10 Hz, 0,8 W/20 Hz, 1,2 W/10 Hz, 1,2 W/20 Hz. Em seguida foi aplicada resina

composta de forma incremental. O lado esquerdo dos espécimes foram o grupo controle e os lado direito foram irradiados. As amostras foram seccionadas verticalmente em placas que foram submetidos a testes microTBS e observadas por MEV. Os grupos controle ($27,81 \pm 1,38$) apresentaram valores estatisticamente maiores que os grupos Laser ($21,37 \pm 0,99$), e valores do grupo CSEB controle ($31,26 \pm 15,71$) foram estatisticamente superiores aos da SBMP ($24,3 \pm 10,66$). Não houve diferenças significativas entre CSEB ($20,34 \pm 10,01$) e SBMP ($22,43 \pm 9,82$) nos grupos irradiados. Entre os parâmetros analisados, 0,8 W/10 Hz apresentaram o maior valor ($25,54 \pm 11,74$). Nd: YAG causou fusão na dentina abaixo da região adesiva de ambos os sistemas adesivos testados. Com os parâmetros utilizados neste estudo, irradiação do Nd:YAG na camada híbrida promoveu alterações morfológicas na dentina e influenciou negativamente a resistência adesiva dos dois sistemas adesivos.

Paranhos et al. (2009), avaliaram a resistência à microtração de 2 sistemas adesivos (Adper Single Bond Plus [3M ESPE] e Clearfil SE Bond [Kuraray]) para dentina cariada ou normal, com ou sem tratamento prévio com laser Nd:YAG ou laser de Nd:YAG associados com flúor. A superfície da dentina de sessenta terceiros molares humanos foi exposta. Os dentes foram divididos em 12 grupos: grupo 1-6 foi submetido à ciclagem de pH de cárie artificial, e os grupos de 7-12 ficaram com a dentina normal. A superfície da dentina recebeu 3 tratamentos: irradiação com laser Nd: YAG (60 mJ, 15 Hz e 0,9 W) por 1 minuto; laser Nd:YAG associado com flúor em gel; e nenhum tratamento (controle). Nos grupos experimentais, os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes, e resina composta (Filtek Z250, 3M ESPE) foi inserida de forma incremental para o teste de microtração. Os dentes foram seccionados em ambas as direções X e Y, e os palitos foram submetidos ao teste de microtração em uma máquina universal de

ensaios. De acordo com os testes ANOVA e Tukey ($P < .05$), a maior média de resistência adesiva foram obtidos nos grupos da dentina normal tratado com Clearfil SE Bond (40,65 MPa) e Single Bond (34,2 MPa). A presença de dentina cariada diminuiu significativamente a resistência adesiva média dos 2 sistemas adesivos que foram ou não previamente irradiado com laser. No entanto, Clearfil SE Bond apresentou maior resistência de microtração com superfície irradiada. Além disso, a irradiação do laser associado com flúor também diminuiu a resistência adesiva dos sistemas adesivos. Após a realização de cavidade em dentina cariada, a utilização do laser Nd: YAG é a melhor escolha clínica ao considerar resistência adesiva, em comparação com o condicionamento ácido total.

Em 2009, Tarçin et al. avaliaram a microtração de dois agentes adesivos contendo acetona e etanol, aplicados sobre dentina tratadas por laser Er,Cr:YSGG e Nd:YAG. Foram utilizados 146 molares que tiveram a dentina exposta, onde 120 foram divididos em 3 grupos ($n=40$): dentina tratada com laser Er,Cr:YSGG, Nd:YAG e 37% de ácido ortofosfórico (controle). Cada grupo foi dividido em 2 subgrupos ($n=20$), adesivo contendo acetona e etanol. A microtração das 120 amostras foi realizada em uma velocidade de 0,5 mm / min utilizando uma célula de carga de 50 kgf. As 26 amostras restantes foram analisadas em MEV. Houve diferença nos valores obtidos na microtração com relação ao grupo controle. Os valores do sistema adesivo contendo acetona foram superiores ao grupo contendo etanol. O tratamento pelo laser resultou em maiores valores na resistência adesiva.

Ghiggi et al. (2010) analisaram a interface adesiva formada pela aplicação do laser Nd: YAG e Er: YAG. Foram utilizados 12 molares humanos livres de cárie, indicados a extração. A oclusal foi desgastada e a dentina superficial exposta com lixas de granulação 400 e 600. Na sequência, foram aleatoriamente divididos em seis grupos. Os

grupos foram os seguintes: Grupo 1) o sistema adesivo Adper Single Bond 2 (SB); Grupo 2) o adesivo sistema Clearfil SE Bond (CSB); Grupo 3) Nd:YAG (60 mJ, 15 Hz, 0,9 W) e SB; Grupo 4) Nd:YAG (60 mJ, 15 Hz, 0,9 W) e CSB; Grupo 5) Er:YAG (200 mJ, 4 Hz, 0,8 W) e SB; Grupo 6) Er:YAG (200 mJ, 4 Hz, 0,8 W) e CSB. Em seguida foi aplicada resina composta de forma incremental. Posteriormente os espécimes foram seccionados no sentido mésio-distal, originando quatro amostra por grupo. Cada amostra foi polida e preparada para análise em MEV. O adesivo SB formou uma espessa camada híbrida, com mais tags de resina do que CSB. A aplicação do laser Nd:YAG sobre a superfície da dentina, antes da procedimentos adesivos, resultou em fina camada híbrida com pouca formação de tags resinosos. O laser Er:YAG sobre a superfície da dentina, prévia para os procedimentos de adesão, não permitir a formação de uma camada híbrida, mas formou tags de resina. Os autores concluíram que o Nd:YAG e Er:YAG modificaram a interface adesiva.

2.3 Nanoindentação

Desde o século passado, pesquisadores têm utilizado testes de resistência à dureza para avaliar o efeito de procedimentos capazes de provocar alterações sobre as propriedades mecânicas das estruturas dentárias. Porém, nesta época, os instrumentos utilizados geralmente provocavam uma distorção destrutiva nas superfícies testadas. Com o desenvolvimento de novas técnicas e instrumentais mais adequados, o teste de nanodureza tornou-se um dos mais amplamente empregados na atualidade.

Hodge, em 1936 definiu a dureza como a resistência de um corpo para impedir que outro ocupe o mesmo espaço em um mesmo

tempo. Basicamente, para os testes de dureza, é avaliada a resistência da superfície a ser testada à penetração de uma substância mais dura.

As medidas iniciais de dureza eram realizadas com grandes forças e grandes indentadores que provocavam deformações em escala milimétrica no material. Nos ensaios macroscópicos, os testes mais utilizados para a obtenção da dureza são os testes Brinell e Rockwell, na qual o valor da carga aplicada é bastante alto, deixando impressões relativamente grandes.

Em 1900, Brinell divulgou o ensaio de dureza que consiste em aplicar uma força “F” em penetradores esféricos de aço ou metal duro (tungstênio), de diâmetro conhecido “D”, sobre a superfície da amostra, durante um tempo pré-determinado, produzindo uma impressão em formato de calota esférica permanente que possui uma profundidade “h”. A dureza Brinell é dada pela seguinte equação (ABNT,2010):

$$HB = \frac{2F}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)}$$

Onde:

HB = Dureza Brinell;

F = Carga aplicada;

D = Diâmetro da esfera;

d = Diâmetro da impressão;

Outro teste de dureza macroscópica é de Rockwell criado em 1922, que consiste em penetrar na superfície da amostra um cone de diamante ou indentador esférico de aço endurecido. Nesse método, o ensaio é realizado em etapas, ou seja, primeiro se aplica uma pré-carga, para garantir um contato firme entre o penetrador e a amostra, e depois se aplica a carga do ensaio propriamente dito. A leitura do grau de dureza é feita diretamente num mostrador acoplado à máquina de ensaio, de acordo com uma escala predeterminada (ABNT).

Para se obter dados na dimensão microscópica, os ensaios utilizam penetradores do tipo Vickers ou Knoop e cargas que variam de 1 gf (0,01 N) e 1000 gf (10 N). O que diferencia estes testes é o tipo de penetrador utilizado. Para visualizar as indentações realizadas nestes ensaios a técnica da microscopia é utilizada.

Em 1925, Smith e Sandland desenvolveram o ensaio de dureza Vickers, que utiliza o penetrador em formato piramidal com uma base quadrada, onde suas faces estão afastadas com um ângulo de 136°. A dureza obtida nesse teste é chamada de dureza Vickers e é determinada pela equação:

$$H_V = \frac{P}{A} = \frac{1,8544P}{d^2}$$

Onde “A” é a área de impressão deixada no corpo ensaiado. O equipamento que faz o ensaio Vickers não fornece o valor da área de impressão da pirâmide, mas permite obter, por meio de um microscópio acoplado, as medidas das diagonais “d1” e “d2” formadas pelos vértices opostos da base da pirâmide. Conhecendo as medidas das diagonais e a sua média “d”, é possível calcular a dureza Vickers (NBR)

Na técnica de Knoop o penetrador utilizado também é de base piramidal, porém mais alongado que o penetrador Vickers, produzindo assim uma indentação rasa (Mccolm). Este teste é utilizado em materiais frágeis. A dureza Knoop, H_K é dada por:

$$H_K = \frac{14,228P}{d^2}$$

Onde 14,228 está relacionada com a geometria do penetrador e P é a carga aplicada.

Utilizando o teste do tipo Koop, em 1958 Craig e Peyton, avaliaram a dureza da dentina e do esmalte. Os dentes utilizados neste estudo, foram embutidos e seccionados obtendo espécimes de 1 a 2 mm de espessura. Os espécimes foram submetidos ao teste de microdureza utilizando carga de 50 g por 15 s. Os valores obtidos para o esmalte humano e dentina foram de 343 ± 3 KHN e 68 ± 3 KHN, respectivamente.

Ogawa et al., em 1983, investigaram a dureza da camada intermediária entre a dentina saudável e o tecido cariado, chamada camada transparente. Utilizaram cento e cinquenta molares cariados, que foram seccionados verticalmente no centro da lesão de cárie, resultando em duas metades. As superfícies seccionadas de 36 dentes foram submetidas ao teste de dureza Knoop, aplicando carga de 50 g por 15 s. Em todas as amostras, a dureza aumentou a partir da dentina próxima a câmara pulpar até a camada transparente, em seguida o valor da dureza caiu gradualmente através das camadas transparentes, tornando-se mais baixa do que a dureza da dentina normal próxima à polpa.

Para relacionar dureza com o grau de polimerização da resina, Dewald e Ferracane em 1987, compararam diferentes técnicas de avaliar a profundidade de polimerização das resinas fotoativadas. Este estudo foi composto de duas partes. Na primeira parte foi utilizado um molde de alumínio cilíndrico de 5 mm de diâmetro. Para produzir espécime em várias alturas, os cilindros possuíam 1 mm, 2 mm, 3 mm, 4 mm e 5 mm de espessura. As resinas foram inseridas nestes moldes e sobre estes, foi colocado uma tira matriz de plástico e uma lâmina de vidro contendo uma fina camada de adesivo entre eles, e outra tira matriz cobriu a parte superior do molde. As amostras ($n = 5$) foram então colocadas em uma câmara escura e fotoplimerizadas por 40 s a uma distância de 1 mm. O grau de conversão de carbono de ligações duplas para carbonos de ligação única foi analisado pela Espectroscopia Infravermelha (IR). O grau de conversão da resina na parte inferior do

molde é assumido ser proporcional ao nível de conversão do carbono a essa profundidade. A análise IR revelou a porcentagem de carbono de ligação dupla (1640 cm^{-1}) presentes na resina antes e após a polimerização. Na segunda parte do estudo foi avaliada a dureza da resina composta em diferentes profundidades da amostra fotopolimerizada em moldes de alumínio (5 mm de diâmetro x 5 mm de altura). Os moldes foram preenchidos por cada uma das resinas compostas, coberta por uma tira de matriz, e então fotopolimerizadas por 40 segundos. As amostras ($n = 5$ por composto) foram removidas dos moldes e deixadas em câmara escura por 24h a 37° para polimerização final. As amostras foram embutidas e seccionadas no seu longo eixo, onde se obteve duas metades. Após o polimento, cada amostra foi observada por um stereo-microscópio e determinou-se a parte do material não polimerizado, que foi descartado. Então foi medida a dureza do material nas profundidades 1, 2, 3, 4, 5 mm ao longo da superfície. O teste de dureza Knoop foi repetido duas vezes em cada profundidade. Os resultados obtidos foram comparados com o grau de conversão. Desta forma, o grau de conversão para cada resina específica poderia estar associado com a profundidade de polimerização determinada por valores de dureza. Os autores concluíram que com o aumento da profundidade da resina, menor foi o grau de conversão e dureza da resina composta. Assim a dureza Knoop obteve uma boa correlação com grau de conversão.

Entretanto com o passar do tempo, as escalas de medida foram se tornando cada vez menores e os métodos para aplicar e medir forças mais sensíveis, permitindo aplicação de pequenas forças resultando em deformações no material em escala nanométrica, chamando os testes agora de nanoindentação.

Entre os primeiros a aplicar a técnica nanoindentação na odontologia foi Van Meerbeek et al. (1993). Os autores avaliaram a dureza e módulo de Young das sucessivas camadas da interface

resina/dentina através da nanoindentação de quatro sistemas adesivos disponíveis comercialmente, na qual dois foram também aplicados diferentes agentes condicionantes. Terceiros molares humanos extraídos foram seccionados em discos de dentina de 1 a 1,5 mm de espessura. Os sistemas adesivos foram aplicados sobre a superfície de acordo com as recomendações dos fabricantes, exceto dois que utilizaram ácido fosfórico a 60s, para aumentar a zona de difusão na interface. Após a polimerização foi aplicada a resina composta de baixa viscosidade. Em seguida as amostras foram seccionadas perpendicularmente a interface adesiva. Para facilitar o teste de nanoindentação da interface os dentes foram embutidos em resina epóxica quimicamente polimerizável e polidos por meio de lixas de 600, 1200 e 4000 de granulação e disco de feltro com suspensões diamantadas de 3 e 1 μ . As sujeiras do polimento e pastas foram ultrassonicamente removidas por 5 min cada. Pelo menos dois espécimes foram preparados por grupo. Indentações triangulares foram realizadas dentro de uma pequena área com poucos micrometros de diâmetro com pequenas cargas. A dureza da interface adesiva foi significativamente menor que da dentina inalterada. Um gradiente de módulo de elasticidade foi observado da dentina em direção a camada adesiva. Os autores concluíram que a interface além de fornecer adesão adequada, também possui uma característica elástica e flexibilidade que contribui para conservar esta união. Este estudo demonstrou um grau de elasticidade através da interface, validando assim o conceito de cavidades elásticas.

Kinney et al. (1996), utilizou a nanoindentação para medir o módulo de elasticidade da dentina intertubular e peritubular. Duas fatias de dentina, de aproximadamente 1 mm de espessura foram removidas paralelamente à superfície oclusal de cada dente. Uma foi removida próxima a junção amelo-dentinária e a outra próxima da polpa. A dureza da dentina intertubular não totalmente hidratada não foi dependente da localização e variou de 2,23 a 2,54 GPa. A dureza intertubular foi de 0,49-

0,52 GPa perto da junção amelo-dentinário, perto da polpa variou de 0,12-0,18 GPa. O módulo de elasticidade da dentina peritubular foi de 29,8 GPa e na dentina intertubular os valores variaram de 17,7 a 21,1 GPa. Desde então, nanoindentação tornou-se uma técnica comum para a determinação das propriedades mecânicas e características estruturais de tecidos biológicos duros.

Paul et al. em 1999, realizaram um estudo que avaliou a influência do aumento da quantidade água sobre as propriedades físicas de adesivo contendo HEMA e adesivo contendo uma mistura de HEMA e Bis-GMA. Ambos os adesivos foram diluídos em água deionizada, resultando 0, 5, 9, 17 ou 29% volume de água na solução antes da polimerização. Fragmentos de resina (10 x 0,5 mm) em forma de ampulheta e com lados paralelos foram criadas. Uma hora após a polimerização, metade dos espécimes foram submetidos a testes físicos, em condições secas. A outra metade foi imersa em água por 24 horas e depois testada enquanto úmida. A resistência à tração (UTS), módulo de elasticidade (E) e porcentagem de alongamento na falha e a dureza foram calculados. As propriedades do adesivo, testadas a seco não foram alteradas pela incorporação de água até a 9% vol. maior teor de água reduziu as propriedades físicas ($P < 0,05$). Adesivos em água por 24 h, diminuíram significativamente as suas propriedades. A imersão em água dos adesivos somente nas amostras contendo água de 0% ou 5 vol não foi afetado, nas demais amostras houve alteração. Os autores concluíram que o efeito da água extrínseca é mais importante do que o efeito intrínseco da água nos adesivos poli-Hema e deve-se esperar que as camadas híbridas composto essencialmente de poli-HEMA sejam mais elástico do que adesivo feitos com cadeia poliméricas bifuncionais de ligação cruzada.

Em 2000, Mahoney et al. afirmaram que a informação base sobre as propriedades mecânicas e os efeitos da carga sobre o tecido duro dental é importante para o desenvolvimento bem sucedido

dos materiais dentários. Para isso realizaram um estudo avaliando a dureza e módulo de elasticidade do esmalte e da dentina de molares. Utilizaram primeiros molares decíduos superiores que foram seccionados, fixado em resina e polidas. Trinta indentações foram feitas em esmalte e dentina usando um indentador Berkovitch, 15 destas nanoindentações estavam sujeitas a uma carga de 50 mN e as outras a uma carga de 150 mN. Um sistema computadorizado automático converteu cada penetração a um gráfico força/profundidade, partir da qual os valores médios para a dureza e módulo de elasticidade foram calculados. O resultado obtido para esmalte tinha uma dureza média de $4,88 \pm 0,35$ GPa enquanto que a dureza da dentina foi de $0,92 \pm 0,11$ GPa. O módulo elástico para o esmalte foi $80,35 \pm 7,71$ GPa e da dentina foi $19,89 \pm 1,92$ GPa. Em geral, a elasticidade da estrutura dental aumentou com o aumento da dureza. Os autores concluíram que a nanoindentação oferece um método simples e reprodutível de medir as propriedades mecânicas básicas de pequenas amostras de esmalte e dentina

Urabe et al. (2000), determinaram as propriedades físicas entre esmalte e dentina na junção amelo/dentinária (JED). A JED é a única interface biológica entre um tecido muito duro (esmalte) e um macio (dentina). O teste de resistência à tração da região JED de dentes humanos e bovinos foram medidos através de um teste de microtração, e a nanodureza e módulo de Young do esmalte profundo e a dentina superficial de dentes humanos foram medidos através de um nanoindentador. A média de ruptura à resistência a tração da região JED de dentes bovinos e humanos foram 47,7 MPa e 51,5 MPa, respectivamente. A nanodureza e módulo de Young da região JED foram de 2,37 MPa e 53,18 MPa respectivamente. Os autores concluíram que a JED apresentaram valores intermediários ao esmalte e dentina.

Utilizando a tecnologia da nanoindentação Marshall et al., em 2001, testaram a hipótese que a zona transparente da dentina cariada não aumenta a dureza (H) e o módulo de elasticidade (E). Oito molares

cariados e três não cariados, para controle, foram utilizados. Nos dentes cariados foram realizados secções com espessura de 1 a 2 mm na região de interesse. As indentações na dentina foram feitas em intervalos a partir da polpa através da camada afetada. Os valores da dentina aumentaram ligeiramente perto da polpa para a zona transparente ($E\ 20,6\pm2,2\ \text{GPa}$; $H\ 1,0\pm0,1\ \text{GPa}$), em seguida, manteve-se constante ou diminuiu ligeiramente através da dentina transparente ($E\ 18,3\ \text{GPa}$; $H\ 0,8\ \text{GPa}$) confirmando a hipótese.

Para diferenciar as pontas utilizadas na nanoindentação, Poolthong et al. em 2001 determinaram o módulo de elasticidade (E), dureza (H) da dentina. Três pontas indentadoras esférica com raio de 20, 5 e 1 μm foram utilizados e ciclos parciais de carga/descarga foram repetidos. Cada ciclo forneceu os valores de módulo de elasticidade e de dureza. Os resultados foram comparados com aqueles determinados pelo indentador piramidal convencional (técnica de indentação Berkovitch). Os valores E obtidos com as três pontas esféricas não foram estatisticamente significantes, de acordo com o raio 20 e 5 μm , com valores de 19.5-20.9 GPa e o indentador com raio de 1 μm foi capaz de fornecer E da dentina peritubular (28.0 GPa) e intertubular (14.9 GPa). A média de valores de dureza da ponta Berkovich foi semelhante à média de valores obtidos com a ponta esférica de 5 μm e significamente diferente dos indentadores de 20 e 1 μm .

O tecido mineralizado da dentina intertubular é composto por colágeno e mineral que determina importantes variações locais nas propriedades mecânicas. Tesch et al. (2001) realizaram testes para analisar correlações entre as propriedades mecânicas e densidade, tamanho e cristalinidade das partículas minerais. Imagens a partir da mesma amostra foram coletadas com microespectroscopia de infravermelho por transmissão transformada de Fourier (FTIR-RM), espalhamento de raios X a baixo ângulo (SAXS), imagem quantitativas de elétrons retroespalhados (qBEI), e Nanoindentação. Dureza e módulo de

elasticidade diminuíram na junção esmalte/dentina (JED). Em uma análise de correlação, o teor de minerais e a espessura dos cristais de minerais foram encontrados como os melhores indicadores de dureza.

Schulze et al. em 2005, testaram a hipótese que o sistema autocondicionante (Clearfil SE Bond, CSE) é menos sensível à variação de umidade da superfície do que o sistema adesivo convencional de 2 passos (Single Bond, SB). Dezoito molares livres de cárie foram seccionados horizontalmente obtendo uma fatia de 2,5 mm de espessura da porção média da coroa. Três condições diferentes de umidade de superfície (muito úmida, W; seca, D; visivelmente úmido, N) foram realizadas antes da aplicação do sistema adesivo. Uma secção transversal de cada amostra foi analisada com linhas de nanoindentação perpendicular à interface adesiva. Um conjunto adicional de amostras foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura para verificar a espessura da camada híbrida e determinar se as indentações foram realizadas no interior da camada híbrida. As nanoindentações revelaram diferenças significativas no módulo de elasticidade (E) e dureza (H) para a camada híbrida comparando SBN, $E = 2,7 \pm 1,6$; $H = 0,24 \pm 0,1$ GPa com SBD, $E = 0,9 \pm 0,7$; $H = 0,07 \pm 0,05$ GPa, respectivamente, enquanto CSE não mostraram diferenças entre os grupos. Uma zona desmineralizada abaixo da camada híbrida foi encontrada para SBD. A camada híbrida foi maior para CSED e SBD. Em conclusão, CSE apresentaram nenhuma alteração significativa das propriedades mecânicas da camada híbrida (E, H) em diferentes condições de hidratação, enquanto SB apresentaram diferenças significativas, especialmente após a secagem.

Li Hong He et al. em 2006, utilizaram a nanoindentação para determinar o módulo de elasticidade do esmalte humano. O módulo de elasticidade e dureza versus profundidade de penetração foram determinados. A partir dos dados, o módulo de elasticidade mostrou dependência da carga. As amostras foram fotografadas com um MEV

para investigar os danos superficiais. Utilizando esta técnica, as propriedades mecânicas do esmalte foram investigadas em direções paralelas e perpendiculares aos prismas. Os autores concluíram que o módulo elasticidade do esmalte é influenciada pelos prismas, e a superfície superior é mais dura e tem maior estresse a resposta e a tensão.

O módulo de elasticidade das resinas foi avaliado por Masouras et al., em 2008, que realizaram um estudo para determinar o módulo de Young (E) de uma série de modelos de resina odontológica utilizando a nanoindentação, e para examinar como E é influenciado por diferenças no tamanho e forma das cargas. Foram investigados materiais com diferentes cargas variando nos tamanhos e formas, com um preenchimento volume-fração constante. Espécimes em forma de disco (12 mm x 2 mm) para cada material, foram embutidos em resina de poliestireno e montados em anel fenílico. Posteriormente foram polidos mecanicamente e testadas, em um nanoindentador. Foram utilizados para a análise estatística, ANOVA um-fator e teste Bonferroni com nível de significância $p < 0,05$. Análise de regressão e correlação foram realizadas para determinar possível correlação em módulo de Young e o tamanho da carga. O resultado de E variaram de 9,31 a 12,54 GPa para cargas esféricas e de 14,09 a 17,03 GPa para cargas irregulares. Diferenças estatisticamente significativas foram encontradas entre os grupos. Para os materiais testados com a fração de volume constante, o tamanho da carga das resinas compostas parecia ser um fator de ajuste para a determinação do módulo de Young. Tamanhos maiores de cargas tendem a tornar o material mais rígido. Partículas de carga Irregulares resultaram em maiores valores no módulo de elasticidade.

A literatura tem relatado que a resistência adesiva da dentina é alterada pelo laser. Aizawa et al. em 2008 avaliaram a nanodureza da interface entre resina e dentina que foi irradiada pelo laser Er:YAG. Três configurações de laser foram avaliadas no mesmo nível de

energia (aproximadamente 1.0W): 100 mJ/pulso-10 pps (100-10), 50 mJ/pulso-20 pps (50-20), and 33 mJ/pulso-30 pps. Doze dentes bovinos foram limpos e seccionados na cervical. A parte coronária foram desgastadas com lixas d'água (180-, 400-, e 600 de granulação) para preparar a dentina. Os dentes foram aleatoriamente divididos em quatros grupos com três dentes cada. Nove dentes foram irradiados por laser e três não receberam irradiação (Grupo Controle). Na sequência as superfícies da dentina foram condicionadas com solução de ácido cítrico a 10 por cento + cloreto férrico a 3 por cento por 15s, lavadas com água destilada e secas. Posteriormente foi aplicado o sistema adesivo 4-META/MMA-TBB (Super-Bond C&B, Sun Medical). Os espécimes foram armazenados por 24h à 37°C, após este período os dentes foram seccionados verticalmente. As superfícies seccionadas foram embutidas em resina acrílica. Após um dia as superfícies foram polidas com lixas d'água com granulação 1200 e finalizadas com pasta de diamante de 0,5µ de diâmetro. A nanodureza da interface adesiva dos espécimes foi mensurada com o auxílio do nanoindentador (ENT-1100a; Elionix, Tokyo, Japan). As mensurações foram feitas a partir de 40 µm de distância da interface adesiva seguindo em direção a resina. O intervalo de cada indentação foi de 5 µm na vertical, e 10 µm na horizontal ao longo da interface e foram realizadas três linhas de indentação por espécime. A carga teste foi de 100 mgf na velocidade de 0.01 mgf/msec. Os dados obtidos a partir de nove indentações por linha (Três linhas de indentações X Três espécime) foram realizados na resina, camada híbrida e dentina e estatisticamente analisadas pelo teste ANOVA um fator e dois fator e teste de Fisher. Amostras de cada grupo também foram analisadas em MEV para verificar a espessura da camada híbrida. As interfaces resina/adesiva do grupo controle mostraram o menor nível de dureza, o que aumentou gradualmente a partir do topo da camada híbrida em direção a dentina. No grupo controle os valores da dureza foi maior que nos grupos irradiados com laser. Na análise em MEV foi observado no

grupo controle três camadas na interface: a camada de adesivo, camada híbrida de 3-5µm de espessura e a dentina subjacente. No grupo irradiado com laser a interface foi composta por quatro camadas: adesivo, camada híbrida, dentina afetada por laser e dentina subjacente. A camada híbrida e a camada afetada pelo laser apresentaram 5 µm e 15 µm de espessura, respectivamente, e ambas foram claramente visível. Os autores concluíram que a camada híbrida foi afetada pelo laser.

As modificações da superfície de esmalte ocasionadas por bebidas cítricas foram avaliadas por Machado et al. em 2008, que analisaram a nanodureza, módulo de elasticidade e rugosidade superficial do esmalte dental humano. O esmalte dental humano foram divididos em 3 grupos de acordo com o tipo de bebida utilizada: bebida gaseificada, suco de laranja e água (controle). A rugosidade superficial foi avaliada utilizando um perfilometro, e a nanodureza e o módulo elasticidade foram registrados por um nanoindentador. O pH das bebidas foi medido antes e após o contato cítrico durante cinco semanas. Os refrigerantes causaram uma diminuição significativa na nanodureza e no módulo elástico. Suco de laranja mostrou uma tendência semelhante, mas, surpreendentemente, tinha menos efeito sobre a dureza, módulo elástico e rugosidade do esmalte do que as bebidas gaseificadas.

Pongprueksa et al. em 2008, avaliaram os módulos elásticos da interface resina/dentina utilizando vários tipos de adesivos. Foram utilizados pré-molares livres de cárie, recém extraídos. Os dentes foram limpos com pedra pomes e estocados com solução de timol 0,1% a 4°C. Cavidades do tipo classe V foram preparadas na face vestibular utilizando brocas cilíndricas, a margem oclusal ficou em esmalte e a margem gengival no cimento. Os dentes foram distribuídos em quatro grupos de dez dentes, de acordo com o procedimento restaurador. Grupo 1) ácido fosfórico 35% por 15s, seguida da aplicação de duas camadas de adesivo (Adper™ Single Bond, 3M EPSE, MN, USA) e aplicação de resina

composta (Filtek™ Z250, 3M EPSE, MN, USA) na cavidade. Grupo 2) igual grupo 1, exceto o adesivo (Adper™ Single Bond 2, 3M EpsE, MN, E.U.A.). Grupo 3) o procedimento adesivo foi realizada da mesma forma como descrito anteriormente no Grupo 1. Mas antes da resina composta, foi aplicada uma resina flow (Filtek™ Flow, 3M EpsE, MN, EUA), em seguida, a cavidade foi restaurada com a resina composta como mencionado anteriormente no Grupo 1. Grupo 4) Os procedimentos restauradores foram realizados conforme descrito anteriormente no Grupo 3, com exceção do agente adesivo que foi utilizado (Adper™ Single Bond 2, 3M EpsE, MN, EUA). Em seguida os dentes foram seccionados no sentido vestibulo-lingual embutido em resina acrílica. Os espécimes foram polidos e anexados ao equipamento de nanodureza (ENT-1100, Elionix, Tóquio, Japão) para medir o módulo de elasticidade, foi utilizado carga de 5000 mgf na dentina, adesivo e resina composta e carga de 1000 mgf na camada híbrida em condição seca. Módulos de elasticidade foram calculados e registrados em MPa por um computador ligado ao equipamento, 30 indentações foram realizadas em cada grupo. Os módulos elásticos foram 25,111 MPa para a dentina; 12.243 MPa para a camada híbrida de Adper™ Single Bond, 11.765 MPa para a camada híbrida de Adper™ Single Bond 2; para a camada adesiva do Adper™ Single Bond foi de 7,595 MPa e 8,430 MPa para Adper™ Single Bond 2; 13,543 MPa para Filtek™ Flow e 24.494 MPa para a resina composta Filtek™ Z250. A análise estatística demonstrou que os módulos elásticos foram significativamente diferentes entre as camadas ($p < 0,05$), exceto entre as camadas híbridas dos adesivos ($p = 1,0$). O módulo de elasticidade da interface resina/dentina, camada híbrida, camada adesiva, foi menor do que a dentina e a resina composta. A aplicação do adesivo flow não aumentou o módulo de elasticidade da camada híbrida, quando comparadas com os outros grupos.

Shereen et al. em 2008, avaliaram a nanodureza e o módulo elástico do esmalte dental humano após tratamento clareador. Sessenta e cinco amostras de esmalte de molares humanos não cariados foram utilizados, dez amostras foram para estudo piloto, cinco para o grupo controle, e cinquenta e cinco amostras de esmalte foram divididos em cinco grupos (n=10) de acordo com o agente clareador caseiro [Crest Whitestrips Premium Plus (CP); Crest Whitestrips Supreme (CS); Nite White ACP (NW); Oral B Rembrandt (OB); Trèswhite Opalescence (TO)]. As nanoindentações foram realizadas com uma ponta de diamante Berkovich utilizando um equipamento XP (MTS Systems Corp, Oak Ridge, TN, EUA) antes e após da aplicação dos agentes clareadores. As indentações foram feitas utilizando uma força controlada de 20 mN, na temperatura ambiente. O tempo de descarga foi de 15 s atingindo profundidades de 500 nm. Cada espécime de esmalte foi submetido a 5 indentações. O método descrito por Oliver e Pharr foi seguido para calcular a dureza (H) e módulo de elasticidade do esmalte (E). As mensurações foram feitas antes e após o tratamento clareador. Os valores de nanodureza e o módulo elástico mostraram menores valores para cada grupo, exceto o controle que permaneceu o mesmo. Houve diferenças significativas em função do tempo (antes e após o tratamento) e diferença entre os materiais, na nanodureza ($P < 0,0001$) e o módulo elasticidade ($P = 0,0241$). Medições após o tratamento apresentaram diminuição significativa na nanodureza entre todos os grupos. Houve uma diferença significativa na dureza entre PB e TO após o tratamento. Além disso, houve diferenças significativas no módulo elástico entre o grupo controle quando comparado ao OB e TO após o tratamento. A nanodureza e módulo de elasticidade do esmalte diminuíram após o tratamento com agente clareador.

A compreensão das propriedades mecânicas da dentina é muito importante para o diagnóstico clínico e na avaliação dos materiais dentários quando se considera estética e longevidade. Com este objetivo

Toshico et al em 2009 investigaram a dureza e módulo de Young da dentina intertubular. Dez dentes bovinos foram utilizados, cada dente foi seccionado em seu longo eixo obtendo fatias do dente com espessura de 3 mm, cada espécime possuía a borda incisal e o ápice da raiz. Em seguida, as fatias foram seccionadas em porção coronária e porção radicular. Cada porção foi embutida em resina acrílica. A dureza e o módulo de Young da dentina intertubular coronária e radicular foram avaliados através do teste de nanoindentação (DUH-W201, Shimadzu Corp, Kyoto, Japão) que tinha acoplada uma ponta do tipo Berkovich. A temperatura ambiente foi mantida em $26 \pm 0,5$ °C. O penetrador, então se aproximou da amostra a uma velocidade de 1 mN/s. A dureza foi medida utilizando uma força de até 5 mN para criar uma indentação superficial sobre a superfície da amostra. Depois do contato estabelecido, a pressão se manteve constante por 5 segundos. A média de valores da dureza e módulo de Young foi comparada estatisticamente por ANOVA um fator e teste de Fisher PLSD. A dureza da dentina intertubular coronária foi de $0,81 \pm 0,05$ GPa e da dentina radicular foi de $0,55 \pm 0,02$ GPa. O módulo de elasticidade da dentina intertubular coronária foi de $26,60 \pm 2,19$ GPa e da dentina radicular foi de $20,89 \pm 1,10$ GPa. Os resultados deste estudo revelaram que a dureza e módulo de Young da dentina intertubular coronária foram superiores aos da dentina intertubular radicular. Neste mesmo estudo foram realizados testes de análise elementar que concluiu haver um maior teor de Ca na dentina coronária quando comparado com a dentina radicular. Este resultado confirmou que o conteúdo mineral contribui para propriedade mecânica da dentina.

Higashi, em 2009, avaliaram as propriedades mecânicas da interface resina/dentina de adesivos em várias formas de aplicação. Foi utilizado um adesivo à base de água/etanol (Adper Single Bond Plus [PAS]) e um sistema à base acetona (One Step Plus [OPS]), aplicados sob diferentes condições de umidade e métodos de aplicação. Vinte e quatro molares humanos foram utilizados, suas superfícies foram

desgastadas até obter uma superfície plana de dentina superficial. O condicionamento ácido da superfície oclusal foi realizado com o respectivo ácido dos diferentes sistemas adesivos. Diferentemente das recomendações dos fabricantes, a superfície foi lavada e seca com jato de ar para colapso das fibras colágenas. Sobre a superfície seca (S) ou reumedecida (U), os adesivos foram aplicados na forma ativa (AA) e inativa (A). Após a polimerização dos adesivos foi inserida a resina composta de forma incremental. Ao término, os espécimes foram armazenados em água destilada (37°C por 24). Os espécimes foram seccionados perpendicularmente à interface resina-dentina para obtenção de 1,5 milímetros de espessura, que foram embutidos e polidos antes do teste. No total foram utilizados três dentes por condição experimental. Estudos piloto determinaram os procedimentos adequados e necessários para realização dos ensaios de nanoindentação. Nanoindentações foram feitas em atmosfera e temperatura ambiente (24°C), utilizando uma ponta do tipo Berkovich, em amostras que foram mantidas secas no momento do teste. Foram mensuradas a dureza (D) e o módulo de elasticidade (E) da resina composta, adesivo, camada híbrida e a dentina. Os valores da D e E (GPa) do sistema adesivo e camada híbrida foram submetidos a uma análise de variância de três fatores e ao teste de comparação múltipla de Tukey ($\alpha=0,05$). A média e desvio padrão dos valores de dureza e módulo de elasticidade da resina composta foram $(1,02 \pm 0,07)$ e $(14,94 \pm 0,67)$, respectivamente. Na dentina, a dureza foi $(0,69 \pm 0,10)$ e o módulo de elasticidade $(17,94 \pm 1,84)$. Na camada de adesivo, os maiores valores de dureza $(0,38 \pm 0,06)$ e módulo de elasticidade $(6,93 \pm 0,93)$ do SB foram obtidos no grupo U. Nesta mesma região, o módulo de elasticidade do OPS $(5,91 \pm 1,12)$ foi menor para o grupo AA. Na região da camada híbrida, a dureza de ambos os sistemas adesivos foi maior no grupo AA. No grupo S os maiores valores de dureza $(0,47 \pm 0,24)$ e módulo de elasticidade $(10,98 \pm 4,65)$ da camada híbrida foram obtidos com o AA. Os autores concluíram que a

aplicação ativa de ambos os sistemas adesivos em substrato seco, resultou nos maiores valores de dureza e módulo de elasticidade na região da camada híbrida e a umidade dentinária influenciou positivamente nos valores de dureza e módulo de elasticidade do sistema adesivo Adper Single Bond Plus 2 na região da camada adesiva.

Com o objetivo de conhecer as propriedades da camada híbrida, Hosoya et al. (2010) avaliaram a qualidade da interface da dentina cariada e dentina não cariada de dentes decíduos utilizando adesivo autocondicionante de passo único. Dezesseis dentes (oito cariados e oito não cariados) foram utilizados. Para os dentes não cariados a superfície oclusal foi desgastada com broca diamantada, a dentina cariada foi evidenciada com detector de cárie (cárie Check) e removida. Foi aplicado sobre a dentina o adesivo autocondicionante de passo único (Bond Force, Tokuyama Dental). A superfície foi restaurada utilizando resina composta de baixa viscosidade (Protect Liner F, Kuraray Medical Inc.). Os dentes foram armazenados em água destilada por 24 h. Os dentes não cariados foram seccionados vestibulo-lingualmente, paralelo ao eixo longitudinal dos dentes e ao longo do centro da superfície oclusal. Os dentes cariados foram também seccionados, os que possuíam cáries oclusais no sentido vestibulo-lingual e mésio-distais nos dentes que possuíam cáries proximais. Em seguida, os espécimes foram armazenados a 4°C, com 100% de umidade por 2-4 dias até o teste de nanoindentação. Para determinar a dureza (H) e módulo de Young (Y), da interface resina-dentina foi utilizado um equipamento de nanoindentação (ENT-1100A, Elionix Co., Tóquio, Japão) com uma câmara de temperatura de 26°C. As indentações foram feitas em intervalos de 10 µm ao longo de toda a interface resina/dentina. Amostras similares foram examinadas com SEM/EDX, e TEM para avaliar a microinfiltração. Na comparação dos valores de H e Y entre a dentina interfacial e a dentina mineralizada, nenhuma diferença significativa foi observada na dentina cariada, entretanto, os valores da dentina interfacial foram

significativamente inferior em dentina saudável. O valor de H da dentina interfacial do dente não cariado foi significativamente menor que o dente cariado. O teor de Ca na dentina cariada foi significativamente maior que o dente não cariado. Não houve diferença significativa dos valores de Y da dentina interfacial dos dois substratos. Tanto para dentina não cariada e dentina cariada, TEM revelou depósitos de prata na dentina interfacial e camada adesiva. No entanto, o conteúdo Ca e P da camada adesiva em 10 μm acima da superfície da dentina foram os mesmos presentes na dentina interfacial. Os autores concluíram que para ambos os dentes, cariado e não cariado, o Bond Force não diminui a microinfiltração e a dureza foi maior na interface de dentes cariados.

3 PROPOSIÇÃO

O estudo se propõe a avaliar “*in vitro*” pela técnica da nanoindentação, as propriedades mecânicas (dureza e módulo de elasticidade) da interface adesiva criada na dentina humana, frente à aplicação do sistema adesivo convencional (Single Bond) ou autocondicionante (Clearfil S. E. Bond), associados ou não à irradiação com laser Nd:YAG previamente à fotopolimerização.

A hipótese de nulidade testada é a de que as propriedades mecânicas da interface adesiva (dureza e módulo de elasticidade) não são afetadas pela irradiação com o laser de Nd:YAG em ambos sistemas adesivos.

4 MATERIAL E MÉTODOS

O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, sob protocolo nº 080/2009-PH/CEP (Anexo A).

4.1 Materiais empregados



Figura 1 - A) Sistema adesivo Adper Single Bond 2; B) Sistema adesivo Clearfil SE Bond; C) Resina composta Filtek Z350, cor A2.

Os materiais utilizados neste experimento (Figura 1a, 1b, 1c), suas respectivas características e composições, encontram-se relacionados no Quadro 1.

Quadro 1 -Materiais utilizados e respectivos fabricantes, composição e modo de aplicação.

Nome	Fabricante	Características do produto / Composição
Adper Single Bond 2	3M do Brasil	Adesivo: HEMA, BisGMA, dimetacrilato dicanforoquinona, copolímeros dos ácidos poliacrílico e poli-itacônico, água, álcool e fotoiniciadores.
Clearfil SE Bond	Kuraray Japão	Sistema Adesivo Autocondicionante. <i>Primer:</i> MDP, HEMA, dimetacrilatos hidrofílicos, dicanforoquinona, N, N-Dietanol p-toluidina, água. <i>Adesivo:</i> MDP, BisGMA, dimetacrilatos hidrofóbicos, dicanforoquinona, N-Dietanol p-toluidina, Sílica coloidal silanizada.
Filtek Z350	3M do Brasil	Resina composta fotopolimerizável, indicada para uso em dentes anteriores e posteriores. As partículas inorgânicas são uma combinação de matriz de zircônia/sílica com tamanho médio de 0,6 a 1,4 µm, com tamanho de partículas primário de 5 a 20nm e uma incorporação de sílica de 20nm não aglomerada. Partículas inorgânicas 78,5% em peso e 59,5% em volume. Composição: resinas bis-GMA, UDMA, TEGDMA e bis-EMA.

4.2 Preparo das amostras

Foram empregados nesta pesquisa 12 terceiros molares humanos, hígidos e irrompidos, recém extraídos, os quais foram limpos e armazenados por um período de 45 a 60 dias, em solução fisiológica de timol 1% a uma temperatura de 18°C até o momento de sua utilização (Pongprueksa et al., 2008) (Figura 2a).

As raízes foram embutidas em resina acrílica autopolimerizável (Clássico Artigos Odontológicos – Ind. Bras.) com auxílio de uma matriz de silicona pesada (Figura 2b) e as superfícies oclusais foram desgastadas por meio de uma lixa d'água de carbeto de silício de granulação 80, adaptada a um recortador de gesso (Kohl Bach Motores Elétricos) sob refrigeração com água até exposição da dentina superficial (Anido, 2001; Gonçalves, 2005) (Figura 2c). Em seguida cada unidade experimental foi posicionada em uma máquina para corte (labcut Extec) em baixa rotação, por meio de um disco diamantado sob refrigeração constante de água, onde foi realizada uma secção horizontal, separando a coroa da porção radicular, que foi desprezada (Figura 2d). Limas endodônticas tipo Kerr e curetas de dentina foram utilizadas para remoção do tecido pulpar da coroa a ser empregada nos testes. As câmaras pulpares foram irrigadas com água destilada até a completa remoção dos resíduos, de forma a evitar sua deterioração durante o período de armazenagem dos espécimes, e secas com breves jatos de ar.

Com o auxílio de uma fresa diamantada nº3053 do tipo roda em alta rotação, foi realizada uma cavidade na superfície oclusal (Figura 3a), com profundidade suficiente para obter 2 mm de dentina remanescente, medido através de um espessímetro (Otto-Armingier & Cia Ltda. RS, Brasil) para padronização das amostras (Figura 3b). Posteriormente, a cavidade e a câmara pulpar foram seladas com cera

utilidade para evitar a penetração da resina acrílica durante o embutimento dos dentes (Gonçalves, 1997) (Figura 3c).

As coroas foram novamente embutidas, com o auxílio de uma matriz de silicona pesada e resina acrílica incolor de rápida polimerização. Os dentes preparados foram posicionados nessa matriz com a face oclusal para cima e paralela ao plano horizontal, e a cervical, apoiada na sua base, para facilitar a próxima etapa. A seguir, a resina acrílica foi vertida na fase fluida até o completo preenchimento da matriz. Novamente o conjunto foi imerso em água, para evitar elevação da temperatura da resina por reação exotérmica e não ocasionar alteração no substrato (Huhtala MFRL, 1999). Os dentes foram novamente adaptados na máquina de corte para secção vertical da coroa no sentido ocluso-cervical acompanhando seu longo eixo no sentido méso-distal, dividindo a coroa em duas metades ou hemi-coroas (Figura 3D).

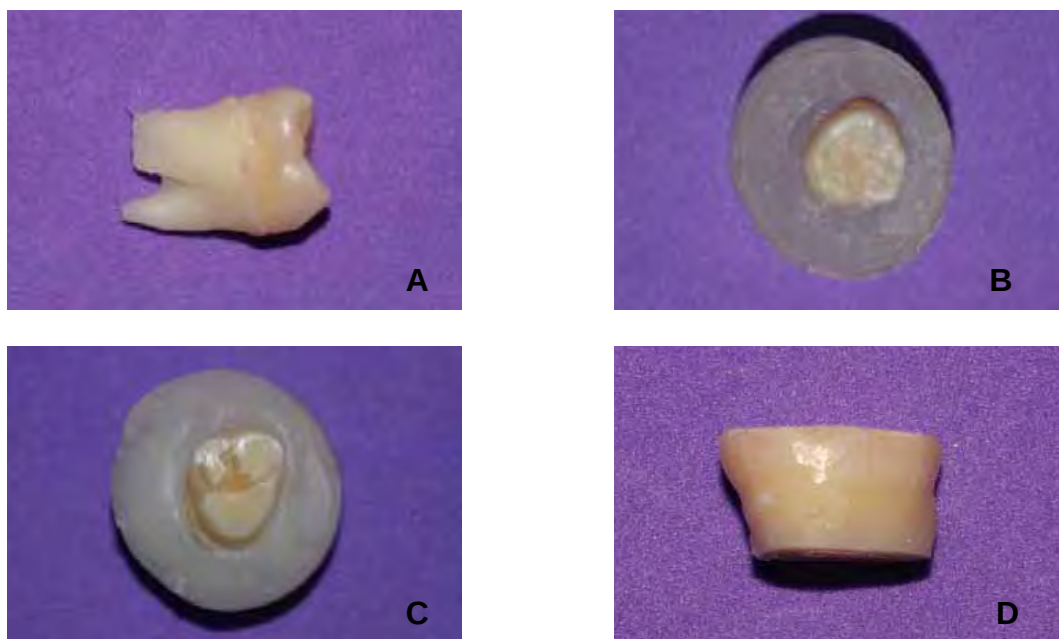


Figura 2 – Preparo das amostras: a) Terceiro molar hígido; b) Dente embutido em resina acrílica por sua raiz c) Desgaste oclusal dos dentes em recortador de gesso; d) Terceiro molar com a raiz seccionada.

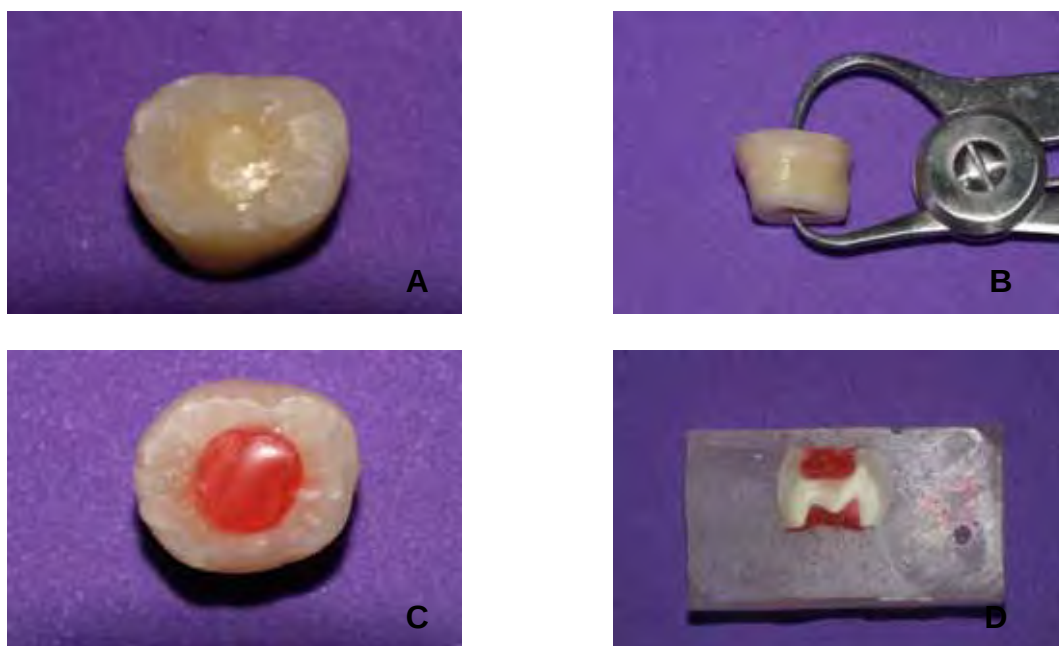


Figura 3 - Preparo das amostras: A) Cavidade na superfície oclusal do dente; B) Medição da espessura da dentina remanescente; C) Selamento das hemi-coroas com cera utilidade para posteriormente embutimento em resina acrílica; D) Secção da coroa do dente em duas hemi-coroas com disco diamantado em Labcut.

4.3 Divisão dos grupos

As vinte e quatro hemi-coroas obtidas foram divididas em quatro grupos de seis hemi-coroas cada, de acordo com o sistema adesivo e tratamento dentinário (Figura 4):

- a) **Grupo controle (SBC)**- As cavidades das hemi-coroas do SBC foram condicionadas com ácido fosfórico. O excesso de umidade foi removido com filtros de papel deixando a superfície úmida, foram então aplicadas duas camadas consecutivas do adesivo convencional Single Bond com auxílio de um aplicador descartável, seguido de um suave jato de ar 5 s, de acordo com as especificações do fabricante. No SBC, a fotoativação foi realizada em seguida pelo aparelho fotopolimerizador com lâmpada halógena XL 3000 (3M) por 10 s;
- b) **Grupo laser (SBL)**- As cavidades das hemi-coroas do SBL também foram condicionadas com ácido fosfórico. Após aplicação do sistema adesivo Single Bond, previamente à polimerização, os corpos de prova foram irradiados pelo laser Nd:YAG, Pulse Master 600 IQ (American Dental Technology-USA), comprimento de onda de 1,064 μm e fibra óptica de 320 μm , utilizado no modo não-contato (Figura 5a). Os pulsos foram aplicados sem contato e em forma de varredura por 60s. Posteriormente, foram fotopolimerizados por 10 s;

- c) **Grupo controle (CSEC)**- os espécimes receberam aplicação do sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond iniciando pelo *primer* autocondicionante. Após 20 s de espera foi feita a aplicação de um breve jato de ar, aplicação do Bond, novo breve jato de ar e polimerização por 10 s;
- d) **Grupo laser (CSEL)**- receberam aplicação do sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond iniciando pelo *primer* autocondicionante. Após 20 s de espera foi feita a aplicação de um breve jato de ar, aplicação do Bond e um breve jato de ar novamente. Previamente à polimerização do adesivo foi aplicado o laser Nd:YAG com 140 mJ de energia/pulso, não contato, varrendo-se a superfície por 60 s, seguido da fotopolimerização do adesivo.

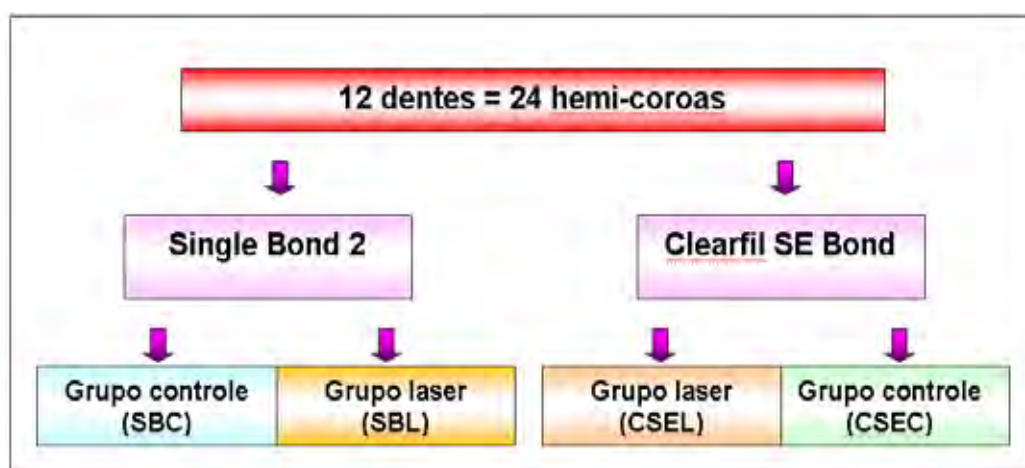


Figura 4 - Representação da distribuição das amostras de acordo com o Grupo.

Nos quatro grupos foram aplicados dois incrementos da resina composta *Filtek Supreme* (3M ESPE) nas cavidades e polimerizados por 30s cada (Figura 5b).

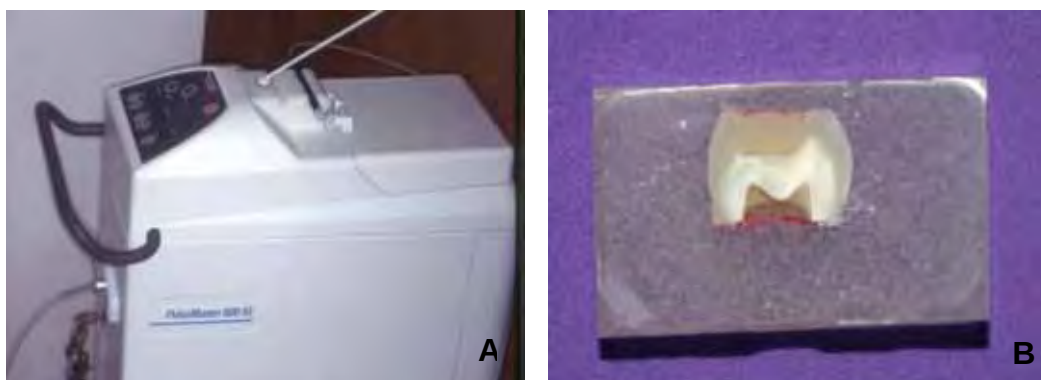


Figura 5 – A) Laser Nd:YAG; B) Preparo das amostras: Amostra restaurada

Na seqüência, os corpos-de-prova foram identificados, imersos em água destilada à temperatura ambiente e armazenados por 24h em estufa 37°C. Após este período as interfaces adesivas foram regularizadas com lixas d'água em granulação seqüencial 600, 800, 1000, 1200, 1500, 2000, 2400 e 4000 por 30s em cada, em Politriz (Dp-10 Panambra Industrial e Técnica AS) a 600 rotações por minuto (rpm), refrigeradas à água (Pashley et al., 1993; Anido, 2001; Rauscher, 2003). As amostras foram então polidas em disco de feltro com pasta de diamante 1 μ , para obter uma superfície espelhada. Após o polimento todas as amostras foram limpas em ultrassom por 20 min.

4.4 Nanoindentação

A interface de cada amostra foi medida para avaliação das grandezas, dureza e módulo de elasticidade, com auxílio de um nanoindentador Nano Indenter® XP (MTS®, MN, EUA) (Figura 6a), localizado no laboratório de propriedades Nanomecânicas da UFPR. O

teste foi controlado por computador anexo ao aparelho, que fez a análise dos dados. As indentações foram feitas em temperatura $26 \pm 0,5$ °C.

Atualmente, para avaliar as propriedades mecânicas de um determinado material, realizam-se ensaios de indentação. A escolha do tipo de ensaio a ser utilizado na determinação dos valores da dureza e o módulo de elasticidade dependem das dimensões e da composição do material a ser estudado. A carga aplicada e o modo como se obtém a área da indentação é o que diferencia os ensaios. Esta área, A , dependendo da geometria do penetrador e da perspectiva, poderá ser projetada (vista superior da impressão) ou contatada (área interna do material em contato com o penetrador).

Os valores das propriedades mecânicas dos materiais são hoje avaliados com maior acuidade pela técnica da nanoindentação, que fornece dados em escalas nanométricas, em detrimento aos testes macroscópicos (Brinell e Rockwell) e microscópicos (Vickers ou Knoop).



Figura 6 - Nanoindentador Nano Indenter® XP

4.4.1 Dureza

A dureza é uma propriedade mecânica definida como uma medida da resistência dos materiais a uma deformação plástica causada pela penetração de uma ponta ou por um risco (Brotzen, 1994).

O modo mais utilizado para a obtenção dos valores de dureza são os ensaios de penetração, onde a área da deformação plástica deixada por uma ponta esférica, piramidal ou cônica ao penetrar no material é determinada. A dureza é então definida como a razão entre a carga máxima de penetração e a área medida.

4.4.2 Módulo de Elasticidade

No processo de deformação elástica o material é deformado de uma maneira reversível, ou seja, quando se aplica uma determinada tensão, σ , na superfície do dente, esta é deformada, ϵ , entretanto, quando se retira a força, a superfície retoma sua forma inicial.

A razão entre a tensão que é aplicada e a deformação elástica da superfície do dente é definida como módulo de elasticidade (módulo de Young), e representa o coeficiente angular elástico em um gráfico de tensão versus deformação. A figura 7 mostra uma curva típica de tensão versus deformação. O regime elástico compreende a deformação inicial até atingir o ponto de escoamento. Ao aumentar a tensão, a deformação aumenta até a fratura. O módulo de elasticidade depende principalmente da composição, estrutura e natureza das ligações químicas entre os elementos.

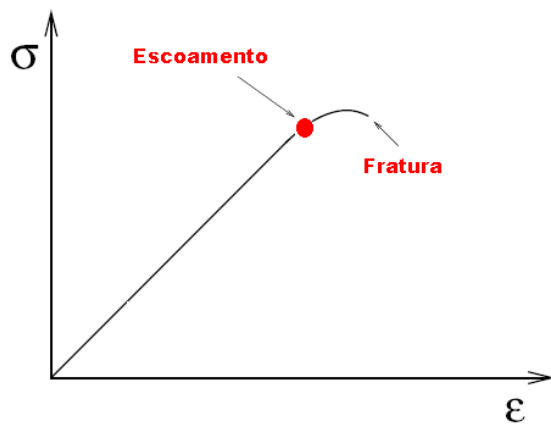


Figura 7: Curva típica de tensão versus deformação.

4.4.3 Aplicação da Técnica da nanoindentação

A nanoindentação consiste em fazer penetrar uma ponta com geometria conhecida no material, controlando e registrando a carga e profundidade de penetração, a qual é feita em escala nanométrica. A ponta utilizada neste ensaio é de diamante, tipo Berkovich, que possui uma geometria piramidal de três lados, com cada lado formando um ângulo de $65,3^\circ$ com um plano normal à base da pirâmide (Figura 8).

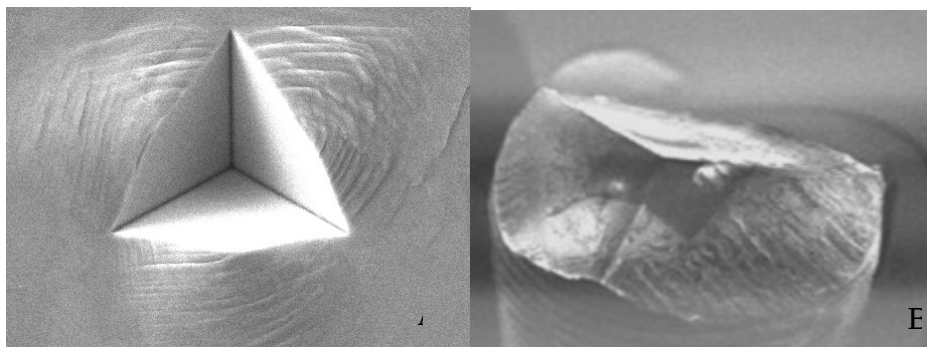


Figura 8: A) Impressão da indentação. B) Indentador Berkovich.

Para obter os valores de dureza e módulo de elasticidade, uma força (carga) P é aplicada ao indentador que penetra na superfície da amostra. Os valores da carga utilizada neste estudo foram definidos com base na revisão de literatura e no estudo piloto, sendo padronizado em 4 mN.

As regiões sobre a amostra foram examinadas e selecionadas para indentação utilizando um microscópio óptico e uma mesa móvel (sistema X-Y), instalada dentro do dispositivo mostrado na Figura 6.

As medições foram realizadas com intervalos a partir da dentina em direção a resina. As condições de medição foram às seguintes: a partir da dentina com um intervalo de 25 μm de distância de cada medição em diagonal ao longo da interface. A primeira indentação foi utilizada para análise da dentina intacta e a última para análise da resina composta de cada amostra. (Figura 9).

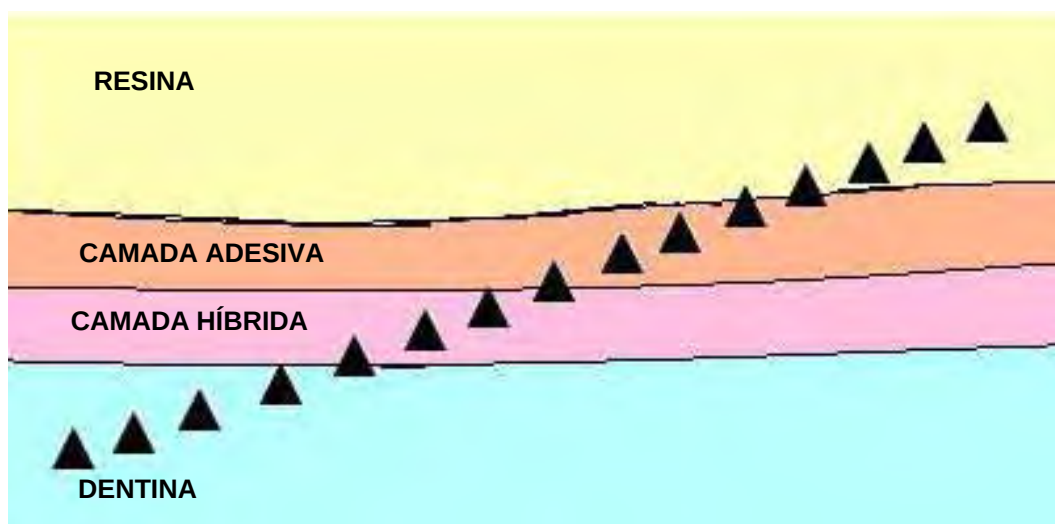


Figura 9 - Pontos de medição para nanoindentação.

Esta ponta foi pressionada contra a superfície do dente com a força controlada, enquanto seu deslocamento sobre o dente foi medido. Em seguida foi construída uma curva de força aplicada (P) em

função do deslocamento vertical da ponta (h) que foi registrada em função do tempo (figura 10). A curva de força foi caracterizada por uma região de carga e outra de descarga. Na parte de carga ou carregamento, a ponta entrou em contato com a superfície do dente e a força entre elas foi aumentada gradualmente até o valor máximo de força que foi utilizada no teste ($P_{\text{máx}}$). Uma vez que a tensão entre a ponta e a superfície ultrapassou o limite de escoamento, a curva de carga resultou em uma combinação de deformação elástica e plástica do dente. Depois de atingir o valor máximo da força, a ponta começou a retroceder o movimento e a superfície avaliada acompanhou a ponta até acontecer toda sua recuperação elástica. Estes dados caracterizaram a curva de descarga ou descarregamento que é a resposta referente à recuperação elástica da superfície.

A velocidade de aproximação do indentador em direção à superfície da amostra foi de 30 nm/s. Após o contato, o tempo utilizado tanto para o ciclo de indentação e carregamento quanto para o descarregamento, foi de 30 s. Entre o ciclo de carregamento e descarregamento a carga foi mantida constante por um período de 5s.

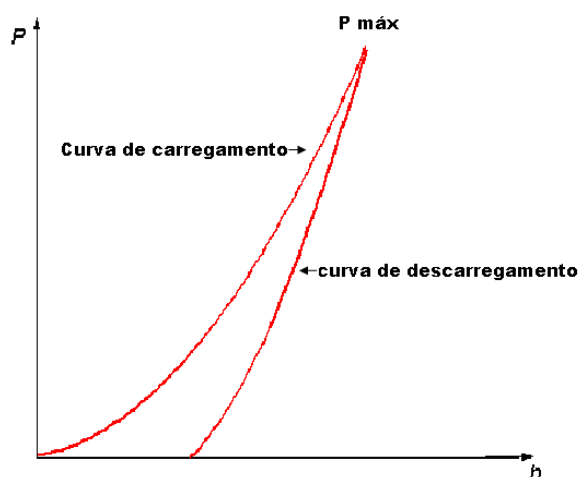


Figura 10- Representação esquemática da curva de carregamento e descarregamento.

A análise dos resultados obtidos foi feita pelo método desenvolvido por Oliver e Pharr, que utiliza a curva de carregamento em função do deslocamento sofrido pelo penetrador, em todo o ciclo do processo de nanoindentação. Esse método é o mais utilizado nos dias de hoje para o estudo das propriedades mecânicas de superfícies, filmes finos e dispositivos que possuem dimensões submicrométricas.

4.4.4 O Método Oliver-Pharr

Oliver e Pharr em 1992 propuseram um método para a obtenção da dureza e módulo de elasticidade, que consiste na interação entre o penetrador e o material indentado através da análise da curva de carregamento e descarregamento. A figura 11 mostra a secção transversal de uma indentação, com o penetrador em contato com a amostra e após a retirada da carga, identificando os parâmetros utilizados nesta análise.

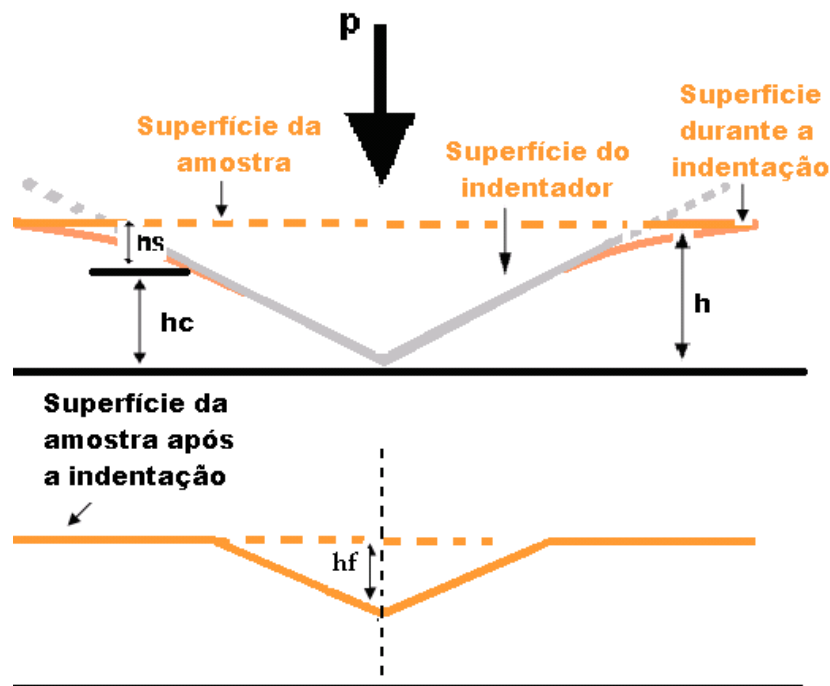


Figura 11- Perfil da superfície durante o carregamento máximo e após a retirada da carga, num teste de indentação instrumentada.

Em qualquer instante durante o carregamento, o deslocamento total do penetrador (h) é dado por:

$$h = h_c + h_s$$

H_c corresponde à profundidade de contato enquanto h_s corresponde ao deslocamento da superfície no perímetro de contato. Quando o penetrador está totalmente fora da amostra, ocorre recuperação elástica da mesma, obtendo-se a profundidade da impressão DF .

A equação base para as medidas de dureza é:

$$H = \frac{P}{A} \quad (1)$$

A área de contato projetada, A , é calculada avaliando uma função da área determinada numa profundidade de contato h_c , isto é:

$$A = f(h_c) \quad (2)$$

Este cálculo é obtido durante a calibragem da ponta. Para um penetrador Berkovich ideal, tem-se que:

$$A = 24,5h_c^2 \quad (3)$$

Para se obter os valores do módulo de elasticidade neste método, o efeito de indentadores não perfeitamente rígidos, ou seja, as deformações sofridas por estes, são levados em consideração com a introdução do chamado *módulo elástico reduzido* E_r , definido pela equação:

$$E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_p}} \quad (4)$$

A grandeza S , denominada rigidez do material, é obtida a partir da inclinação da porção inicial da curva de descarga. Uma vez conhecido o valor de E_r , o módulo elástico E_s do material analisado será encontrado pela equação:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (5)$$

onde ν_s e ν_i são, respectivamente, as razões de Poisson (definida como a razão entre as deformações específicas transversal e longitudinal) da amostra e do indentador e E_i é o módulo de Young do indentador. No nosso caso, com uma ponta de diamante, $E_i = 1141$ GPa e $\nu_i = 0,07$.

4.5 Análise estatística

Para a análise estatística, efetuamos o experimento que segue um esquema fatorial do tipo 2 x 2 x 2, totalizando oito condições experimentais sob 6 repetições. Consideramos três variáveis independentes (ou experimentais): sistema adesivo, tratamento e camada. O primeiro fator, relativo ao tipo de sistema adesivo, apresentou duas categorias: Single Bond (SB) e Clearfil SE Bond (CSB). O segundo fator, relativo à indicação de tratamento, apresentou duas categorias: Sem irradiação laser (Ausência), e Irradiação com Nd:YAG 140mJ/cm² (Presença). O terceiro fator, relativo à camada da interface testada, apresentou duas categorias: Camada Adesiva (CA) e Camada Híbrida (CH).

A análise estatística foi dividida em duas partes: parte I – Dureza; parte II – Módulo de elasticidade. A variável dependente (resposta) considerada na primeira parte foi o valor da dureza, enquanto que a variável resposta considerada na segunda parte foi o módulo de elasticidade, ambos da camada híbrida e da camada adesiva obtida em medidas (GPa) de interfaces indentadas expostas ou não à irradiação com o laser. A unidade experimental foi o quadrante da coroa do dente humano restaurado.

Apenas para efeito de visualização, uma terceira parte foi adicionada para mostrar os valores de dureza e elasticidade da dentina e resina vizinhas à área adesiva, valores esses que não foram comparados na análise estatística, já são bastante discrepantes pelas próprias características inerentes a ambos, dentina e resina.

Os dados foram submetidos à análise estatística por meio do programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 14.12, 2004), STATISTICA (StatSoft, version 5.5, 2000) e STATISTIX (versão 8.0, 2003, Analytical Software).

5 RESULTADOS

5.1 Parte I – Dureza

Nas Tabelas 1 e 2 a seguir, estão descritas as medidas de dureza da camada híbrida e camada adesiva para os sistemas adesivos convencional e autocondicionante, com ou sem aplicação do laser.

Tabela 1- Medidas de dureza de sistema adesivo convencional, em Gpa

Espécime	Convencional			
	Ausencia de Laser		Presença de Laser	
	Camada Adesiva	Camada Híbrida	Camada Adesiva	Camada Híbrida
1	0,165	0,261	0,319	0,288
2	0,321	0,358	0,369	0,315
3	0,370	0,379	0,369	0,316
4	0,392	0,414	0,402	0,423
5	0,415	0,481	0,403	0,484
6	0,434	0,488	0,482	0,505

Tabela 2- Medidas de dureza de sistema adesivo autocondicionante

Espécime	Autocondicionante			
	Ausência de Laser		Presença de Laser	
	Camada Adesiva	Camada Híbrida	Camada Adesiva	Camada Híbrida
1	0,301	0,293	0,293	0,339
2	0,302	0,324	0,324	0,401
3	0,368	0,365	0,365	0,431
4	0,376	0,474	0,474	0,456
5	0,377	0,496	0,496	0,459
6	0,392	0,502	0,502	0,594

A estatística descritiva consistiu no cálculo de médias e desvios padrão, apresentada na Tabela 3, mostrada a seguir.

Tabela 3 - Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de dureza (GPa) obtidos nas indentações em oito condições experimentais

Grupos	N	Média	DP
Clearfil/Ausência/CA	6	0,352	0,040
Clearfil/Presença/CA	6	0,409	0,092
SB/Ausência/CA	6	0,349	0,098
SB/Presença/CA	6	0,395	0,053
Clearfi/Ausência/CH	6	0,410	0,091
Clearfil/Presença/CH	6	0,396	0,084
SB/Ausência/CH	6	0,446	0,084
SB/Presença/CH	6	0,388	0,094

A Figura 12 a seguir mostra a distribuição dos valores médios de dureza.

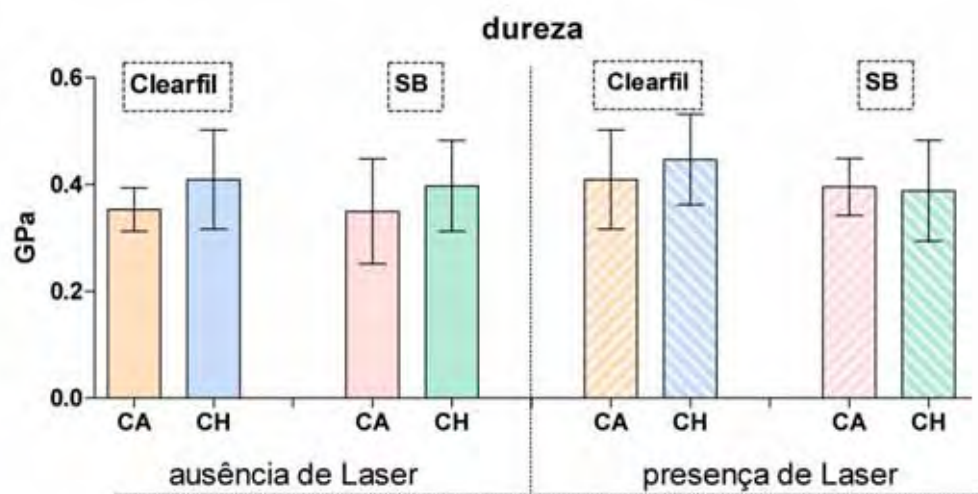


Figura 12 - Gráfico de colunas (média±desvio padrão) dos valores de dureza das camadas adesiva e híbrida, obtidos pelos sistemas adesivos SB e CSE, na ausência e presença do laser de NdYAG.

Verifica-se, com as informações acima, que as condições experimentais não apresentam mesma dispersão, valores próximos de desvio-padrão. Para avaliar o relacionamento entre a aplicação do laser, o tipo de adesivo e a camada da interface, os dados obtidos em nosso experimento foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância de medidas repetidas, após ser considerada a distribuição dos resíduos. Os valores resíduos, decorrentes do ajuste do modelo adotado, foram examinados para avaliar a adequabilidade do modelo para válidas inferências estatísticas e foi determinado que os dados originais propiciaram um adequado ajuste, seguindo uma distribuição normal de probabilidade e ainda uma uniformidade dos resíduos.

Portanto, a estatística inferencial consistiu no teste de análise de variância de medidas repetidas (ANOVA) três fatores (Laser, Adesivo e Camada). O nível de significância escolhido foi o valor convencional de 5% ($p < 0,05$) para verificar se existiam diferenças significantes entre as condições do experimento.

Quando se aplica o teste ANOVA para avaliar a influência das variáveis: sistema adesivo, aplicação do laser e camada da interface, verifica-se que a interação entre elas não é estatisticamente significativa (Tabela 4).

Tabela 4 – ANOVA para os dados de dureza obtidos.

<i>Efeito</i>	<i>G L</i>	<i>SQ</i>	<i>QM</i>	<i>F</i>	<i>p</i>
Laser	1	0,012	0,012	1,05	0,318
Adesivo	1	0,005	0,005	0,47	0,500
Laser X Adesivo	1	0,002	0,002	0,20	0,660
Resíduo I	20	0,245	0,012		
Camada	1	0,013	0,013	9,52	0,005
Laser X Camada	1	0,004	0,004	2,85	0,106
Resíduo II	20	0,028	0,001		
Adesivo X Camada	1	0,002	0,002	1,53	0,230
Laser X Adesivo X Camada	1	0,000	0,000	0,67	0,421
Total	47	0.31491			

p<0,05

Pelo teste ANOVA, pôde-se rejeitar a hipótese de nulidade dos efeitos sistema adesivo e aplicação do laser e da interação entre estes sobre a dureza da camada híbrida.

A Figura 13 mostra as médias de valores de dureza obtidos segundo as condições experimentais estabelecidas pelas três variáveis: Adesivo, Laser e Camada.

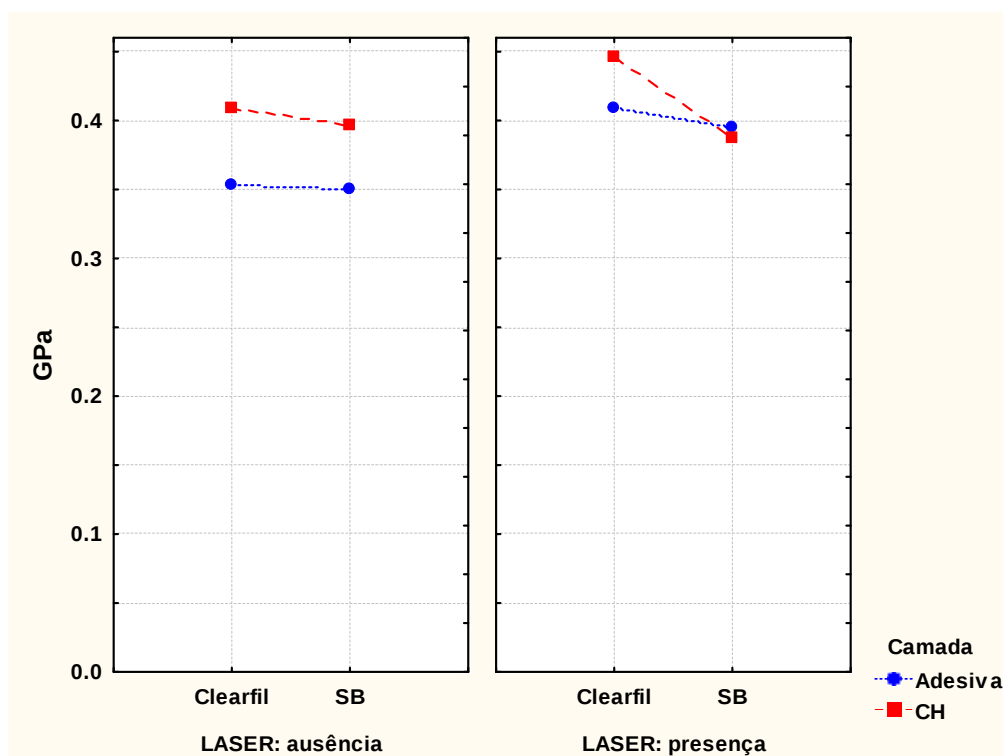


Figura 13 - Gráfico de médias dos valores de dureza obtidos, segundo as condições experimentais estabelecidas pelas três variáveis: Adesivo, Laser e Camada

Tendo em vista que o efeito interação das três variáveis não é estatisticamente significativo, considera-se, agora, o efeito principal camada da interface, que foi estatisticamente significativo. Pode-se afirmar que, independente da aplicação do laser, a camada híbrida apresenta maior valor de dureza que a camada adesiva em ambos os sistemas adesivos.

Tabela 5 a seguir apresenta as médias das oito condições experimentais, por meio do teste de Tukey (5%).

Tabela 5 – Teste de Tukey referente à dureza para as oito condições experimentais.

Camada	Adesivo	Laser	Média (GPa)	Grupos Homogêneos
Adesiva	SB	Ausência	0,349	A
Adesiva	Clearfil	Ausência	0,352	A
Adesiva	SB	Presença	0,395	A B
Adesiva	Clearfil	Presença	0,409	A B
Híbrida	SB	Ausência	0,396	B
Híbrida	SB	Presença	0,388	B
Híbrida	Clearfil	Ausência	0,409	B
Híbrida	Clearfil	Presença	0,446	B

Pode-se observar que a maior média de dureza foi obtida na camada híbrida, que difere estatisticamente da camada adesiva.

5.2 Parte II – Módulo de elasticidade

Os dados obtidos nas condições experimentais para o adesivo convencional estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Medidas do módulo de elasticidade de sistema adesivo Convencional, em GPa.

Espécime	Convencional			
	Ausência de Laser		Presença de Laser	
	Camada Adesiva	Camada Híbrida	Camada Adesiva	Camada Híbrida
1	6,761	9,325	10,304	10,322
2	7,322	9,656	12,927	11,139
3	7,401	10,098	13,044	13,867
4	8,562	11,529	13,277	15,58
5	9,542	11,800	13,698	16,224
6	10,698	14,931	13,988	16,777

Os dados obtidos nas condições experimentais para o adesivo autocondicionante estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Medidas do módulo de elasticidade de sistema adesivo autocondicionante GPa.

(Continua)

Espécime	Autocondicionante			
	Ausência de Laser		Presença de Laser	
	Camada Adesiva	Camada Híbrida	Camada Adesiva	Camada Híbrida
1	8,259	9,819	8,206	9,856
2	10,105	10,153	8,424	10,073

(Conclusão)

Espécime	Autocondicionante			
	Ausência de Laser		Presença de Laser	
	Camada Adesiva	Camada Híbrida	Camada Adesiva	Camada Híbrida
3	10,245	12,333	9,064	12,788
4	10,537	12,526	10,256	13,135
5	13,233	12,543	10,936	15,09
6	14,024	13,345	11,805	19,796

A estatística descritiva dos oito grupos experimentais, encontra-se na Tabela 8, a seguir.

Tabela 8 - Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de módulo de elasticidade (GPa) obtidos nas indentações nas oito condições experimentais.

Grupos	N	Média	DP
Clearfil/Ausência/CA	6	11,07	2,154
Clearfil/Presença/CA	6	9,78	1,449
SB/Ausência/CA	6	8,38	1,514
SB/Presença/CA	6	12,87	1,321
Clearfil/Ausência/CH	6	11,79	1,441
Clearfil/Presença/CH	6	13,44	3,675
SB/Ausência/CH	6	11,22	2,074
SB/Presença/CH	6	13,98	2,716

A figura a seguir mostra a distribuição dos valores médios do módulo de elasticidade.

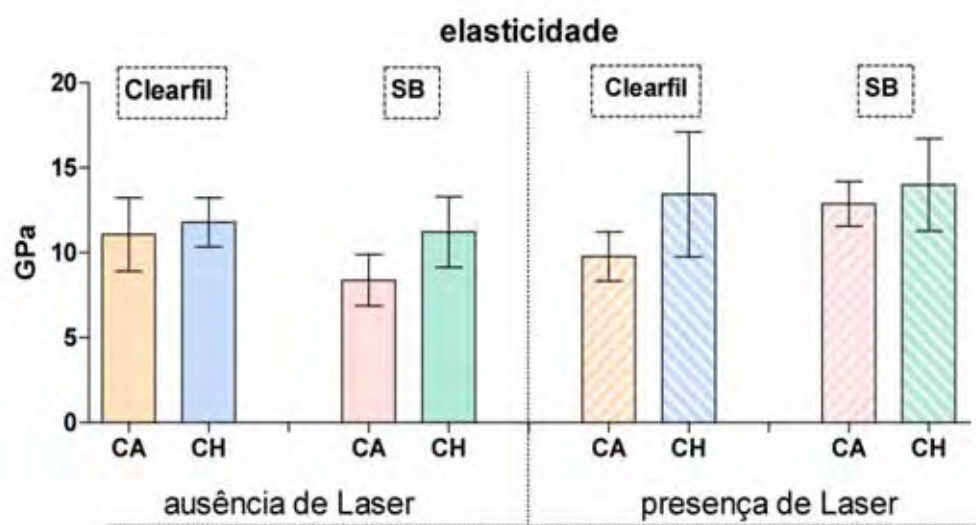


Figura-14 Gráfico de colunas (média± desvio-padrão) dos valores de módulo de elasticidade das camadas adesiva e híbrida, obtidos pelos sistemas adesivos SB e CSE, na ausência e presença do laser de NdYAG.

A Tabela 9 a seguir apresenta o teste de variância para as condições experimentais.

Tabela 9 - Anova para os dados de módulo de elasticidade obtidos.

<i>Efeito</i>	<i>G L</i>	<i>SQ</i>	<i>QM</i>	<i>F</i>	<i>*p</i>
Laser	1	43,590	43,590	5,94	0,024
Adesivo	1	0,111	0,111	0,02	0,903
Laser X Adesivo	1	35,549	35,549	4,85	0,039
Resíduo I	20	146,653	7,332		
Camada	1	52,083	52,083	23,94	0,001
Laser X Camada	1	1,097	1,096	0,50	0,485
Resíduo II	20	43,516	2,1758		
Adesivo X Camada	1	0,135	0,1350	0,06	0,805
Laser X Adesivo X Camada	1	16,364	16,363	7,52	*0,012
Total	47	339,098			

*p<0,05

Por meio da Tabela 9, ANOVA, acima, verifica-se que o efeito interação das três variáveis em estudo é significativo. Assim, pode-se estabelecer que o relacionamento entre o sistema adesivo com relação à aplicação do laser na camada adesiva não é o mesmo que na camada híbrida.

A Figura 15 ilustra os valores médios do módulo de elasticidade obtidos, segundo as condições experimentais.

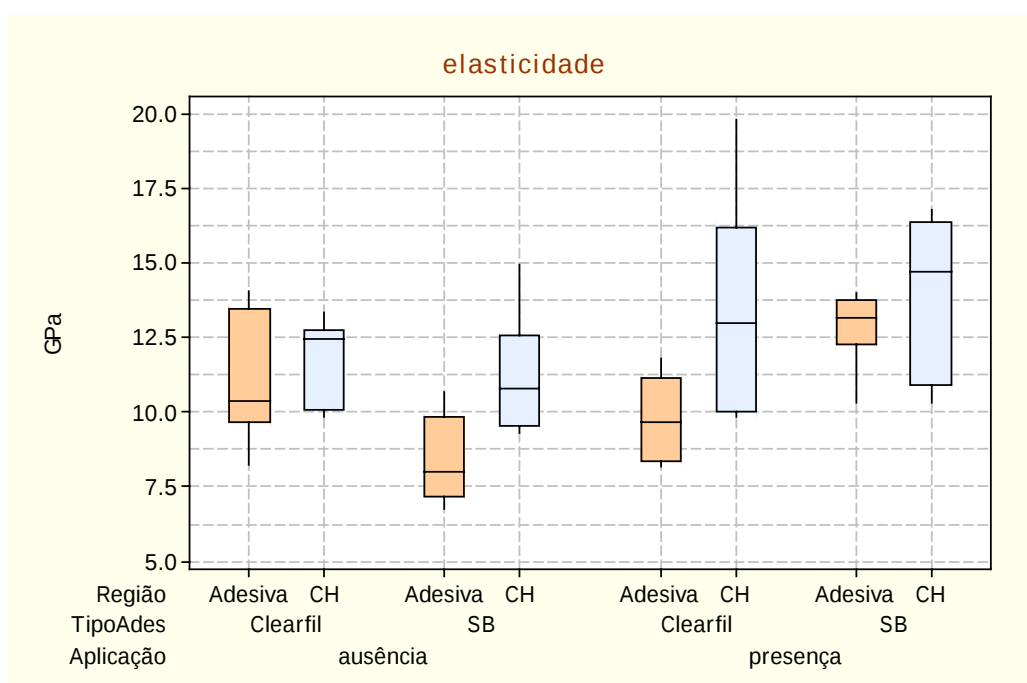


Figura 15 - Gráfico de médias dos valores do módulo de elasticidade obtidos, segundo as condições experimentais estabelecidas pelas três variáveis: Adesivo, Laser e Camada.

Na Tabela 10 a seguir podemos constatar os resultados do teste de Tukey para a camada adesiva (5%).

Tabela 10 – Resultados do teste de Tukey para os valores de módulo de elasticidade da camada adesiva.

Laser	Adesivo	Média (GPa)	Grupos Homogêneos
Ausência	SB	8,4	C
Presença	SB	12,9	A
Ausência	Clearfil	11,1	A B
Presença	Clearfil	9,8	B C

Letras iguais indicam grupos homogêneos entre si.

Na Tabela 11 a seguir podemos observar os resultados do teste de Tukey para a camada híbrida (5%).

Tabela 11 – Resultados do teste de Tukey para camada híbrida.

Laser	Adesivo	Média (GPa)	Grupos Homogêneos
Ausência	SB	11,2	A
Presença	SB	14,0	A
Ausência	Clearfil	11,8	A
Presença	Clearfil	13,4	A

Letras iguais indicam grupos homogêneos entre si.

Na figura seguinte estão representados os valores médios do módulo de elasticidade obtidos, segundo as condições experimentais.

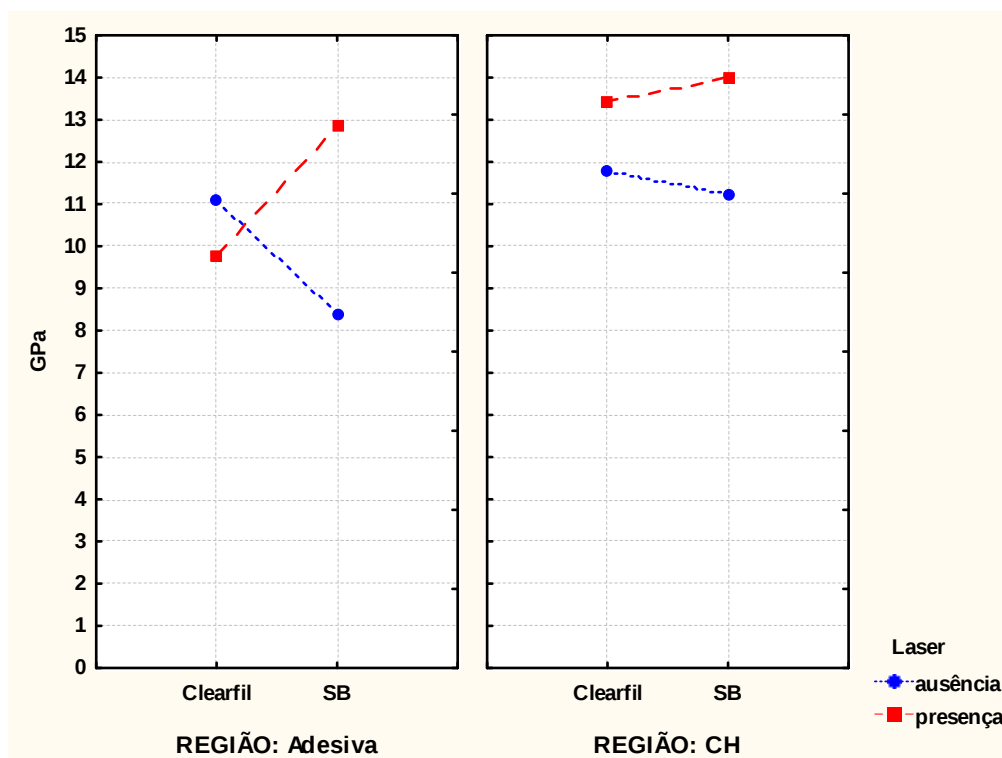


Figura 16 - Gráfico dos valores médios do módulo de elasticidade considerando separadamente a região (camada).

Para a comparação entre os valores médios das camadas da interface adesiva (camada adesiva e camada híbrida), optou-se pela aplicação dos teste t-Student pareado, com correção de Bonferroni (5% dividido por 4 comparações) (Tabela 12 a 15).

Tabela 12 - Resultados do teste t-Student para o grupo SB com ausência do laser- camada adesiva; camada híbrida.

Laser	Adesivo	Camada	Média (GPa)	Desvio Padrão
Ausência	SB	Adesiva	8,380	1,514
Ausência	SB	Híbrida	11,223	0,847

P-Value = 0.046 > (0.05 / 4 = 0.0125)

Tabela 13 - Resultados do teste t-Student para o grupo SB com presença do laser- camada adesiva; camada híbrida.

Laser	Adesivo	Camada	Média (GPa)	Desvio Padrão
Presença	SB	Adesiva	12,87	1,32
Presença	SB	Híbrida	13,98	2,72

P-Value = 0.187 > (0.05 / 4 = 0.0125)

Tabela 14 - Resultados do teste t-Student para o grupo Clearfil com ausência do laser- camada adesiva; camada híbrida.

Laser	Adesivo	Camada	Média (GPa)	Desvio Padrão
Ausência	Clearfil	Adesiva	11,067	2,154
Ausência	Clearfil	Híbrida	11,787	1,441

P-Value = 0.236 > (0.05 / 4 = 0.0125)

Tabela 15 - Resultados do teste t-Student para o grupo Clearfil com presença do laser- camada adesiva; camada híbrida.

Laser	Adesivo	Camada	Média (GPa)	Desvio Padrão
Presença	Clearfil	Adesiva	9,78	1,45
Presença	Clearfil	Híbrida	13,44	3,68

P-Value = 0.0120 < (0.05 / 4 = 0.0125)

Tendo em vista que o efeito interação das três variáveis foi estatisticamente significativa, considera-se, agora, o grupo Clearfil com presença do laser é estatisticamente significativa.

5.3 Dureza e Módulo de Elasticidade da Dentina e da Resina

As média e desvio padrões (GPa) da dureza e módulo de elasticidade da dentina e da resina estão representados na Tabela 16, lembrando que os valores nela exibidos não fizeram parte da estatística.

Tabela 16 - Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados da dureza e de módulo de elasticidade (GPa) obtidos nas indentações.

	Dureza ($\pm$ DP)	Módulo de elasticidade ($\pm$ DP)
Dentina	0,582 $\pm$ 0,167	18,001 $\pm$ 2,761
Resina	1,205 $\pm$ 0,115	26,273 $\pm$ 1,213

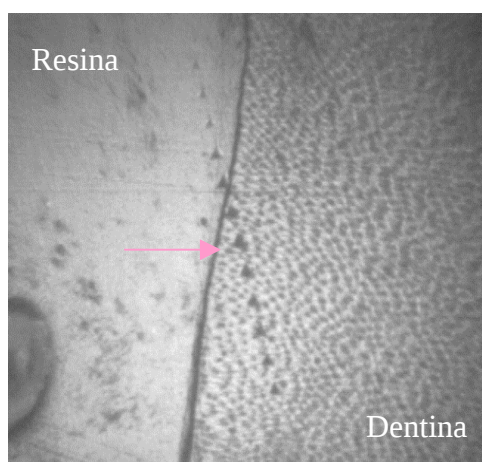


Figura 17 – A) Fotomicrografia por MO das nanoindentações realizadas na interface adesiva. Magnitude de 100x

Na Figura 17 podemos observar a imagem das indentações realizadas na interface adesiva, obtida por meio do Microscópio Óptico anexado ao nanoindentador. As indentações foram realizadas com cargas superiores ao que utilizamos em nosso estudo para poderem ser observadas.

6 DISCUSSÃO

6.1 Da Metodologia

Nos últimos anos, as pesquisas realizadas na área de adesão têm demonstrado uma mudança no seu direcionamento, deixando as análises que se limitam em avaliar a resistência adesiva inicial, e migrando para avaliação da longevidade da interface. Com isso, vale ressaltar que não só é importante uma alta resistência mecânica, como também uma boa qualidade da interface adesiva que permita uma maior longevidade da restauração.

Assim, são necessários testes laboratoriais que comprovem a eficiência e qualidade dos materiais. Devido à dificuldade de reproduzir experimento *in vivo*, por motivos de tempo e custo elevado, os estudos laboratoriais, *in vitro*, são indicados para avaliação inicial desses materiais (Ferrari et al., 1994). No entanto, a padronização e cuidados com as variáveis como o substrato, profundidade da dentina, tempo de estocagem e método de teste, são necessários para se obter resultados mais confiáveis que possam predizer o comportamento destes materiais quando aplicados clinicamente (Marshall et al., 1993).

Com relação ao substrato, este estudo selecionou terceiros molares de pacientes jovens de idade entre 18 e 35 anos com indicação à extração, para favorecer a padronização (Bowen et al., 1992; Prati et al., 1999).

A dentina é um tecido que apresenta um aspecto tubular, com os túbulos dirigidos perpendicularmente à superfície em relação ao plano oclusal, sendo que a quantidade e diâmetros médios variam de acordo com a proximidade do tecido pulpar. Próximo à região da junção amelodentinária, a dentina apresenta cerca de 10.000 túbulos/mm², próximo a porção média, cerca de 30.000 túbulos/mm² e, próximo à região da polpa, cerca de 50.000 túbulos/mm². Em relação aos diâmetros dos túbulos, são menores próximos à junção amelodentinária e maiores próximos à região da polpa (Garberoglio e Brännström, 1976). A variação na quantidade e diâmetro dos túbulos influencia diretamente a qualidade da hibridização. Neste estudo, para evitar variações no resultado devido às mudanças morfológicas do substrato dentário, o remanescente após o preparo foi padronizado em 2 mm.

Para realizar a armazenagem dos espécimes, optamos pelo congelamento em solução de timol 0,1%. A utilização de meios com propriedades bactericidas e bacteriostáticas tem sido também proposta para armazenamento a fim de evitar contaminação dos espécimes (Pongprueksa et al., 2008). Segundo Titley et al. (1998), os dentes devem ser congelados para manter suas características semelhantes aos dentes recém-extraídos. Esses autores apontam, ainda, que alterações *post-mortem* podem ocorrer em dentina, mas que o congelamento dos dentes imediatamente após a extração pode evitar essas mudanças. Cavalcanti (2009), afirmaram que dentes armazenados em solução de timol 0,1% à temperatura de 4°C não afeta os resultados dos testes para estudo da interface adesiva.

Nesse estudo, empregamos um número de espécimes semelhantes aos trabalhos observados na literatura. Foram utilizados grupos compostos de seis amostras, assim como outros autores (Oyen et al., 2005; Inque et al., 2009; Aizawa et al., 2008; Pongprueksa et al., 2008; Hosoya et al., 2007; Higashi et al., 2009). A técnica da nanoindentação possui a capacidade precisa de posicionamento do

indentador em regiões muito pequenas com sensibilidade de profundidade de penetração em escala nanométrica, o que diminui a probabilidade de erros na obtenção de dados.

Para facilitar a execução dos procedimentos adesivos e posteriormente o posicionamento no equipamento de nanoindentação, os espécimes foram embutidos em resina acrílica, o que segundo Huhtala (1999), não afeta os resultados do teste.

Optamos em nosso estudo, pela utilização do sistema adesivo *Adper Single Bond 2* (3M ESPE) por ser um produto amplamente estudado com propriedades bem conhecidas. É composto por HEMA, além de solventes como água e etanol, devido ao fato de empregarmos a técnica de adesão úmida. Optamos também pelo sistema adesivo autocondicionante *Clearfil SE Bond*, que possui água e HEMA na composição do *primer* ácido. Segundo Tay et al., em 1996, os adesivos cujo solvente é água, são menos sensíveis à técnica quando comparados aos que utilizam a acetona, devido à menor variabilidade em resultados de resistência adesiva com estes adesivos. Os dois sistemas adesivos foram utilizados seguindo as recomendações dos fabricantes. O sistema *Adper Single Bond 2* requer o condicionamento total da dentina, ou seja, remoção total da *smear layer* com ácido fosfórico a 37% por 15 s, seguido de lavagem, controle da umidade com papel absorvente e aplicação do adesivo. Em contrapartida, no sistema *Clearfil SE Bond* o condicionamento é dado pelo *primer* ácido, o qual é aplicado por 20s e não promove total remoção da *smear layer*, em seguida é realizada a aplicação do adesivo. Podemos observar que este sistema elimina a necessidade de total remoção da *smear layer*, incorporando-a a camada híbrida e interagindo com a dentina subjacente desmineralizada pela infiltração do monômero adesivo.

Diante do mecanismo pela qual é conseguida a hibridização do sistema adesivo *Adper Single Bond 2*, a presença de água após a lavagem para remoção do ácido, é importante para que o

arcabouço colágeno seja mantido em expansão, o que facilita a penetração dos monômeros (Pashley et al. 2001). Por isso, optou-se pela remoção do excesso de água, por meio de secagem com papel absorvente e não jato de ar.

O procedimento adesivo foi realizado em cavidades classe I. Estas, apesar de fácil execução, são cavidades que apresentam alto fator de configuração cavitária e, em se considerando restaurações adesivas, esse fator é de grande importância, no que tange fatores relacionados à integridade da interface adesiva. (Hannig; Friedrichs, C, 2001). Por este motivo, neste estudo a resina foi inserida de forma incremental e fotopolimerizada gradualmente permitindo melhor escoamento e relaxamento das tensões resultantes da contração de polimerização (Bouillaguet et al., 2001; Lloret et al., 2004).

Muitos estudos têm mostrado defeitos ao longo da interface adesiva. Esses defeitos podem ser formados pela discrepância entre a região desmineralizada com a penetração do adesivo. Sendo assim, são formados microporos que favorecem a permeação de fluido, íons, moléculas e íons bacterianos. Essa porosidade causa degradação e queda da resistência adesiva com o passar dos anos (Sano et al., 1995; Sano et al. 1999; Van Meebeek et al. 2000; Torii et al., 2002). Na busca por procedimentos que melhorem a efetividade da adesão, foi proposta a irradiação pelo laser de Nd:YAG com o objetivo de melhorar a resistência adesiva e a qualidade na interface dente/restauração (Gonçalves et al., 1999).

De acordo com White et al., em 1992, o laser Nd:YAG pode ser utilizado na dentina e esmalte sem causar danos pulpare, sendo a temperatura criada pela irradiação capaz de ablacionar tecidos orgânicos do esmalte e dentina. Segundo Kawabata et al. (1999) a aplicação do laser de Nd:YAG na dentina resulta na formação de estrutura fundida, com fendas e irregularidades.

Baseado nas observações da morfologia dentinária após irradiação com laser Nd: YAG, Gonçalves (1997) e Gonçalves et al.(1999) buscaram testar se a aplicação do laser sobre a dentina na presença do sistema adesivo poderia provocar uma fusão de ambos, formando uma camada híbrida mais resistente, e conseqüentemente aumentando a união adesiva. Os resultados obtidos pelos autores mostraram significativo aumento da resistência adesiva e comprovaram a recristalização da dentina. Esta metodologia foi posteriormente pesquisada por outros autores, que verificaram com este tratamento uma influência positiva na resistência adesiva da resina composta (Araújo et al., 2001; Matos et al., 1999; 2000; Franje et al., 2006).

De acordo com o estudo realizado por Ribeiro et al. em 2005, os melhores resultados de redução da microinfiltração marginal foram obtidos com energia de 140 mJ, aliado a técnica introduzida por Gonçalves et al. (1999). Utilizamos o laser Nd:YAG por apresentar comprimento de onda de 1,064 μm , que é absorvido pelos tecidos dentais duros. A utilização do equipamento seguiu as instruções dos fabricantes, de acordo com todas as normas de segurança preconizadas pela *Academy of Laser Dentistry*.

Baseados na literatura, o modo de ação do laser Nd:YAG nos motivou a realizar este estudo para avaliar a sua influência no nível da dureza e módulo de elasticidade da camada híbrida, buscando elucidar as razões que propiciaram o aumento da resistência adesiva conseguida por Gonçalves et al. (1999), agora empregando a técnica da nanoindentação.

Esta técnica foi selecionada por possibilitar a realização de medidas de dureza superficial na escala de nanômetros com profundidade de penetração de alguns décimos de microns, ou seja, permite medidas de nanodureza de determinada área sem influência de outras. Os ensaios produzidos por nanoindentação são não destrutivos,

uma vez que a impressão residual, produzida nas superfícies indentadas, não pode ser vista sem a devida ampliação das indentações.

Pelo motivo da interface adesiva ser uma área muito pequena, a análise das propriedades mecânicas foi feita por esta técnica que utilizou uma ponta de três lados na forma de pirâmide, denominada Berkovich. Esta ponta, comparada com a ponta canto cubo, desloca três vezes menos volume sob uma mesma carga aplicada e conseqüentemente forma uma menor demarcação de indentação na amostra (Marshall et al., 2001). A carga utilizada foi de 4 mN sobre a dentina, camadas híbrida, adesivo e a resina composta, determinada em estudo piloto prévio. Este método foi realizado em câmara de isolamento, com temperatura controlada em 26 °C ($\pm$ 0,5 °C) em um isolador anti-vibração, a fim de minimizar a influência das condições ambientais (Urabe et al., 2000).

Esta técnica foi aplicada a tecidos mineralizados somente na última década. O conhecimento da dureza e elasticidade da dentina é importante na compreensão das propriedades mecânicas de tecidos duros. Por esta razão, recentemente a nanoindentação tornou-se uma técnica comum para a determinação da propriedade mecânica local de características estruturais de tecidos biológicos mineralizados (Inoue et al., 2009). Uma vez que muitas características importantes da microestrutura de tecidos biológicos apresentam alguns micrômetros, a nanoindentação permite a medição direta de suas propriedades mecânicas intrínsecas e, potencialmente, fornece respostas a muitas questões.

Para realizar a nanoindentação, a superfície deve se apresentar com ausência de irregularidades, pois degraus ou fendas podem alterar os resultados. Para que se atingisse uma superfície plana e com uma rugosidade aceitável, foi realizado um polimento de maneira criteriosa, a fim de obter uma superfície espelhada.

Devido à imperfeição do indentador Berkovich, comumente é utilizado sílica fundida como uma norma para calibrar o equipamento (Rho et al., 1999). Esse procedimento foi realizado antes do início do procedimento de indentação. A média que deve ser obtida para indentação do módulo de elasticidade da sílica é de aproximadamente 72 GPa. O valor obtido a partir da sílica sugeriu que a máquina e o indentador estavam calibrados e protocolos adequados para indentação foram utilizados.

Para a exata mensuração dos valores de dureza e módulo de elasticidade, a distância entre cada indentação deve ser no mínimo cinco vezes o tamanho da deformação plástica formada por cada indentação (Urabe et al. 2000). Dessa forma, de acordo com testes pilotos, preconizou-se a distância de 25 μm entre cada indentação.

Os testes de nanoindentação foram também realizados na região de resina composta e substrato dentinário e comparados com testes realizados separadamente, o que serviu de certificação da metodologia empregada e comparação de resultados. As médias de valores obtidos na dentina deste estudo concordam com os resultados obtidos por outros autores, o que demonstra a reprodutibilidade do método empregado neste estudo (Higashi et al., 2009; Van Meerbeek et al., 1993).

A dureza e o módulo de elasticidade de um material dependem principalmente da densidade e da composição química do mesmo, características estas que podem ser alteradas quando ocorrem mudanças na sua estrutura ou devido a tratamentos térmicos ou mecânicos nos quais o material é submetido (Michler et al., 2001).

6.2 Dos Resultados

Neste estudo foi utilizado um modelo *in vitro* com a intenção de simular as condições fisiológicas durante o processo adesivo (Ferrari et al., 1999). Nosso objetivo foi avaliar a dureza e módulo de elasticidade da interface adesiva formada por sistema adesivo convencional e autocondicionante e a influência da associação ao laser Nd:YAG.

Os resultados apresentados nas tabelas de 1 a 16 foram analisados a partir da média estatística obtida de aproximadamente quinze nanoindentações para cada linha em cada espécime.

A dureza e o módulo de elasticidade da interface resina-dentina podem ser influenciados por diversos fatores: propriedades físicas da dentina (Hosoya et al., 2005), sistema adesivo utilizado e eficácia da hibridização (Hosoya, 2006; Hosoya, 2008).

É importante salientar que a formação da camada híbrida está relacionada a muitos fatores, dentre eles podemos destacar: a permeabilidade dentinária, os agentes condicionadores, o tempo de condicionamento, a qualidade da dentina, umidade, o tipo de sistema adesivo, a difusibilidade dos monômeros, a profundidade de polimerização e as características estruturais da rede de fibras colágenas (Pashley et al., 1992; Eick et al., 1993; Marshall et al., 1993; Sano, 1994; Tay et al., 1996; Tay et al., 2000; Cadenaro et al., 2005; Carvalhos et al., 2005).

6.2.1 Dureza

Na presente pesquisa, foram avaliadas as seguintes condições experimentais, com as seguintes variáveis: tipo de sistema adesivo (autocondicionante ou convencional), camada da interface (camada adesiva e camada híbrida) e tipo de tratamento dado (ausência

ou presença do laser Nd:YAG). Sendo assim este estudo seguiu um esquema fatorial do tipo 2x2x2.

Ao aplicar-se o teste ANOVA para verificar a influência das variáveis (Tabela 4), observamos que a variável camada da interface isoladamente foi estatisticamente significativa, o que não ocorreu nas demais variáveis e as interações entre elas.

A hibridização é um processo que implica na ocorrência de mecanismos químico-físicos. O primeiro deles é a desmineralização parcial ou total dos cristais minerais na dentina intertubular e peritubular hígidas. Esta desmineralização provoca o mecanismo subsequente que resulta no desnudamento das fibras colágenas da matriz dentinária, tornando-se susceptível ao terceiro mecanismo da infiltração dos monômeros adesivos hidrofílicos para o interior da rede colágena, criando uma cadeia molecular composta por polímero biológico e artificial (Nakabayashi et al., 1992). Acredita-se que esta malha colágena presente no interior da camada híbrida aumenta sua rigidez e conseqüentemente seus valores de dureza (Sano et al., 1994). Nosso estudo comprovou essa superioridade da camada híbrida em comparação com a camada adesiva para os valores de dureza, conforme observado nas tabelas 5 e figura 13, corroborando autores como Van Meerbeek et al., 1993; Aizawa et al., 2008 e Hosoya et al., 2009.

Verificamos, que não houve influência na nanodureza da camada híbrida frente à aplicação do laser Nd:YAG independente do tipo de sistema adesivo empregado (Tabela 5). Baseado nestas informações, podemos afirmar que o grupo que foi irradiado pelo laser não apresentou comportamento distinto em comparação com o grupo não-irradiado para a variável dureza.

Segundo White et al. (1987), os tecidos dentais absorvem a irradiação emitida pelo laser Nd: YAG e provocam alterações no conteúdo mineral como diminuição da porcentagem de cálcio e fósforo (Oho et al., 1990) tanto na dentina sadia como desmineralizada, sendo o

laser capaz de remover componentes orgânicos, principalmente o colágeno (White; Goodis, 1992). No entanto, em nosso estudo utilizamos o laser de Nd:YAG sobre a dentina na presença do sistema adesivo antes da polimerização, o que promoveu a fusão de tecido dentinário e camada de adesivo. Essa fusão resulta na formação de uma nova camada com substrato mecanicamente embricado e quimicamente afim de adesão, o que favorece a resistência adesiva (Gonçalves, 1999). Diante do exposto e de acordo com nossos resultados, podemos supor que esta nova modalidade de tratamento dentinário não tem efeito deletério sobre os valores de nanodureza da interface adesiva.

A comparação com a literatura em relação aos grupos tratados com o laser Nd:YAG, fica comprometida, pois não foram encontrados na literatura pesquisada, estudos semelhantes para serem confrontados com nossos resultados.

6.2.2 Módulo de elasticidade

O módulo de Young ou módulo de elasticidade é um parâmetro mecânico que proporciona uma medida da rigidez de um material sólido. Segundo alguns autores, o conhecimento do módulo de elasticidade da interface adesiva é necessário para avaliar a sua capacidade de amortecimento diante de forças oclusais e a tensão gerada pela contração de polimerização da resina composta durante a restauração. (Van Meerbeek et al., 1993; Pongprueska et al., 2008).

O baixo módulo de elasticidade (menor rigidez) da interface adesiva propicia à restauração a flexibilidade necessária para permitir sua deflexão entre a dentina e a resina composta, melhorando o selamento marginal e a longevidade da restauração e resultando em maiores forças de adesão (Unterbrink; Liebenberg, 1999; Montes et al.,

2001). Porém, o maior módulo de elasticidade mostra que aquela região possui a capacidade de suportar uma determinada força sem causar grandes deformações.

Em nosso estudo, observamos que em todos os espécimes examinados, os valores de módulo de elasticidade da camada híbrida e camada adesiva foram menores que da dentina e resina (Tabelas 8 e Figura 14), resultados que corroboram estudos de outros autores (Van Meerbeek et al., 1993; Pongprueksa et al., 2008; Higashi et al., 2009).

Verificamos que a maior média de módulo de elasticidade na camada híbrida ocorreu nas amostras que receberam a aplicação do sistema adesivo *Adper Single Bond 2*, seguida pela irradiação com laser Nd:YAG ($13,98 \pm 2,7$ GPa), em contraste, a menor média de módulo de elasticidade na camada híbrida ocorreu no Grupo Controle (ausência de laser) do mesmo adesivo ($11,22 \pm 2,07$ GPa), Tabela 8 e Figura 14. Além disso, observamos que quando as amostras foram irradiadas pelo laser Nd:YAG, apresentaram médias superiores de módulo de elasticidade na camada híbrida com relação ao seu respectivo grupo controle, independentemente do sistema adesivo utilizado, apesar de não ter ocorrido uma significância estatística para a diferença entre os grupos.

Baseado nestas informações, podemos afirmar que o sistema adesivo convencional *Adper Single Bond 2* e sistema adesivo autocondicionante *Clearfil SE Bond* apresentaram comportamentos semelhantes entre as amostras submetidas à irradiação laser.

De acordo com alguns autores, o provável aumento da rigidez da camada híbrida pode ser causada pela desidratação do colágeno que conseqüentemente resulta em maior módulo de elasticidade (Marshall et al., 1997; Maciel et al., 1996). Em nosso estudo, o laser foi aplicado sobre a superfície do adesivo previamente a sua fotopolimerização, fato que poderia causar a desidratação do colágeno. Outro fator, pode ser a diminuição da presença de água no interior da

camada híbrida pela possível evaporação ocasionada pelo laser, que facilita à conversão de monômeros em polímeros (Katz et al., 2003).

Outra hipótese é que a aplicação do laser assegurou uma maior penetração do adesivo, levando a uma maior concentração de monômeros no interior da camada híbrida (Kuwana, 2008). Conseqüentemente, após a polimerização formou-se uma camada mais resistente, que possui um maior valor do módulo de elasticidade, que se aproxima dos valores de dureza da dentina, reduzindo o gradiente entre as camadas, evitando que estas trabalhem de forma muito diferente frente ao estresse das forças oclusais.

É importante salientar que a camada híbrida do sistema adesivo autocondicionante é menos espessa que a camada híbrida do sistema adesivo convencional (Anido, 2005), o que dificulta a indentação desta camada, pois o penetrador pode vir a tocar porções da dentina ou da camada adesiva, alterando os resultados do grupo autocondicionante (Van Meerbeek et al., 1993).

Na camada adesiva, o módulo de elasticidade do grupo sistema adesivo convencional *Adper Single Bond 2* que recebeu a irradiação apresentou maior valor de média ($12,87 \pm 1,3$) em relação ao grupo autocondicionante (Tabelas 8 e 10; Figura 16). Inicialmente, poderíamos supor que isso tenha ocorrido porque o sistema adesivo convencional *Adper Single Bond 2* apresenta água e etanol como solvente, enquanto sistema autocondicionante *Clearfil SE Bond* apresenta água na composição do *primer* ácido. Acredita-se que o fato do sistema adesivo ter recebido o laser antes da polimerização possa ocasionar uma evaporação maior do solvente, principalmente etanol. Segundo alguns autores, a evaporação do solvente proporciona maiores propriedades mecânicas aos sistemas adesivos (Sandr et al., 2007).

Para o grupo convencional *Adper Single Bond 2* controle, pode-se observar menor valor de módulo de elasticidade. Esse resultado pode indicar que durante a aplicação deste adesivo não ocorreu remoção

total de solventes e água que, segundo alguns autores, proporciona menores valores de módulo de elasticidade (Paul et al., 1999; Cho, 2004).

Assim, as diferenças na formulação entre os sistemas adesivos podem ter levado aos diferentes resultados obtidos. Com isso, constatamos que o comportamento distinto dos sistemas adesivos resultante da interação provocada pelo laser Nd:YAG, se deva provavelmente, à possíveis alterações químicas e físicas, provenientes da interação da luz laser com a interface adesiva, fato que deve ser tópico de futuros estudos para confirmação.

Observamos também que o módulo de elasticidade da interface mesmo após a aplicação do laser permaneceu com valores menores que da dentina e da resina composta, o que demonstra a permanência da característica de “cavidade elástica”.

Embora os resultados obtidos por este estudo não possam ser diretamente extrapolados para uma situação clínica, podemos sugerir que o mecanismo de ação do laser Nd:YAG, provavelmente, promova alterações no módulo de elasticidade tanto na camada adesiva como na camada híbrida, modificando a interação destes com o substrato dentinário durante o processo de adesão.

7 CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia utilizada, e com base nos resultados obtidos, concluímos que:

a hipótese de nulidade testada quanto ao nível de dureza frente à interação interface adesiva (camada adesiva e camada híbrida), sistema adesivo (SB e CSE) e laser Nd:YAG (ausência e presença) foi aceita, não apresentando diferenças estatisticamente significantes;

- a) a hipótese de nulidade testada quanto ao nível de dureza entre as camadas adesiva e híbrida foi rejeitada, independentemente do sistema adesivo e da aplicação de laser Nd:YAG, com valores significativos e estatisticamente maiores para a camada híbrida;
- b) a hipótese de nulidade testada quanto ao módulo de elasticidade na camadas adesiva foi rejeitada com relação ao sistema adesivo convencional *Adper Single Bond 2* apresentando valores estatisticamente menor para o grupo que não recebeu a irradiação com laser Nd:YAG;
- c) a presença do laser proporcionou aumento significativo do módulo de elasticidade da camada híbrida para o sistema autocondicionante;
- d) o laser pode ser considerado um instrumento promissor na melhora das propriedades mecânicas da interface adesiva, pois proporcionou a homogeneização dos valores de módulo de

elasticidade da camada híbrida, bem como reduziu o gradiente dos valores de dureza e módulo de elasticidade entre as camadas de resina, adesiva, híbrida e dentina.

8 REFERÊNCIAS*

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR NM ISO 6506-1: Materiais metálicos – ensaio de dureza Brinell. Parte 1: Método de ensaio. São Paulo:ABNT;2010.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. ISO 6508-1: Materiais metálicos - ensaio de dureza Rockwell. Parte 1: Método de ensaio. São Paulo:ABNT;2008.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. ISO 6507-1: Materiais metálicos - ensaio de dureza Vickers. Parte 1: Método de ensaio. São Paulo:ABNT;2008.

Akimoto N, Yokoyama G, Ohmori K, Suzuki S, Kohno A, Cox CF. Remineralization across the resin-dentin interface: in vivo evaluation with nanoindentation measurements, EDS, and SEM. Quintessence Int 2001 Jul-Aug;32(7):561-70.

Albaladejo A, Osorio R, Toledano M, Ferrari M. Hybrid layers of etch-and-rinse versus self-etching adhesive systems. Med Oral Patol Oral Cir Bucal Jan;15(1):112-8.

Anido AA. Dentina humana e bovina, estudo comparativo da resistência adesiva em três diferentes profundidades: teste de cisalhamento [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista UNESP; 2001.

* Baseado em:

International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [homepage na Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago.] Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Anido AA. Dentina humana e bovina - estudo da profundidade de desmineralização e da espessura da hibridização empregando-se um sistema adesivo convencional ou autocondicionante: análise em MEV [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista UNESP; 2005.

Araujo RM, Eduardo CP, Duarte Junior SL, Araujo MA, Loffredo LC. Microleakage and nanoleakage: influence of laser in cavity preparation and dentin pretreatment. *J Clin Laser Med Surg*. 2001 Dec;19(6):325-32.

Ariyaratnam MT, Wilson MA, Blinkhorn AS. An analysis of surface roughness, surface morphology and composite dentin bond strength of human dentin following the application of the Nd:YAG laser. *Dent Mater*. 1999;15:223-8.

Arrais CA, Giannini M. Morphology and thickness of the diffusion of resin through demineralized or unconditioned dentinal matrix. *Pesqui Odontol Bras* 2002 Apr-Jun;16(2):115-20.

Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin C, et al. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent*. 2001 Jan;29(1):55-61.

Bowen RL. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. IV. Bonding to dentin, enamel, and fluorapatite improved by the use of a surface-active comonomer. *J Dent Res*. 1965 Sep-Oct;44(5):906-11.

Brotzen FR. Mechanical testing of thin films. *Int Mater Rev*. 1994;39(1):24.

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

Buonocore M, Brudevold F, Wileman W. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res*. 1956 Dec;35(6):846-51.

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 Dec;113(6):525-30.

Carrilho MR, Reis A, Loguercio AD, Rodrigues Filho LE. Resistência adesiva à dentina de quatro sistemas adesivos. *Pesqui Odontol Brás.* 2002 Jul-Sep;16(3):251-6.

Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials.* 2005 Mar;26(9):1035-42.

Cavalcanti AN, Santos-Daroz CB, Voltarelli FR, Lima AF, Peris AR, Marchi GM. Effect of the storage periods on the bond strength of a self-etch system to bovine dentin. *Rev Odontol UNESP.* 2009;38(4):222-27.

Chappell RP, Spencer P, Eick JD. The effects of current dentinal adhesives on the dentinal surface. *Quintessence Int.* 1994 Dec;25(12):851-9.

Cho BH, Dickens SH. Effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dent Mater.* 2004 Feb;20(2):107-15.

Cooper LF, Myers ML, Nelson DG, Mowery AS. Shear strength of composite bonded to laser-pretreated dentin. *J Prosthet Dent.* 1988 Jul;60:45-9.

Dederich DN, Zakariasen KL, Tulip J. Scanning electron microscopic analysis of canal wall dentin following neodymium-yttrium-aluminum-garnet laser irradiation. *J Endod* 1984. Sep;10:428-31.

Eick JD, Wilko RA, Anderson CH, Sorensen SE. Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of the electron microprobe. *J Dent Res.* 1970 Nov-Dec;49(6) Suppl:1359-68.

Eick JD, Cobb CM, Chappell RP, Spencer P, Robinson SJ. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. Quintessence Int. 1991 Dec; 22(12):967-77.

Eick JD. Smear layer--materials surface. Proc Finn Dent Soc. 1992;88 Suppl 1:225-42.

Eick JD, Robinson SJ, Chappell RP, Cobb CM, Spencer P. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part III. Quintessence Int. 1993 Aug;24(8):571-82.

Ferrari M, Cagidiaco MC, Mason PN. Micromorphologic relationship between resin and dentin in Class II restorations: an in vivo and in vitro investigation by scanning electron microscopy. Quintessence Int. 1994 Dec;25(12):861-6.

Ferrari M, Davidson CL. In vivo resin-dentin interdiffusion and tag formation with lateral branches of two adhesive systems. J Prosthet Dent. 1996 Sep;76(3):250-3.

Fitchie JG, Puckett AD, Hembree JH, Williams M. Evaluation of a new dentinal bonding system. Quintessence Int. 1993 Jan;24(1):65-70.

Franke M, Taylor AW, Lago A, Fredel MC. Influence of Nd:YAG laser irradiation on an adhesive restorative procedure. Oper Dent. 2006 Sep-Oct;31(5):604-9.

Fusayama T, Iwaku M, Kurosaki N, Nakamura M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. J Dent Res. 1979; 58(4):1364-70.

Garberoglio R, Brännstrom M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. Archs Oral Biol. 1976 Jun;21(6):355-62.

Ghiggi PC, Dall Agnol RJ, Burnett LH Jr, Borges GA, Spohr AM. Effect of the Nd:YAG and the Er:YAG laser on the adhesive-dentin interface: a scanning electron microscopy study. *Photomed Laser Surg.* 2010 Apr;28(2):195-200.

Gonçalves SEP. Pré-tratamento dentinário: influência do condicionamento ácido, irradiação laser e hipermineralização na resistência ao cisalhamento de sistema adesivo Multi-Usa [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista UNESP; 1997.

Goncalves SE, de Araujo MA, Damiao AJ. Dentin bond strength: influence of laser irradiation, acid etching, and hypermineralization. *J Clin Laser Med Surg.* 1999 Apr;17(2):77-85.

Gonçalves SEP. Dentina humana e bovina - estudo comparativo das propriedades físicas e características da hibridização de sistemas adesivos convencionais ou Grandier modificados: análise em MEV [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista UNESP; 2005.

Gwinnett AJ, Kanca JA, 3rd. Micromorphology of the bonded dentin interface and its relationship to bond strength. *Am J Dent.* 1992 Apr;5(2):73-7.

Inoue T, Saito M, Yamamoto M, Debari K, Kou K, Nishimura F, et al. Comparison of nanohardness between coronal and radicular intertubular dentin. *Dent Mater J.* 2009 May;28(3):295-300.

Hannig M, Friedrichs C. Comparative in vivo and in vitro investigation of interfacial bond variability. *Oper Dent.* 2001 Jan-Feb;26(1):3-11.

Hess JA. Scanning electron microscopic study of laser-induced morphologic changes of a coated enamel surface. *Lasers Surg Med.* 1990;10(5):458-62.

Hosoya Y, Marshall GW. The nano-hardness and elastic modulus of sound deciduous canine dentin and young premolar dentin--preliminary study. *J Mater Sci Mater Med*. 2005 Jan;16(1):1-8.

Hosoya Y. Hardness and elasticity of bonded carious and sound primary tooth dentin. *J Dent*. 2006 Feb;34(2):164-71.

Hosoya Y, Tay FR, Miyakoshi S, Pashley DH. Hardness and elasticity of caries-affected and sound primary tooth dentin bonded with 4-META one-step self-etch adhesives. *Am J Dent*. 2008 Aug;21(4):223-8.

Hodge HC. Hardness testes on teeth. *J Dent Res*. 1936;15:271-9.

Hosoya Y, Tay FR, Miyazaki M, Inoue T. Hardness and elasticity of sound and caries-affected primary dentin bonded with one-step self-etch adhesive. *Dent Mater J*. 2007 Jul;26(4):493-500.

Huhtala MFRL. Avaliação laboratorial da resistência ao cisalhamento de discos de porcelana e de um polímero de vidro à dentina bovina com o emprego de cimentos adesivos [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista UNESP; 1999.

Katz JL, Spencer P, Nomura T, Wagh A, Wang Y. Micromechanical properties of demineralized dentin collagen with and without adhesive infiltration. *J Biomed Mater Res A*. 2003 Jul 1;66(1):120-8.

Kawabata A, Kawabata H, Yagasaki A, Iwasaki H, Miyazawa H. Effects of laser irradiation on dentin in vitro morphological study following application of various type of laser. *Pediatr Dent*. 1999;9(1):83-9.

Kawaguchi FA, Eduardo CP, Matos AB. Nd:YAG laser influence on microleakage of class V composite resin. *J Clin Laser Med Surg*. 2003; 21(4):227-9.

Keller U, Hibst R. [Ablative effect of an Er:YAG laser on enamel and dentin]. *Dtsch Zahnarztl Z*. 1989 Aug;44(8):600-2.

Kemp-Scholte CM, Davidson CL. Marginal integrity related to bond strength and strain capacity of composite resin restorative systems. *J Prosthet Dent*. 1990 Dec;64(6):658-64.

Kinney JH, Balooch M, Marshall SJ, Marshall GW Junior, Weihs TP. Hardness and Young's modulus of human peritubular and intertubular dentine. *Arch Oral Biol*. 1996 Jan;41(1):9-13.

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

Kuwana A. Influência da irradiação com laser Nd:YAG na qualidade da hibridização da dentina bovina empregando sistema adesivo convencional ou autocondicionante: análise em MEV [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista UNESP; 2008.

Li ZM, Qiu LH, Sun HY. [Effect of pulse Nd:YAG laser on micro-tensile bond strength of non-cariou sclerotic dentin to resin]. *Shanghai Kou Qiang Yi Xue*. 2009 Aug;18(4):346-9.

Lizarelli RFZ, Bagnato VS. Análise micromorfológica de esmalte e dentina expostos ao laser de Nd:YAG em regime de picossegundos. *Pesq Odontol Brás*. 2002 Jul; 16(3):227-33.

Lloret PR, Rode KM, Turbino ML. Dentine bond strength of a composite resin polymerized with conventional light and argon laser. *Braz Oral Res*. 2004 Jul-Sep;18(3):271-5.

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

Machado C, Lacefield W, Catledge A. Human enamel nanohardness, elastic modulus and surface integrity after beverage contact. *Braz Dent J*. 2008;19(1):68-72.

Mahoney E, Holt A, Swain M, Kilpatrick N. The hardness and modulus of elasticity of primary molar teeth: an ultra-micro-indentation study. *J Dent*. 2000 Nov;28(8):589-94.

Mandras RS, Retief DH, Russell CM. Quantitative microleakage of six dentin bonding systems. *Am J Dent*. 1993 Jun;6:119-22.

Marshall GW Junior. Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int*. 1993 Sep;24(9):606-17.

Marshall GW Junior. Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int*. 1993, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent*. 1997 Nov;25(6):441-58.

Marshall GW, Habelitz S, Gallagher R, Balooch M, Balooch G, Marshall SJ. Nanomechanical properties of hydrated carious human dentin. *J Dent Res*. 2001 Aug;80(8):1768-71.

Masouras K, Akhtar R, Watts DC, Silikas N. Effect of filler size and shape on local nanoindentation modulus of resin-composites. *J Mater Sci Mater Med*. 2008 Dec;19(12):3561-6.

Matos AB, Oliveira DC, Kuramoto M Junior, Eduardo CP, Matson E. Nd:YAG laser influence sound dentin bond strength. *J Clin Laser Med Surg*. 1999; 17(4):165-9.

Matos AB, Oliveira DC, Navarro RS, Eduardo CP, Matson E. Nd:YAG laser influence on tensile bond strength of self-etching adhesive system. *J Clin Laser Med Surg*. 2000 Oct; 18(5):253-7.

Michler M, Dommann A. Nanohardness Measurements for Industrial Applications. *Zeitschrift für Metallkunde*. 2001, 92(9):1035-39.

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

Morioka T, Tagomori S, Tsutsumi H. [Increase in acid resistance of hamster enamel by using a normal pulse Nd-YAG laser]. *Fukuoka Igaku Zasshi*. 1985 Feb;76(2):49-53.

Myers ML. The effect of laser irradiation on oral tissues. *J Prosthet Dent*. 1991 Sep;66(3):395-7.

Nakabayashi N, Ashizawa M, Nakamura M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quintessence Int*. 1982;23(2):135-41.

Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent*. 1991 Jul-Aug;3(4):133-8.

Nakabayashi N, Ashizawa M, Nakamura M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quintessence Int*. 1992 Feb;23(2):135-41.

Nakabayashi N, Saimi Y. Bonding to intact dentin. *J Dent Res*. 1996 Sep;75(9):1706-15.

Nakajima M, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Yoshiyama M, Ebisu S, et al. Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. *J Dent Res*. 1995 Oct;74(10):1679-88.

Oda M, Oliveira DC, Liberti EA. Avaliação morfológica da união entre adesivo/resina composta e dentina irradiada com laser Er:YAG e laser Nd:YAG: estudo comparativo por microscopia de varredura. *Pesqui Odontol Bras*. 2001;15(4):283-9.

Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Nakajima M, Pereira PN, Tagami J. Effects of different burs on dentin bond strengths of self-etching primer bonding systems. *Oper Dent* 2001 Jul-Aug;26(4):375-82.

Ogawa K, Yamashita Y, Ichijo T, Fusayama T. The ultrastructure and hardness of the transparent layer of human carious dentin. *J Dent Res* 1983 Jan;62(1):7-10.

Oho T, Morioka T. A possible mechanism of acquired acid resistance of human dental enamel by laser irradiation. *Caries Res* 1990;24(2):86-92.

Oliveira SS, Marshall SJ, Hilton JF, Marshall GW. Etching kinetics of a self-etching primer. *Biomaterials* 2002 Oct;23(20):4105-12.

Oliver WC, Pharr GM. Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res* 1992 Jun;7(6):1564-83.

Oyen ML. Nanoindentation hardness of mineralized tissues. *J Biomech*. 2006;39(14):2699-702.

Paranhos MP, Spohr AM, Marcondes M, Oshima HM, Mota EG, Burnett LH, Junior. Influence of Nd:YAG laser irradiation on microtensile bond strength of adhesive systems to sound or carious dentin. *Quintessence Int*. 2009 Feb;40(2):145-53.

Pashley DH. Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent*. 1984;3:13-29.

Pashley DH. Dentin bonding: overview of the substrate with respect to adhesive material. *J Esthet Dent*. 1991 Mar-Apr;3(2):46-50.

Pashley DH. Smear layer: overview of structure and function. *Proc Finn Dent Soc*. 1992;88 Suppl 1:215-24.

Pashley EL, Tao L, Matthews WG, Pashley DH. Bond strength to superficial, intermediate and deep dentin in vivo with four dentin bonding systems. *Dent Mater*. 1993 Jan; 9(1):19-22.

Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent*. 1997 Sep;25(5):355-72.

Pashley DH, Zhang Y, Agee KA, Rouse CJ, Carvalho RM, Russell CM. Permeability of demineralized dentin to HEMA. *Dent Mater*. 2000 Jan;16(1):7-14.

Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent*. 1999 Mar;27(3):209-14.

Perdigão J, Swift EJ, Jr, Denehy GE, Wefel JS, Donly KJ. In vitro bond strength and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. *J Dent Res*. 1994 Jan;73(1):44-55.

Pioch T, Stotz S, Buff E, Duschner H, Staehle HJ. Influence of different etching times on hybrid layer formation and tensile bond strength. *Am J Dent*. 1998 Oct;11(5):202-6.

Pongprueksa P, Kuphasuk W, Senawongse P. The elastic moduli across various types of resin/dentin interfaces. *Dent Mater*. 2008 Aug;24(8):1102-6.

Poolthong S, Mori T, Swain MV. Determination of elastic modulus of dentin by small spherical diamond indenters. *Dent Mater J*. 2001 Sep;20(3):227-36.

Prati C, Chersoni S, Mongiorgi R, Montanari G, Pashley DH. Thickness and morphology of resin-infiltrated dentin layer in young, old, and sclerotic dentin. *Oper Dent*. 1999 Mar-Apr;24(2):66-72.

Purk JH, Eick JD, Roberts M, Chappell RP, Moore DL. Fracture strength of Class I versus Class II restored premolars tested at the marginal ridge. 2. Cavo-surface bonding and cavo-surface plus internal enamel bonding. Quintessence Int. 1990 Aug;21:655-62.

Rauscher FC. Avaliação in vitro da qualidade da interface de adesão formada entre um sistema adesivo convencional e um autocondicionante e a dentina bovina normal e hipermineralizada: estudo em MEV [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista UNESP; 2003.

Ribeiro CF. Avaliação da resistência adesiva à dentina tratada com os lasers Er:YAG e Nd:YAG [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista UNESP; 2005.

Rho JY, Roy ME, Tsui TY, Pharr GM. Elastic properties of microstructural components of human bone tissue as measured by nanoindentation. J Biomed Mater Res. 1999;45:48-54.

Rolla JN, Mota EG, Oshima HM, Burnett LH Junior, Spohr AM. Nd:YAG laser influence on microtensile bond strength of different adhesive systems for human dentin. Photomed Laser Surg. 2006 Dec;24(6):730-4.

Sadr A, Shimada Y, Tagami J. Effects of solvent drying time on micro-shear bond strength and mechanical properties of two self-etching adhesive systems. Dent Mater. 2007 Sep;23(9):1114-9.

Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. J Dent Res. 1994 Jun;73(6):1205-11.

Sano H, Yoshiyama M, Ebisu S, Burrow MF, Takatsu T, Ciucchi B, et al. Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer. Oper Dent. 1995 Jul-Aug;20(4):160-7.

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

Sarr M, Kane AW, Vreven J, Mine A, Van Landuyt KL, Peumans M, et al. Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Oper Dent*. 2010 Jan-Feb;35(1):94-104.

Sazak H, Türkmen C, Günday M. Effects of Nd:YAG laser air-abrasion and acid-etching on human enamel and dentin. *Oper Dent*. 2001;26(5):476-81.

Schaller HG, Weihing T, Strub JR. Permeability of dentine after Nd:YAG laser treatment: an in vitro study. *J Oral Rehabil* 1997 Apr;24(4):274-81.

Schulze KA, Oliveira SA, Wilson RS, Gansky SA, Marshall GW, Marshall SJ. Effect of hydration variability on hybrid layer properties of a self-etching versus an acid-etching system. *Biomaterials* 2005 Mar;26(9):1011-8.

Susin AH, Oliveira OB Junior, Achutti MAC. Espessura de camada híbrida: influência de sistemas adesivos e condições do substrato dentinário. *J Bras Dent Estét*. 2003 July-Set; 2(7):226-35.

Swift EJ Junior, Pawlus MA, Vargas MA, Fortin D. Depth of cure of resin-modified glass ionomers. *Dent Mater*. 1995 May;11(3):196-200.

Tagomori S, Morioka T. Combined effects of laser and fluoride on acid resistance of human dental enamel. *Caries Res*. 1989;23(4):225-31.

Tarcin B, Gunday M, Ovecoglu HS, Turkmen C, Ovecoglu ML, Oksuz M, et al. Tensile bond strength of dentin adhesives on Acid- and laser-etched dentin surfaces. *Quintessence Int*. 2009 Nov-Dec;40(10):865-74.

Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. *Dent Mater*. 1996 Jul;12(4):236-44.

Tay FR, Kwong SM, Itthagarun A, King NM, Yip HK, Moulding KM, et al. Bonding of a self-etching primer to non-carious cervical sclerotic dentin: interfacial ultrastructure and microtensile bond strength evaluation. *J Adhes Dent*. 2000 Spring;2(1):9-28.

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

Tesch W, Eidelman N, Roschger P, Goldenberg F, Klaushofer K, Fratzl P. Graded microstructure and mechanical properties of human crown dentin. *Calcif Tissue Int*. 2001 Sep;69(3):147-57.

Titley KC, Chernecky R, Rossouw PE, Kulkarni, GV. The effect of various storage methods and media on shear-bond strengths of dental composite resin to bovine dentine. *Arch Oral Biol*. 1998 Apr 43(4):305-11.

Torii Y, Itou K, Nishitani Y, Ishikawa K, Suzuki K. Effect of phosphoric acid etching prior to self-etching primer application on adhesion of resin composite to enamel and dentin. *Am J Dent*. 2002 Oct;15(5):305-8.

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

Urabe I, Nakajima S, Sano H, Tagami J. Physical properties of the dentin-enamel junction region. *Am J Dent*. 2000 Jun;13(3):129-35.

Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res*. 1992 Aug;71(8):1530-40.

Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Perdigao J, Lambrechts P, et al. Microscopy investigations. Techniques, results, limitations. *Am J Dent*. 2000 Nov;13(Spec No):3D-18D.

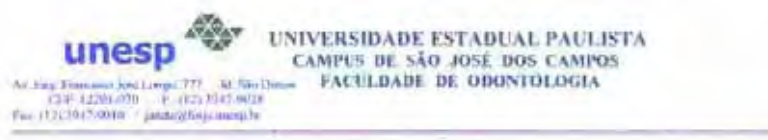
Van Meerbeek B, Willems G, Celis JP, Roos JR, Braem M, Lambrechts P, et al. Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. *J Dent Res*. 1993 Oct;72(10):1434-42.

Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res*. 1994 Jun;73(6):1212-20.

White J, Neev J, Goodis H, Berns M. Surface temperature and thermal penetration depth of Nd:YAG laser applied to enamel and dentin. *Laser Surgery*. 1992;1643:423-36.

Wilson MA, Kannangara K, Smith G, Simmons M, Raguse B. *Nanotechnology: basic science and emerging technologies*. Sidney: UNSW; 2002.

ANEXO A - Certificado do Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos.



CERTIFICADO
Comitê de Ética em Pesquisa
Com Seres Humanos

CERTIFICAMOS, que o protocolo nº 080/2009-PH/CEP, sobre "Influência do laser Nd:YAG na nanodureza da camada híbrida", sob a responsabilidade de PATRÍCIA RONDON PLEFFKEN, tendo como orientador O Prof. Adjunto Sergio Eduardo de Paiva Gonçalves, está de acordo com os Princípios Éticos, seguindo diretrizes e normas regulamentadoras de pesquisa, com seres humanos, conforme Resolução nº 196/96 do Conselho Nacional de Saúde e foi aprovado por este Comitê de Ética em Pesquisa.

São José dos Campos, 17 de novembro de 2009.



Profa. Adjunta JANETE DIAS ALMEIDA
Coordenadora

Da Silva PRP. Study of the mechanical properties of the adhesive interface formed by conventional adhesive system and self-etching adhesive systems. with or without the laser Nd: YAG, using the technique of nanoindentation [dissertation]. São José dos Campos, School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2010.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the influence of Nd: YAG laser on the mechanical properties (hardness and modulus of elasticity) of the adhesive interface, using the technique of nanoindentation, employing conventional adhesive system Single Bond 2 3M ESPE (SB) or self-etching adhesive system Clearfil SE Bond - Kuraray (CSE). On 12 human molars, a flat superficial dentin surface was exposed by abrasion. A standardized circular cavity with bur 3053 was performed on the occlusal surface and dentin thickness was standardized in 2 mm. The specimens were embedded in resin acrylic and sectioned mesio-distally through their long axes, and the 24 hemi-crowns obtained divided into four groups: Control Group (SBC) – the application of SB system according to the manufacturer's recommendations; Laser Group (SBL) – SB adhesive system and treatment with Nd: YAG laser (140mJ/cm²/60s/no contact) Control Group (CSEC) – application of CSE self-etching adhesive system according to the manufacturer's recommendations; Laser Group (CSEL) – application of CSE self-etching adhesive system and treatment with Nd: YAG laser (140mJ/cm²/60s/no contact). After polymerization of the adhesives, were applied two increments of composite resin Filtek Supreme and specimens were immersed in distilled water and stored for 24 hours at 37 °C and submitted to nanoindentation in Nano Indenter ® XP (MTS ®, MN, USA. Nanoindentation were made on composite resin, adhesive system, hybrid layer and dentin. The results were analyzed by a tree-way ANOVA, Tukey and e t-Students (p<0,05). It was concluded that the application of Nd:YAG laser in both adhesive systems did not change hardness level of hybrid layer, however chanded the elastic modulus.

Keywords: Nanoindentation. Hardness. Elasticlty. Nd:YAG. Laser. Hybrid layer.