

**MARCOS PAULO NAGAYASSU**

**RESISTÊNCIA AO MICROCISALHAMENTO DE DIFERENTES  
SISTEMAS ADESIVOS NO ESMALTE DENTAL HUMANO**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para a obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Dentística.

**MARCOS PAULO NAGAYASSU**

**RESISTÊNCIA AO MICROCISALHAMENTO DE DIFERENTES  
SISTEMAS ADESIVOS NO ESMALTE DENTAL HUMANO**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos,  
Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para a  
obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em  
ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Fava de Moraes

São José dos Campos

2007

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:

Bellini AB. Manual para elaboração de monografias: estrutura do trabalho científico. São José dos Campos: FOSJC/UNESP; 2006.

Nagayassu, Marcos Paulo

Resistência ao microcisalhamento de diferentes sistemas adesivos no esmalte dental humano / Marcos Paulo Nagayassu; orientador Marcelo Fava de Moraes. \_ São José dos Campos, 2007.

140p.; IL.

Tese (Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Especialidade em Dentística) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2007.

1. Sistemas adesivos – 2. Esmalte dental – 3. Resistência adesiva.

BLACK D 22

### AUTORIZAÇÃO

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

São José dos Campos, 27 de junho de 2007

Assinatura:

E-mail: nagayassu@uol.com.br

**Dedico este trabalho a estas pessoas, que sempre foram fundamentais e sem as quais não teria chegado até aqui.**

Aos meus pais **Yukio e Toshiko**, pelo carinho e esforço na minha formação e pelo amor incondicional em toda a minha vida.

À minha noiva **Luciana**, pelo amor e dedicação, e por estar sempre do meu lado em todos os momentos.

## **AGRADECIMENTOS**

Ao Prof. Dr. Marcelo Fava de Moraes, por sua orientação segura e sempre presente, pela oportunidade de crescimento na carreira acadêmica, e principalmente, pela amizade durante toda a nossa convivência. Agradeço pela confiança depositada.

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, pela oportunidade de realizar o curso de Pós-Graduação.

Ao coordenador do curso Prof. Adj. Clovis Pagani, à Profª Adj. Márcia Carneiro Valera e aos professores do Departamento de Odontologia Restauradora, pela atenção e pelos conhecimentos transmitidos, que muito contribuíram durante a realização do curso.

Ao Prof. Tit. José Eduardo Junho de Araujo, por sua orientação e confiança na realização da dissertação de mestrado.

Aos Profs. Drs. Eduardo Shigueyuki Uemura, Marcos Yasunóri Maekawa e Carlos Augusto Pavanelli, pelo apoio, orientação e contribuição indispensável na minha formação acadêmica e profissional, pela amizade e convivência agradável em todos estes anos.

Ao Prof. Dr. Lafayette Nogueira Junior, pela amizade e confiança desde a graduação, pela orientação no estágio, e também pela colaboração na realização da parte experimental deste trabalho.

À Profª Tit. Maria Amélia Máximo de Araujo, pelo incentivo e colaboração durante toda a minha formação acadêmica.

Ao Prof. Dr. Silvio Issáo Myaki, pela amizade e apoio constante, e pelo auxílio na obtenção dos materiais para a execução deste trabalho.

À Profª Drª Rebeca Di Nicoló, pela amizade e pela contribuição fundamental para a realização deste trabalho.

Ao amigo, Prof. Dr. Alexandre Luiz Souto Borges, pela convivência sempre agradável e pela colaboração durante toda a realização deste trabalho.

Ao Prof. Ivan Balducci, pela realização da análise estatística, possibilitando a compreensão desta parte indispensável do trabalho.

A todos os colegas do curso de Pós-Graduação, e em especial ao André, Angela e Gustavo, por todos os momentos que passamos juntos, e pelo grande aprendizado durante todo o curso.

Ao Julio e à Luzia, que sempre estiveram ao meu lado em todos os momentos, pela amizade e convivência, e pelo incentivo mútuo para seguirmos adiante.

Ao ICB-USP, na pessoa do Prof. Assoc. Victor Elias Arana-Chavez, pela prestatividade e colaboração para a execução da microscopia eletrônica de varredura.

Aos funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora, e em especial a Josiana e Michelle, pelo auxílio para a realização da termociclagem.

Às funcionárias da Seção de Pós-Graduação, pela disposição em ajudar e atenção dispensada durante todo o curso.

Às funcionárias da Biblioteca, e em especial à Ângela Britto Bellini pela revisão final deste trabalho.

À empresa 3M ESPE, pelo fornecimento de material utilizado nesta pesquisa.

À CAPES, pelo apoio ao curso de Pós-Graduação.

Às minhas irmãs Christiane e Vanessa, por tudo que vivemos juntos desde a nossa infância.

À família Shintome, por ter me acolhido tão bem desde o início, pela convivência e apoio em todos os momentos.

E a todos que sempre me incentivaram na minha vida acadêmica, e àqueles que direta ou indiretamente, contribuíram para a elaboração deste trabalho.



“ Se pude enxergar mais longe, foi porque me apoiei sobre os ombros de gigantes.”

Sir Isaac Newton

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	9
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	10
RESUMO.....	11
1 INTRODUÇÃO.....	12
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	18
2.1 Sistemas Adesivos.....	18
2.2 Testes de resistência adesiva.....	34
3 PROPOSIÇÃO.....	85
4 MATERIAL E MÉTODO.....	86
4.1 Materiais.....	86
4.2 Obtenção das amostras.....	89
4.3 Preparo das amostras.....	90
4.4 Divisão dos grupos experimentais.....	91
4.5 Procedimentos adesivos e restauradores.....	91
4.6 Teste de resistência ao microcisalhamento.....	95
4.7 Análise estatística.....	97
4.8 Análise das fraturas em estereomicroscópio.....	98
4.9 Análise em microscópio eletrônico de varredura.....	99
5 RESULTADOS.....	101
6 DISCUSSÃO.....	108
7 CONCLUSÃO.....	124
8 REFERÊNCIAS.....	125
APÊNDICE.....	138
ANEXO.....	139
ABSTRACT.....	140

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1	- Materiais utilizados na pesquisa: a) Single Bond 2...	87
FIGURA 2	- Confeção dos corpos-de-prova: a) blocos de.....	94
FIGURA 3	- Teste de resistência ao microcisalhamento, corpo....	96
FIGURA 4	- Delineamento da metodologia.....	96
FIGURA 5	- Representação esquemática da classificação dos....	99
FIGURA 6	- Gráfico de pontos ao redor da média (Dot Plot).....	102
FIGURA 7	- Esquema dos cinco números ( <i>Box and Whisker</i> .....	102
FIGURA 8	- Representação gráfica do histograma dos resíduos..	104
FIGURA 9	- Eletromicrografias da análise das fraturas.....	106
FIGURA 10	- Eletromicrografias obtidas após a aplicação de.....	107

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA	= Análise de variância
Bis-GMA	= Bisfenol A glicidil dimetacrilato
cm	= Centímetros
h	= Horas
HEMA	= 2-hidroxietil metacrilato
ISO	= International Organization for Standardization
kg	= Kilogramas
kV	= Kilovolts
MDP	= 10-metacriloxidecil dihidrogênio fosfato
MET	= Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	= Microscopia eletrônica de varredura
min	= Minutos
mm	= Milímetros
MPa	= Mega Pascal
mW/cm <sup>2</sup>	= Miliwatt por centímetro quadrado
PEM-F	= Mono fluoro fosfazeno modificado
pH	= Potencial hidrogeniônico
Phenyl-P	= 2-metacriloxietil fenila hidrogênio fosfato
Pyro-EMA	= Metacrilato funcionalizado em ácido fosfórico
s	= Segundos
UDMA	= Uretano dimetacrilato
4-META	= 4-metacriloxietil trimetacrilato anidrido
μm	= Micrometro
°C	= Grau Celsius
%	= Por cento

Nagayassu MP. Resistência ao microcislamento de diferentes sistemas adesivos no esmalte dental humano [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2007.

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar *in vitro* a resistência ao microcislamento de 5 sistemas adesivos ao esmalte, sendo 1 adesivo monocomponente (M), 2 *primers* autocondicionantes (P) e 2 adesivos autocondicionantes (A). Foram utilizadas 60 faces (vestibular ou lingual) de pré-molares, aplainadas com lixas d'água (400 e 600) e divididas aleatoriamente em 5 grupos (n=12), de acordo com o adesivo utilizado: SB2– *Single Bond2* (M); CSE- *Clearfil SE Bond* (P); ADS- *AdheSE* (P); PLP- *Adper Prompt L-Pop* (A); XE3– *Xeno III* (A). Tubos de *Tygon* delimitaram a área de adesão em 0,8mm de diâmetro, para se obter os cilindros de resina composta (Z250). Após armazenamento em água destilada a 37°C por 24h e termociclagem, foi realizado o teste de microcislamento (velocidade de 0,5mm/min). Os dados foram submetidos aos testes de ANOVA e Tukey ( $\alpha=5\%$ ). Os valores de média (MPa $\pm$ DP) e os resultados do teste de Tukey foram: SB2: 36,36( $\pm$ 3,34)a; ADS: 33,03( $\pm$ 7,83)a; XE3: 32,76( $\pm$ 5,61)a; CSE: 30,61( $\pm$ 6,68)a; PLP: 22,17( $\pm$ 6,05)b. Grupos com a mesma letra não apresentaram diferenças significantes. Pode-se concluir que não houve diferença estatística entre SB2, ADS, XE3 e CSE, apesar dos diferentes padrões de condicionamento destes adesivos. Apenas o PLP apresentou valores médios de adesão inferiores aos demais.

**PALAVRAS-CHAVE:** adesivos; esmalte dentário; resistência ao cisalhamento.

## 1 INTRODUÇÃO

Os conceitos de promoção da saúde, prevenção e menor desgaste dental possível sedimentam a Odontologia atual, que atravessa um período de constante progresso, graças ao advento das técnicas adesivas e materiais restauradores. A busca pelo aprimoramento é constante, por meio de pesquisas de novas técnicas e materiais que necessitam de uma base científica para sua aplicação clínica.

Há uma necessidade de atualização contínua frente a esta realidade, para que fatores primordiais num tratamento não sejam relegados a um segundo plano, compreendendo que a função e a estética devem caminhar juntas, para que se obtenha a otimização e a longevidade dos tratamentos executados.

Devido à importância dos mecanismos de adesão, o processo de união entre os materiais restauradores e a estrutura dental passa por um longo e árduo período de investigação desde os anos 50. Buonocore<sup>14</sup> conduziu um experimento no qual empregou ácido fosfórico na superfície de esmalte, promovendo um aumento na resistência da união das resinas acrílicas restauradoras ao dente. O conceito de condicionamento ácido do esmalte constituiu uma revolução e despertou o interesse para outras pesquisas, tendo sua efetividade comprovada por inúmeros estudos clínicos e laboratoriais<sup>6,7,15,42,43 e 63</sup> ao longo dos anos subsequentes, dando início à Odontologia Adesiva.

Os procedimentos realizados antes desse período eram caracterizados pelo desgaste da estrutura dental sadia, justificada na busca de retenção para os materiais disponíveis na época. A resina acrílica era o material restaurador estético utilizado, e era baseada no metil-metacrilato, que possui alta viscosidade. Continha monômeros livres

e apresentava alta contração de polimerização, propriedades indesejáveis para assegurar uma longevidade adesiva à estrutura dental.

Na busca de um material restaurador estético com melhores propriedades, que pudesse ser aplicado diretamente às cavidades de dentes anteriores, Bowen<sup>12</sup> incorporou partículas inorgânicas de sílica ao componente orgânico de uma resina à base de Bisfenol A glicidil dimetacrilato (Bis-GMA), desenvolvendo as resinas compostas. Após este período, a evolução dos materiais com característica adesiva permitiu a realização de procedimentos conservadores, conseqüentemente, evitando o desgaste desnecessário da estrutura dental sadia.

O conceito de condicionamento ácido foi se aperfeiçoando no decorrer dos anos, com a pesquisa de Silverstone et al.<sup>94</sup>, que demonstraram os padrões de condicionamento da superfície do esmalte. Foi a partir daí que se conheceu mais detalhes do substrato superficial para a adesão, bem como a ação de soluções ácidas na superfície do esmalte.

Posteriormente, pesquisas foram conduzidas para investigar os mecanismos de adesão dos materiais restauradores à dentina, pois o desempenho dos adesivos na superfície dentinária era precário, devido às características histológicas e estruturais da dentina, muito diferentes do esmalte. Fusayama et al.<sup>37</sup> propuseram o conceito de condicionamento ácido total de esmalte e dentina, promovendo a remoção completa da *smear layer* e possibilitando a exposição das fibras colágenas, dando subsídios para a formação da camada híbrida ou hibridização da dentina, definida por Nakabayashi et al.<sup>72</sup> como uma camada ácido-resistente abaixo da interface adesiva, formada pela interdifusão do monômero resinoso entre as fibras colágenas expostas pelo condicionamento ácido. Obteve-se dessa forma o principal mecanismo de retenção dos adesivos na dentina, e desde então

diferentes sistemas adesivos foram lançados no mercado odontológico<sup>3 e</sup>

109

A melhoria da qualidade de união dos sistemas adesivos apresentou-se acompanhada de uma maior complexidade técnica de aplicação clínica, com a necessidade de execução de múltiplos passos operatórios, dificultando o trabalho do profissional e, de certa forma, comprometendo a homogeneidade dos resultados da adesão.

Os sistemas adesivos convencionais, de 3 etapas, constituem-se de um agente condicionador; um *primer*, que é uma estrutura bifuncional com uma parte hidrofílica, que se liga ao substrato dentário, e outra parte hidrofóbica, responsável pela ligação da estrutura dental à resina. Possuem também uma resina fluida, chamada de adesivo ou *bond*. Alguns sistemas adesivos mais modernos, chamados de monocomponentes ou de 2 etapas, incluíram no mesmo frasco o *primer* e o adesivo, porém o condicionamento ácido ainda deve ser realizado previamente.

Atualmente, observa-se uma tendência ao desenvolvimento de sistemas mais simples, que associam menos passos operatórios, no sentido de tornar a técnica adesiva menos sensível, diminuindo a possibilidade de erros e, conseqüentemente, de falhas na adesão, como o excessivo condicionamento ácido ou o ressecamento da dentina<sup>113</sup>.

Recentemente, foram lançados no mercado os chamados sistemas autocondicionantes, que podem ser classificados em: *primers* autocondicionantes ou adesivos autocondicionantes de 2 etapas, os quais não necessitam de condicionamento ácido prévio; e adesivos autocondicionantes de etapa única, que incluem condicionamento ácido, *primer* e adesivo em um único produto. Nestes sistemas autocondicionantes, resinas adesivas acídicas misturadas com solventes hidrofílicos condicionam a estrutura dentária enquanto simultaneamente promovem a infiltração dos monômeros resinosos. A técnica com estes



adesivos é menos crítica, pois não há necessidade do condicionamento prévio e lavagem do substrato dentário. Além disso, diminui-se o risco de contaminação salivar e de sensibilidade pós-operatória<sup>18,63,66 e 90</sup>.

No desenvolvimento dos sistemas autocondicionantes, a intenção dos fabricantes foi simplificar e eliminar alguns passos em sua aplicação clínica. No entanto, é importante que estas simplificações não afetem a adesão em esmalte<sup>47 e 69</sup>.

O esmalte apresenta uma constituição peculiar, visto que é o tecido mais duro do organismo humano, e sua constituição ocupa 96% em peso de sais inorgânicos, principalmente fosfato de cálcio, e 4% em peso de material orgânico. Estas características favorecem e facilitam a aplicação dos sistemas adesivos: alto conteúdo inorgânico, homogeneidade estrutural, baixa umidade e, sobretudo, estabilidade. Desta forma, quando condicionado, pode ser seco com jato de ar, o que proporciona a visualização do efeito desse condicionamento ácido e aumento da energia de superfície, que facilita a penetração dos componentes do sistema adesivo<sup>86</sup>.

O principal mecanismo pelo qual a adesão da resina ao esmalte condicionado com ácido fosfórico acontece é a formação dos *tags* resinosos. O condicionamento ácido remove aproximadamente 10 $\mu$ m da superfície do esmalte e cria uma camada porosa que varia de 5 a 10 $\mu$ m de profundidade. Esta superfície irregular é o resultado da dissolução dos cristais de hidroxiapatita. Quando uma resina de baixa viscosidade é aplicada, ela penetra nestas microporosidades e polimeriza para formar uma ligação micromecânica com o esmalte<sup>93 e 98</sup>. Durante muitos anos, tem se pesquisado o efeito de diversos ácidos nas mais variadas concentrações na superfície do esmalte e da dentina. Sabe-se que o ácido fosfórico de 30-40% promove um eficiente padrão de condicionamento no esmalte, e na dentina resulta na remoção da *smear layer* e abertura dos túbulos dentinários<sup>25 e 95</sup>.

No esmalte, o ácido fosfórico de 30-40% transforma a superfície plana em uma superfície acentuadamente irregular, favorecendo a ligação micromecânica. Ácidos alternativos, conforme relatado por Swift et al.<sup>98</sup>, como o ácido maleico a 10% e o nítrico a 2,5%, também apresentam resultados eficientes no esmalte. Alguns estudos, entretanto, sugerem que ácidos mais fracos não formam uma adesão tão eficiente quanto o tradicional ácido fosfórico a 30-40%<sup>63,90 e 95</sup>.

Uma adesão estável à estrutura dentária é essencial para obtenção de sucesso clínico, e a adesão ao esmalte é o ponto inicial para a longevidade das restaurações, pois a falha no selamento nas margens em esmalte de uma restauração leva à infiltração de fluidos orais e invasão bacteriana, resultando em hipersensibilidade e lesões de cárie secundárias<sup>102</sup>.

A resistência da união proporcionada por um sistema adesivo é a força por unidade de área necessária para quebrar a ligação com o esmalte ou dentina, com falha ocorrendo próximo à interface aderida ao tecido dentário ou próximo ao material restaurador. O objetivo de um teste de resistência da união é estabelecer um valor numérico para determinar quão forte era aquela adesão, sendo muito utilizado para avaliar materiais odontológicos, pois quando bem executado, ou seja, quando a força incidente é paralela à superfície dental, seus resultados são confiáveis e representativos das situações clínicas<sup>16 e 75</sup>.

A técnica do condicionamento ácido em esmalte, utilizada nos sistemas adesivos convencionais, tem demonstrado eficiência e segurança ao longo dos anos. No entanto, a técnica do autocondicionamento, por ser clinicamente diferente daquela convencional e pouco testada, estimulou-nos a desenvolver um estudo acerca da resistência ao microcisalhamento de cinco diferentes sistemas adesivos aplicados em esmalte, sendo um sistema convencional com condicionamento ácido prévio, dois sistemas com *primer* autocondicionante e dois sistemas adesivos autocondicionantes.

Sabemos que na ausência de dados clínicos longitudinais, são os dados laboratoriais que nos auxiliam na previsão do desempenho dos diversos materiais na cavidade bucal, e na indicação da técnica mais adequada para cada caso.

## **2 REVISÃO DA LITERATURA**

Para uma melhor distribuição do embasamento teórico apresentado, a revisão da literatura será dividida em dois tópicos: sistemas adesivos, onde será revista a evolução dos agentes adesivos e adesão à estrutura dental; e testes de resistência da união, no qual são descritos os resultados obtidos em diversos estudos e a influência dos diferentes materiais e técnicas na resistência da união.

### **2.1 Sistemas adesivos**

O primeiro pesquisador a utilizar o ácido fosfórico na superfície do esmalte foi Buonocore<sup>14</sup> (1955). Neste estudo, ao avaliar o esmalte dental após a aplicação do ácido fosfórico a 85% durante 30s, foi notado que a superfície apresentava-se opaca. A adesão conseguida com a aplicação do ácido fosfórico foi superior ao grupo no qual não houve esta aplicação. O autor concluiu que o ácido fosfórico alterou quimicamente a morfologia superficial do esmalte criando microporosidades, e assim obteve retenções que uniram fortemente a resina acrílica restauradora ao esmalte.

Na busca de um material restaurador estético com melhores propriedades, que pudesse ser aplicado diretamente às cavidades de dentes anteriores, Bowen<sup>12</sup> (1963) incorporou partículas de sílica tratadas com silano ao componente orgânico de uma resina à base de Bis-GMA, com a finalidade de reforço do material. Foram realizados

testes para avaliar as propriedades físicas deste material, comparando-o com os materiais estéticos disponíveis na época e com a estrutura dental. Os resultados mostraram que este compósito apresentou um melhor desempenho que os demais materiais, levando o autor a concluir que, a adição da carga inorgânica desempenhou um papel fundamental no reforço do material, melhorando suas propriedades físicas.

Gwinnet e Matsui<sup>43</sup> (1967) realizaram um estudo dos adesivos dentários e suas relações físicas com o esmalte. Os autores utilizaram 32 dentes anteriores humanos superiores e condicionaram a superfície do esmalte com a aplicação de uma gota do líquido do cimento de fosfato de zinco por 2min. Nesta superfície condicionada, foram aplicados diferentes adesivos experimentais baseados em monômeros de cianoacrilato, metacrilato e dimetacrilato e as amostras foram submetidas a MEV. Os resultados demonstraram que extensões em forma de *tags* foram percebidas na interface esmalte/adesivos. A origem destes *tags* foi atribuída aos monômeros dos adesivos que penetraram no esmalte condicionado e polimerizaram nesta região, encapsulando os cristais de hidroxiapatita, promovendo uma efetiva e permanente ligação mecânica e protegendo o esmalte da dissolução.

Buonocore et al.<sup>15</sup> (1968) através de um estudo experimental, investigaram a possibilidade da penetração da resina, ser o fator mecânico responsável pela adesão em superfícies condicionadas de esmalte. Observaram que os *tags* resultantes do condicionamento ácido, eram sim de fato, a causa principal da adesão de resinas à superfície de esmalte condicionada.

Gwinnett<sup>42</sup> (1971) utilizando microscópio de luz, microradiografia e MEV, verificou o efeito sobre o esmalte da técnica de condicionamento com ácido fosfórico a 85% por 30s, e observou que, o

agente condicionador remove uma camada micrométrica da superfície de esmalte, expondo uma estrutura porosa nos seus prismas, o que aumenta a rugosidade superficial. Esse fenômeno permite que os adesivos penetrem por capilaridade nessas microporosidades, formando projeções resinosas conhecidas como *tags*, promovendo assim, uma retenção micromecânica.

Silverstone et al.<sup>94</sup> (1975) utilizaram sessenta pré-molares extraídos por motivos ortodônticos para avaliar em MEV a superfície condicionada por ácido fosfórico tamponado entre 20 e 70%, e ácido láctico tamponado a 1,0; 0,1 e 0,001N com pH 4,5. O primeiro foi aplicado com tempos variando entre 1 e 10min e o segundo com tempos entre 1 e 5 dias. Após análise das eletromicrografias, definiram três padrões básicos de superfícies de esmalte humano quando expostas ao condicionamento ácido: tipo I- há descalcificação do centro dos prismas de esmalte, mantendo-se sua periferia intacta; tipo II- a periferia dos prismas é removida, não alterando visualmente seu centro; tipo III- pode ser definido como uma mistura dos outros dois, onde pequenas áreas do tipo I e II podem ser observadas entremeadas às áreas que não apresentam aspecto que possa ser relacionado à morfologia dos prismas. Os autores concluíram que independente do tipo de ácido empregado, não existe um padrão único de condicionamento do esmalte, podendo este, variar de dente para dente, de uma superfície para outra, e até numa mesma superfície.

Rueggeberg<sup>88</sup> (1991) realizou uma revisão de literatura considerando a influência da escolha e tratamento do substrato dental utilizado em testes de adesão, comparando as diferenças existentes entre dentes humanos e bovinos. O autor afirmou que os dentes humanos são mais limitados em relação à disponibilidade e somando-se ao risco de infecção, a busca por um substituto adequado a estes dentes intensificou-

se. Os dentes bovinos, pela sua disponibilidade e seu maior tamanho, têm sido muito utilizados em testes de adesão. O autor concluiu que existem inúmeros fatores que podem afetar significativamente os resultados dos testes de adesão à estrutura dental, e embora não exista uma metodologia para o critério de seleção e preparo do substrato, há a necessidade de padronização dos métodos de análise, bem como a interpretação dos dados obtidos.

Baier<sup>6</sup> (1992) investigou a capacidade de adesão em esmalte, levantou a hipótese no que se refere à capacidade de molhamento dos sistemas adesivos, e a energia de superfície do esmalte, bem como o ângulo de contato formado pelo adesivo e substrato. Um ângulo de contato entre 0 e 180 graus significa molhamento incompleto e imperfeito, sendo que quaisquer produtos contaminantes podem aumentar esse ângulo, prejudicando, ainda mais, o molhamento superficial e, conseqüentemente dificultando a adesão. Alguns comportamentos do próprio paciente, como a escovação prévia à restauração ou determinadas substâncias aplicadas na superfície, podem, segundo o autor, alterar a energia ou tensão superficial, dificultando assim, um molhamento adequado e uma adesão efetiva. Substâncias à base de flúor, hidrogênio, cloro, bromo, iodo, oxigênio e nitrogênio alteram, sobremaneira, as tensões superficiais, começando com uma baixa tensão (do flúor) até uma alta tensão (do nitrogênio).

Kugel et al.<sup>61</sup> (1993) avaliaram o efeito do condicionamento ácido nas superfícies de esmalte e dentina em MEV. Foram testados: ácido fosfórico a 10 e 32%; ácido maleico a 10%; combinação de ácido fosfórico a 25% e oxalato de alumínio, todos aplicados por 15s. Os resultados demonstraram que, em esmalte, todos os ácidos utilizados produziram padrões de condicionamento semelhantes, formando microporosidades. Os autores concluíram que

estas soluções de ácidos, aplicadas por 15s, foram suficientes para se obter um bom condicionamento do esmalte.

Watanabe e Nakabayashi<sup>112</sup> (1993) desenvolveram um *primer* autocondicionante que consistia de uma solução aquosa de 2-metacriloxietil fenila hidrogênio fosfato (Phenyl-P) 20% e de 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) 30% para adesão em esmalte e dentina simultaneamente. Este *primer* reduzia o tempo de trabalho, eliminando o passo de lavagem do ácido, além de evitar o risco de colapso das fibras de colágeno dentinário.

Swift et al.<sup>98</sup> (1995) realizaram uma revisão de literatura sobre adesão ao esmalte e à dentina, afirmando que o condicionamento ácido remove aproximadamente 10µm de superfície de esmalte e cria uma camada porosa que varia de 5 a 50µm de profundidade. Quando há aplicação de ácido fosfórico a 50% na superfície dentária, forma-se um precipitado (monofosfato de cálcio monohidratado) que pode ser removido. No entanto, concentrações deste ácido inferiores a 27% formam um precipitado (difosfato de cálcio dihidratado) que não pode ser facilmente removido. Entretanto, alguns estudos mostraram que menores concentrações de ácido também apresentaram resistência adesiva similares às obtidas com concentrações de 30 a 40 %. A resistência ao cisalhamento de uma resina composta ao esmalte condicionado é de aproximadamente 20MPa. Este valor permite sucesso na retenção das resinas compostas para as mais variadas aplicações clínicas. Alguns estudos indicam ácidos como fosfórico a 10%, maleico a 10% e nítrico a 2,5%, porém todas as conseqüências clínicas da utilização destes ácidos ainda não são conhecidas.

Van Meerbeek et al.<sup>109</sup> (1998) realizaram uma revisão de literatura sobre a performance clínica dos adesivos. Uma das



classificações utilizadas para os sistemas adesivos é em relação a *smear layer*. Um grupo de sistemas adesivos remove completamente a *smear layer* e são subdivididos em um ou dois frascos, dependendo respectivamente da aplicação combinada ou separada do *primer* e da resina adesiva. Um outro grupo de sistemas adesivos modifica a *smear layer*, ao invés de removê-la. Recentemente criados, os chamados sistemas autocondicionantes contém um monômero ácido Phenyl-P e HEMA para simultaneamente condicionar e tratar tanto o esmalte quanto a dentina. Além da simplicidade, estes sistemas, segundo os autores, promovem a desmineralização superficial da dentina e a penetração simultânea de monômeros, que podem ser polimerizados *in situ*.

Hoss<sup>52</sup> (1999) apresentou um estudo clínico sobre o adesivo autocondicionante *Clearfil SE Bond (Kuraray)*, de expressiva facilidade de técnica e conforto ao paciente. O sistema adesivo autocondicionante que promove a desmineralização concomitantemente à infiltração do *primer*, característica possível graças ao monômero ácido em sua formulação que dissolve a *smear layer* e penetra na abertura dos túbulos dentinários. Há diminuição da sensibilidade pós-operatória porque a rede de fibras colágenas desmineralizadas não fica desprotegida como pode ocorrer com o uso dos adesivos convencionais, que necessitam de condicionamento ácido prévio, quando a infiltração de monômeros pode não alcançar a profundidade da desmineralização dentinária. Os adesivos autocondicionantes apresentam os seguintes benefícios clínicos: eliminação da sensibilidade pós-operatória, redução significativa dos passos operatórios em comparação aos adesivos convencionais, aumento da resistência adesiva das restaurações resinosas e compatibilidade à porcelana. As observações clínicas deste autor foram obtidas a partir de casos com o uso do *Clearfil SE Bond* com restaurações de resina composta *Clearfil AP-X (Kuraray)*. Foram avaliados 10 casos com o total de 32 restaurações, sendo que 4 pacientes relataram certo desconforto

associado à oclusão e 1 paciente apenas relatou sensibilidade aos estímulos térmicos, requerendo o retratamento, mas o dente apresentava linha de fratura e não estava indicada a restauração direta. Dos pacientes que relataram sensibilidade pós-operatória, um deles apresentava cárie extensa e foi submetido ao tratamento endodôntico e os outros dois, após ajuste oclusal, tiveram os sintomas eliminados no prazo de 24 a 48h. Na opinião pessoal do pesquisador, o adesivo *Clearfil SE Bond* pode oferecer vantagens para o uso clínico, considerando-se a importância de conforto ao paciente e a facilidade técnica ao operador.

Com o intuito de comparar a evaporação de solventes (veículos) inclusos em diferentes adesivos de frasco único, em função do tempo, Abate et al.<sup>1</sup> (2000), utilizaram os adesivos e respectivos solventes: *Prime & Bond 2.1* - acetona (*Dentsply*); *Single Bond* - etanol e água (*3M*); *PrismaBond 97'* - acetona (*BJM*); *Syntac Sprint* - acetona e água (*Vivadent*); *Optibond Solo* - etanol (*Kerr*) e *Syntac Single Component* - água (*Vivadent*). Foram também incluídos no experimento dois *primers* utilizados em adesivos de múltiplos frascos (*Perma Quick Primer* - base etanol - *Ultradent* e *Scotchbond Multi-Purpose* - base água - *3M*), assim como água destilada, etanol a 96% e acetona. Amostras destes produtos foram estocadas em recipientes de vidros pequenos, sob condições de temperatura e umidade controladas. Registraram a massa inicial e final após diferentes períodos de tempo: 1, 7, 14, 21, 28, 60 e 75 dias, a fim de calcular a porcentagem de perda de massa. Após análise de variância dos resultados, seguida de comparações de contraste ortogonal, observaram uma perda de massa significativamente mais alta nos adesivos de frasco único que contém excipientes orgânicos, especialmente naquele em que o excipiente era acetona. Uma perda de massa um pouco mais baixa foi encontrada nos produtos à base de água. Concluíram existir uma relação entre as possibilidades de evaporação dos solventes utilizados em sistemas de frasco único e sua perda de massa

durante o armazenamento; a conservação dos sistemas adesivos é extremamente importante para a manutenção do conteúdo original, e o dispensamento deve ser feito imediatamente antes da utilização. Esses passos clínicos são importantes para prevenir troca nas proporções relativas de seus componentes.

Fava et al.<sup>30</sup> (2000) analisaram, em MEV, o efeito de duas concentrações de ácido fosfórico (10% e 35%) no condicionamento do esmalte de dentes decíduos, com tempos de aplicação de 7, 15, 30 e 45s. Observaram que independente da concentração e do tempo de aplicação do agente condicionador, houve formação de microporosidades no esmalte, com padrões variados de condicionamento. Ao utilizar concentração de 10% por 7 ou 30s ou concentração de 35% por 45s, observou-se padrão de condicionamento tipo II (dissolução preferencial do esmalte interprismático). Ácido fosfórico a 10% por 15s apresentou padrão tipo III (dissolução do esmalte prismático e interprismático). Quando se utilizou agente condicionante a 10% por 45s e a 35% durante 7, 15 ou 30s, houve formação do padrão tipo I (predominância de dissolução prismática do esmalte). Os autores concluíram que, quanto maior a concentração e o tempo de aplicação do agente condicionador, os diferentes padrões de condicionamento mostram-se mais evidentes.

Li et al.<sup>65</sup> (2001) estudaram a durabilidade de sistemas adesivos frente a nanoinfiltração relacionando com condicionadores ácidos de esmalte. Utilizaram para este estudo o sistema com *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond (Kuraray)*, o qual segundo os autores apresentam um *primer* ácido, composto de 10-metacriloxidecil dihidrogênio fosfato (MDP), HEMA e dimetacrilato hidrofílico, dicanforoquinona, N,N-dietanol-p-toluidina e água. Este sistema foi aplicado por 20s, e seco levemente com ar. Assim, observaram que no mesmo tempo que ocorre o condicionamento da estrutura dentinária, o *primer* é

incorporado, o que evitou a infiltração, diferentemente do que ocorreu com os outros sistemas avaliados que necessitavam de condicionamento prévio com ácido fosfórico.

Miller<sup>66</sup> (2001) avaliou o comportamento *in vivo* de dois sistemas adesivos (*Transbond Plus Self-etching Primer* - 3M, que apresenta um *primer* autocondicionante, e *Prompt L-Pop* - 3M ESPE, um adesivo autocondicionante). Durante um período de seis meses, *brackets* ortodônticos foram aderidos à superfície de esmalte utilizando um dos dois sistemas adesivos e o grau de falha foi anotado. Os resultados demonstraram que os sistemas autocondicionantes foram capazes de manter os *brackets* em posição, com baixo grau de falha.

Shintome et al.<sup>93</sup> (2001) estudaram ao microscópio eletrônico de varredura, a micromorfologia do esmalte de dentes decíduos após condicionamento com ácido fosfórico a 35%, com tempos de aplicação de 15, 30 ou 45s, sobre a superfície vestibular ou oclusal de 24 molares decíduos íntegros, armazenados em solução fisiológica em temperatura ambiente. As amostras foram divididas aleatoriamente em 6 grupos experimentais, com quatro dentes cada. Os grupos 1 a 3 receberam condicionamento ácido na superfície vestibular e os grupos 4 a 6, na superfície oclusal. Os resultados demonstraram que em todos os grupos experimentais, o agente condicionador foi capaz de promover irregularidades na superfície do esmalte. Nos grupos I (condicionamento por 15s na vestibular), II (30s - vestibular), V (30s - oclusal) e VI (45s - oclusal), observou-se a predominância do padrão tipo I de condicionamento, o que significa dissolução preferencial do centro dos prismas do esmalte. Já nos grupos III (45s - vestibular) e IV (15s - oclusal), houve predominância do padrão tipo II de condicionamento, que significa dissolução preferencial da periferia dos prismas do esmalte. Conclui-se também que em todos os grupos, quanto maior o tempo de

aplicação do agente condicionador, mais profundos são os padrões de condicionamento.

Lopes et al.<sup>63</sup> (2002) realizaram uma revisão de literatura sobre adesão dentária no que se refere ao estado presente e perspectivas futuras. Os autores afirmaram que no presente momento, duas técnicas adesivas distintas são as mais proeminentes: condicionamento total e os sistemas autocondicionantes. Enquanto os adesivos com condicionamento total já demonstraram sua eficácia tanto *in vitro* como em situações clínicas, os sistemas autocondicionantes ainda necessitam provar sua eficácia. Os sistemas autocondicionantes estão evoluindo rapidamente, porém seus resultados ainda não são suficientemente previsíveis, mas alguns sistemas, como o *Prompt L-Pop* (3M ESPE), que é um adesivo autocondicionante, e o *Clearfil SE Bond* (Kuraray), que é um sistema com um *primer* autocondicionante, alcançaram resultados positivos nas estruturas dentárias. No entanto, mais estudos são necessários para confirmar a evidência destes sistemas.

Christensen<sup>18</sup> (2002) realizou uma revisão da literatura sobre a prevenção à sensibilidade pós-operatória em restaurações de resina composta de classe I, II e V, afirmando que a utilização correta dos sistemas adesivos pode impedir o surgimento da sensibilidade pós-operatória. O autor descreveu a técnica adesiva de sistemas que utilizam condicionamento ácido total prévio e sistemas autocondicionantes, bem como apresentou alternativas para a solução do problema, como: cuidado na realização do preparo; forramento com cimento de ionômero de vidro em áreas profundas de dentina; uso de *primer* autocondicionante, ao invés de condicionamento ácido convencional e cuidados na inserção e fotoativação da resina composta.

Considerando que os sistemas adesivos autocondicionantes apresentam uma simplificação dos procedimentos de adesão e diminuição da sensibilidade pós-operatória, Denehy et al.<sup>20</sup> (2002), fizeram um trabalho clínico longitudinal, avaliando a eficiência de um adesivo autocondicionante (*Prompt L-Pop - 3M ESPE*) em restaurações de classe I, utilizando um adesivo com condicionamento ácido (*Prime & Bond NT - Dentsply*) como controle. Vinte e seis adultos, cada um com duas ou quatro restaurações de amálgama de classe I necessitando de substituição, participaram do estudo, resultando em oitenta e dois preparos. Os dentes preparados, receberam os sistemas adesivos, e a resina composta *TPH (Dentsply)* foi inserida em camadas de 2mm. As restaurações foram imediatamente polidas. As avaliações foram feitas no início, aos seis meses, após um ano e dois anos, utilizando diversos critérios (cárie secundária, forma anatômica, adaptação das bordas, sensibilidade pós-operatória) com Alfa representando o resultado clinicamente ideal; Bravo, clinicamente aceitável; e Charlie, clinicamente inaceitável. Ambos os grupos foram taxados 100% como Alfa em todas as categorias em um ano e dois anos, porém alguns casos de descoloração e desadaptação marginal foram notados, e um paciente em cada grupo relatou sensibilidade em um ano; entretanto, nenhuma sensibilidade foi relatada em dois anos. Aos dois anos, não houve diferença significativa em qualquer categoria de avaliação entre grupos. Os autores concluíram não existir diferença clínica significativa entre o adesivo autocondicionante e o adesivo de frasco único após dois anos.

Duke<sup>25</sup> (2002) realizou uma crítica aos adesivos autocondicionantes, como por exemplo o *Prompt L-Pop (3M ESPE)*, além de afirmar que sistemas autocondicionantes experimentais testados por sua equipe não tiveram bom desempenho clínico. As restaurações que utilizaram tais adesivos experimentais apresentaram sinais precoces de

manchamento marginal. O autor concluiu que até a comunidade científica fornecer dados adequados que substanciem os sistemas autocondicionantes, o condicionamento tradicional com ácido fosfórico fornece uma solução simples para restaurações estéticas e duradouras.

Hannig et al.<sup>44</sup> (2002) realizaram uma análise morfológica na superfície de esmalte após a aplicação dos sistemas adesivos com *primers* autocondicionantes *Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray)*, *Clearfil SE Bond (Kuraray)*, *Etch & Prime (Degussa)* e *Resulcin Aqua Prime (Merz Dental)* comparado ao sistema adesivo monocomponente com condicionamento ácido prévio *Heliobond (Ivoclar Vivadent)*. Para isso, 30 molares humanos recém extraídos foram preparados com lixas d'água de granulações 1200 e 4000, e divididos em grupos conforme o sistema adesivo utilizado. As amostras foram submetidas à MEV e depois as interfaces de esmalte foram submetidas à microscopia eletrônica de transmissão (MET). As micrografias indicaram que o caminho de interdifusão dos monômeros acídicos é primariamente entre os cristais e ao longo dos espaços intercristalinos. O *primer* acídico dissolve a área de superfície de cristais de esmalte individuais e alarga os espaços intercristalinos. Um padrão de condicionamento em três dimensões inter e intra-cristalino nanorretentivo é então criado, segundo os autores, promovendo simultaneamente a infiltração do monômero.

Zanet<sup>118</sup> (2002) analisou comparativamente a microestrutura do esmalte dental condicionado por agentes dependentes e independentes de lavagem hídrica por meio de MEV. Utilizou-se da face vestibular de 30 pré-molares hígidos divididos em 3 grupos, com 10 dentes cada: G1- condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 15s; G2- aplicação do *NRC (non-rinse conditioner - Dentsply)* por 20s; G3- aplicação do primer autocondicionante do *Clearfil SE Bond (Kuraray)* por 20s. Os espécimes do G1 foram lavados com *spray* de água e os dentes

de todos os grupos foram secos com jato de ar por 15s. Após o preparo, todas as amostras foram analisadas em MEV. As eletromicrografias obtidas mostraram um condicionamento mais profundo no esmalte após a aplicação de ácido fosfórico, seguido pelo *NRC* e *Clearfil SE Bond*. O autor concluiu que o ácido fosfórico ainda é o agente de escolha para um condicionamento mais efetivo do esmalte.

Rodrigues e Lodovici<sup>86</sup> (2003) apresentaram um protocolo de uso dos sistemas adesivos autocondicionantes. Os autores afirmaram que os problemas técnicos relacionados à utilização de sistemas adesivos que necessitam de condicionamento ácido prévio das estruturas dentárias estão relacionados principalmente às características morfológicas e de composição dos substratos aderentes, sobretudo no que se refere à complexidade da dentina. A fim de se minimizarem os problemas relacionados à técnica, surgiram os sistemas de aplicação simplificada, chamados autocondicionantes. Estes sistemas preconizam a infiltração dos monômeros concomitantemente ao condicionamento, portanto sem a fase de lavagem. Desta forma, acredita-se que toda a estrutura desmineralizada seja hibridizada. Os autores apresentaram as marcas comerciais mais significativas dos sistemas adesivos autocondicionantes: *Adper Prompt L-Pop* (3M ESPE), *One-Up Bond F* (Tokuyama) e também os que apresentam *primers* autocondicionantes *Tyrian SPE* (Bisco), *Clearfil Liner Bond 2V* (Kuraray), *Clearfil SE Bond* (Kuraray), *Fluoro Bond* (Shofu), *UniFil Bond* (GC). Os autores concluíram que os novos sistemas são promissores e constituem uma boa alternativa para casos específicos, sobretudo porque facilitam a técnica adesiva e garantem menor influência de variáveis inerentes ao processo. Entretanto, requerem mais estudos clínicos para que, segundo os autores, seja possível afirmar se esses sistemas adesivos podem ou não ser considerados substitutos dos adesivos com condicionamento ácido prévio.



Perdigão et al.<sup>80</sup> (2003) testaram a seguinte hipótese: um sistema adesivo com *primer* autocondicionante poderia resultar em menor sensibilidade pós-operatória que um sistema convencional com condicionamento ácido prévio. Os pacientes foram selecionados com base na necessidade de restaurações classe I e II em molares e pré-molares. Foram confeccionadas 30 restaurações com *Clearfil SE Bond* e *Clearfil AP-X* (Kuraray) e 36 restaurações com *Prime & Bond NT* e *Esthet-X* (Dentsply). Os preparos cavitários foram padronizados, com todas as margens em esmalte. Sob isolamento absoluto, os pesquisadores condicionaram as paredes de esmalte e dentina com o *primer* autocondicionante (para o *Clearfil SE Bond*) ou condicionaram com ácido fosfórico 34% (para o *Prime & Bond NT*), seguindo-se a aplicação do correspondente adesivo. As restaurações foram avaliadas no pré-operatório e após duas semanas, oito semanas e seis meses. Os fatores considerados foram: sensibilidade pós-operatória ao frio, ao ar e às forças mastigatórias, assim como a descoloração marginal. Os resultados revelaram que não houve diferença significativa entre os adesivos em todos os períodos de tempo avaliados. A descoloração marginal foi considerada ausente em todas as restaurações e apenas um dente apresentou sensibilidade às forças oclusais após seis meses. Concluíram que o *Clearfil SE Bond* não diferiu do *Prime & Bond NT* em relação à sensibilidade pós-operatória e na descoloração marginal. Isto sugere que a sensibilidade pós-operatória pode estar associada muito mais à técnica do que ao tipo de sistema adesivo utilizado.

Cruz et al.<sup>19</sup> (2005) observaram *in vitro* em MEV, a micromorfologia do esmalte intacto de dentes decíduos após o emprego de diferentes agentes condicionadores. Foram selecionados 30 molares decíduos hígidos, que tiveram o terço médio das superfícies vestibulares condicionados por três diferentes agentes (n=10): G1) ácido fosfórico a 35% por 15s; G2) adesivo autocondicionante *One-Up Bond F* (Tokuyama)

e G3) *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond* (Kuraray). Em seguida, as amostras foram desidratadas, montadas em bases metálicas, cobertas com ouro e observadas em MEV. As eletromicrografias revelaram que o G1 apresentou a formação de inúmeras microporosidades bem evidentes, classificadas como padrão tipo I de Silverstone. O G2 apresentou um padrão predominantemente tipo II, porém menos evidentes do que no G1. Já no G3 não foi observado um padrão de condicionamento definido. Os autores concluíram que a utilização de diferentes agentes condicionadores na superfície do esmalte decíduo resultou na formação de padrões de condicionamento ácido variados.

Frankenberger e Tay<sup>34</sup> (2005) avaliaram *in vitro* a integridade marginal de sistemas adesivos ao esmalte e à dentina, antes e após ciclagem termo-mecânica. Foram utilizados 130 terceiros molares humanos hígidos, que receberam preparos para cavidades classe II (OD), restaurados com a resina composta *Tetric Ceram* (Ivoclar Vivadent). Foram utilizados os seguintes sistemas adesivos monocomponentes: *Syntac Classic* (Ivoclar Vivadent); *Solobond Plus* (Voco); *Optibond FL* (Kerr); *Admira Bond* (Voco); *Single Bond* (3M ESPE). Primers autocondicionantes: *AdheSE* (Ivoclar Vivadent) e *Clearfil SE Bond* (Kuraray). Adesivos autocondicionantes: *Adper Prompt L-Pop* (3M ESPE); *Xeno III* (Dentsply) e *iBond* (Heareus Kulzer). As interfaces adesivas foram examinadas anteriormente à ciclagem termo-mecânica, por meio de MET, para identificar atributos preexistentes para a desintegração marginal subsequente. A ciclagem mecânica foi realizada por 100.000 ciclos (50 Newtons e 0,5 Hertz) e simultaneamente foi realizada a ciclagem térmica por 2.500 ciclos (entre 5 e 55°C). As fendas marginais foram avaliadas em réplicas de resina epóxi por meio de MEV. Em esmalte e dentina, porcentagens altas de margens íntegras foram observadas inicialmente (89 a 100%). Após a ciclagem, em esmalte, os adesivos monocomponentes exibiram uma porcentagem

significativamente superior de margens íntegras (~90%), comparando-os aos *primers* autocondicionantes (~75%) e adesivos autocondicionantes (~55%); e em dentina, os adesivos monocomponentes (62-70%) e *primers* autocondicionantes (62-63%), foram estatisticamente superiores aos adesivos autocondicionantes (<40%). Os autores concluíram que a adesão em esmalte foi mais efetiva com o condicionamento com ácido fosfórico, e em dentina, os adesivos monocomponentes e *primers* autocondicionantes mostraram uma adaptação marginal promissora, com um prognóstico clínico melhor do que os adesivos autocondicionantes.

Schulze et al.<sup>90</sup> (2005) estudaram o sistema adesivo com *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond* (Kuraray) em comparação ao adesivo monocomponente com condicionamento ácido prévio *Single Bond* (3M ESPE), no que se refere à umidade da superfície dentária. Para isso, utilizou 18 espécimes com diferentes características de substrato (extremamente molhado, úmido, seco, ressecado e normal) e submeteu-os a MEV. Os resultados demonstraram que o *Clearfil SE Bond* não demonstrou alterações entre os grupos, enquanto que o *Single Bond* apresentou diferenças significantes entre os grupos, especialmente após a secagem da superfície.

Em uma pesquisa clínica, Van Meerbeek et al.<sup>108</sup> (2005) avaliaram o desempenho de um *primer* autocondicionante com ou sem o prévio condicionamento ácido do esmalte, em restaurações de lesões cervicais (classe V). Vinte e nove pacientes receberam duas ou quatro restaurações aleatoriamente, seguindo dois protocolos experimentais: 1) aplicação do *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond* (Kuraray) em esmalte e dentina; 2) aplicação do *Clearfil SE Bond* após condicionamento seletivo do esmalte com ácido fosfórico a 40%. A resina composta *Clearfil AP-X* (Kuraray) foi utilizada em todas as 100 restaurações, que foram avaliadas clinicamente quanto à retenção,

integridade marginal e microinfiltração após 2 anos. Após este período, não houve perda de restauração e não houve diferença significativa entre os grupos para os diversos parâmetros avaliados, exceto para os pequenos defeitos marginais em esmalte, significativamente maiores no grupo 1. Os autores concluíram que o *Clearfil SE Bond* obteve um desempenho clínico excelente após 2 anos, e embora houvesse mais defeitos marginais em esmalte quando o ácido fosfórico não foi utilizado, estes defeitos eram pequenos e sem relevância clínica.

## 2.2 Testes de resistência adesiva

Fusayama et al.<sup>37</sup> (1979) introduziram uma nova metodologia para avaliar a resistência da união. O sistema adesivo, *Clearfil Bond System F (Kuraray)*, foi empregado 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 as respectivas 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. Os autores concluíram que o novo sistema adesivo foi superior aos demais oferecendo maior resistência adesiva; o condicionamento ácido total de esmalte e dentina aumentou significativamente a resistência adesiva em ambos os tecidos e que o sistema adesivo *Clearfil Bond System F* mostrou forte adesão a todos os substratos.

Na busca pela efetividade adesiva entre resina e estrutura dental Nakabayashi et al.<sup>72</sup> (1982) avaliaram a efetividade do 4-metacriloxietil trimetacrilato anidrido (4-META), na adesão ao esmalte e à dentina condicionada por ácidos. Foram utilizados neste estudo dentes humanos e bovinos, preparados com lixas de granulação 800 para criar uma superfície onde seria realizada a adesão. A área de adesão foi delimitada por meio de uma fita adesiva com uma perfuração de 5mm de diâmetro aplicada à superfície. As amostras foram divididas em dois grupos, submetidos aos seguintes tratamentos superficiais: ácido cítrico 1% e cloreto férrico 1% (1:1) ou nas concentrações, respectivas dos mesmos ácidos, de 10% e 3% (10:3). Após lavagem das superfícies, aplicou-se o sistema 4-META e seguiu-se a armazenagem em água destilada a 37°C por 24h. Para a análise da estabilidade da adesão foi realizada a termociclagem dos espécimes, para posterior realização do teste de resistência à tração. Os resultados revelaram uma efetividade adesiva significativa para o grupo 10:3, tanto para o esmalte como para dentina. Observou-se a presença do monômero polimerizado na dentina condicionada peri e intertubular e nos túbulos, justificando este aumento da força de união. Os autores concluíram que a penetração e polimerização de monômero no interior do substrato dental reforçam a estrutura dental.

Procurando avaliar os métodos usuais de mensuração da resistência adesiva e discutir a necessidade de padronização dos testes, Van Noort et al.<sup>110</sup> (1989) realizaram estudo empregando a análise do elemento finito. Utilizaram um corpo-de-prova de resina, medindo 6mm de altura e 6mm de largura, aderido a uma superfície plana de dentina, num sistema associado a um programa de computador. Analisaram o efeito das diferentes propriedades dos materiais, do tamanho dos corpos-de-prova e das condições de carregamento da força, bem como o efeito do carregamento sob cisalhamento na distribuição do estresse. Com relação

aos testes de cisalhamento, verificaram que as forças de tração-compressão aumentam quando a distância entre o ponto de aplicação da carga e a superfície dentinária aumentam, isso devido à potencialização dos momentos de dobramento; nesse caso, provavelmente a falha adesiva começa na superfície do material e não na interface adesiva dente-restauração. Com relação ao tamanho do corpo-de-prova, verificaram que, ao diminuir aproximadamente 3mm de altura, não houve uma alteração significativa na distribuição de forças na interface; entretanto, reduzindo-se o corpo-de-prova para 2mm ou menos, as forças diminuíram nas margens da restauração e aumentaram no centro, no interior do volume do material, mudando a falha para uma região imprevisível. Em outras palavras, verificaram que existe uma altura mínima do corpo-de-prova para conduzir os testes de resistência de união. Os autores concluíram que uma força de cisalhamento ou tração uniforme não é conseguida na interface adesiva, e que mesmo para testes semelhantes realizados no mesmo laboratório, existe a possibilidade de aparecerem muitas variações. Além disso, afirmaram que a resistência adesiva pode ser utilizada somente para uma comparação de efetividade dos adesivos, e que a mesma não pode ser relacionada com o que acontece clinicamente. Finalizando, recomendaram a implantação de um teste padronizado para avaliar a resistência adesiva, mesmo que este não proporcione uma falha verdadeira.

Carracho et al.<sup>17</sup> (1991) analisaram o efeito do armazenamento e da termociclagem (200 ciclos, entre 5 e 55°C) na resistência ao cisalhamento de três adesivos dentinários. Comparando os adesivos *Scotchbond 2 (3M)*, *Mirage Bond (Chameleon Dental Products)* e *Scotchbond Dual Cure (3M)*, em diferentes grupos com ou sem termociclagem e com diferentes tempos de armazenamento das amostras. Os autores concluíram de maneira geral que as amostras não-termocicladas apresentaram uma maior resistência à adesão

(10,2±4,3MPa) do que as amostras termocicladas (8,7±6,4MPa). A termociclagem reduziu significativamente a resistência ao cisalhamento do *Scotchbond 2* e do *Scotchbond Dual Cure*, porém não alterou significativamente a resistência do *Mirage Bond*. O tempo de armazenamento não afetou significativamente os adesivos *Scotchbond 2* e *Scotchbond Dual Cure*, porém aumentou a resistência ao cisalhamento do *Mirage Bond*.

Barkmeier & Cooley<sup>7</sup> (1992) realizaram um estudo sobre a avaliação laboratorial de sistemas adesivos, no qual afirmaram que testes *in vitro* de resistência ao cisalhamento em esmalte envolvem o preparo da superfície do esmalte, resultando em uma superfície plana de esmalte. Nesta superfície são aplicados os sistemas adesivos em conjunto com uma resina composta, formando um cilindro de compósito. Todo este conjunto é submetido ao teste de cisalhamento, no qual a carga necessária para romper a estrutura é registrada e a resistência ao cisalhamento é calculada em MPa, utilizando a área dos cilindros de compósito. Os espécimes também devem ser examinados para se avaliar onde ocorreram as fraturas: se na superfície do esmalte, se na interface esmalte/adesivo ou se na superfície da resina composta. Apesar de estudos clínicos de agentes adesivos serem considerados os mais confiáveis testes de materiais dentários, os testes laboratoriais possuem grande valor. Os estudos clínicos demandam grande tempo e os fabricantes dos sistemas adesivos mudam suas composições antes que estudos clínicos possam ser completados. Por estas razões, os autores afirmaram que os testes laboratoriais de sistemas adesivos experimentais e comerciais são necessários para a avaliação destes novos materiais.

Fowler et al.<sup>32</sup> (1992) realizaram um estudo sobre a influência de variáveis nos testes de adesão. Neste estudo, os autores afirmaram que as variáveis associadas com os testes de adesão são

várias, dentre elas o tipo de teste (cisalhamento ou tração), o desenho do aparelho de teste e o substrato dentário. Os autores selecionaram terceiros molares hígidos e os prepararam para os diversos testes utilizando *Scotchbond 2* (3M), *Silux* (3M), *Ketac-Fil* (ESPE) e *Vitrebond* (3M). As amostras foram aleatoriamente divididas em diferentes grupos, conforme os testes realizados (cisalhamento ou tração) e conforme os diferentes aparelhos mecânicos utilizados para os testes. Os resultados demonstraram que o teste de cisalhamento apresentou maior número de falhas adesivas reais, portanto, segundo os autores, deve ser preferido para testes de adesão. Os autores também afirmaram que diferentes aparelhos de teste podem demonstrar diferentes resultados, pois o desenho dos aparelhos parece afetar significativamente os resultados e que existe uma tendência de maiores valores de resistência com dentes bovinos do que com dentes humanos.

Stanley<sup>96</sup> (1993) pesquisou os diferentes fatores envolvidos em testes de adesão, como os substratos utilizados e métodos de desinfecção, tempo e meio de armazenamento dos dentes, número de ciclos e temperatura da ciclagem térmica, além da velocidade do ensaio mecânico. O autor afirmou que testes *in vitro* são mais rápidos e mais baratos que testes *in vivo*. No entanto, há necessidade de padronização dos testes de adesão *in vitro*, para que estes produzam dados reproduzíveis e forneçam suporte para uma correta correlação *in vivo*.

Øilo<sup>75</sup> (1993) realizou uma revisão de literatura sobre testes de adesão e seus significados. A resistência adesiva é a força por unidade de área necessária para romper uma ligação. Os testes de resistência da união também poderiam ser chamados “testes de descolamento”. O propósito de se romper esta ligação é tentar estabelecer um valor numérico que represente o quão forte era aquela adesão. Os testes utilizados para este propósito são os testes de tração e



o teste de cisalhamento. Nos testes de tração, a adesão é rompida por uma força incidindo em um ângulo de 90° (perpendicular) à superfície do dente. O maior problema é manter o alinhamento tanto do dente quanto da força durante o teste, evitando que haja concentração de estresse devido à geometria interfacial incorreta. No teste de cisalhamento, a adesão é rompida por uma força incidindo paralelamente à superfície do dente. Um documento da *International Organization for Standardization* (ISO) afirma que o aparato necessário para um teste de cisalhamento é um bloco sólido para a fixação da amostra e uma lâmina conectada a uma máquina na qual pode-se determinar a velocidade de incidência da força. Neste documento da ISO, também se afirma que a utilização de dentes humanos para pesquisas de adesão, deve-se limitar a dentes armazenados entre 1 a no máximo 6 meses após a extração. Os testes de adesão, segundo o autor, fornecem uma boa indicação de como uma determinada combinação de adesivo e compósito irá funcionar.

Barkmeier & Erickson<sup>8</sup> (1994) avaliaram a adesividade em esmalte, por meio de ensaios de cisalhamento em dentes bovinos e humanos. Utilizaram o sistema *Scotchbond Multi-Purpose* (3M) e a resina composta P50 (3M). As superfícies vestibulares de molares humanos e incisivos bovinos foram submetidas a desgastes padronizados até uma lixa d'água de granulação 600. Foi realizado condicionamento ácido por 15s com ou sem aplicação do *primer* nas superfícies do esmalte condicionado. Através de um cilindro de teflon foi fixado, com o sistema adesivo, um bastão da resina composta na superfície tratada. O diâmetro da área de teste foi de 3,66mm e o bastão de resina composta possuía uma altura de 2,5mm, para os dentes humanos. Para o grupo de dentes bovinos utilizaram uma matriz de teflon com um diâmetro de 4,77mm. Os procedimentos restauradores para os grupos de bovinos e humanos foram idênticos. Os resultados demonstraram uma maior adesividade nos grupos onde não se empregou o *primer*, entretanto, sem diferenças

estatísticas significantes. As falhas coesivas ocorreram em 30% dos corpos-de-prova.

Holtan et al.<sup>51</sup> (1995) compararam três tipos de ácidos para condicionamento da superfície de esmalte (fosfórico, maleico e oxálico). O ácido fosfórico foi aplicado nas concentrações de 10 a 35%. O maleico foi utilizado a 10% e o oxálico a 1,6%. O tempo de condicionamento variou de 15, 30 e 60s. Empregaram 360 molares humanos, utilizando uma área de 4mm de diâmetro, após polimento com pedra pomes e água. Em seguida, a superfície foi submetida à regularização com discos de granulação 400. Cada grupo foi submetido aos tratamentos da superfície de esmalte, aplicando-se o sistema adesivo *Scotchbond Multi-Purpose* (3M), e posicionando um cilindro de resina composta *Silux Plus* (3M) de 4mm de diâmetro por 3mm de altura. Depois de polimerizado, o espécime foi submetido ao ensaio de cisalhamento em máquina universal de testes. Os resultados foram estatisticamente diferentes entre si. O grupo que obteve o melhor desempenho foi aquele que empregou o ácido fosfórico a 10% por 30s, atingindo  $19,3 \pm 6,1$ MPa, e o que produziu a menor resistência adesiva foi o ácido oxálico a 1,6% por 15s, com  $4,9 \pm 1,8$ MPa.

Reifeis et al.<sup>85</sup> (1995) avaliaram a influência do tipo de condicionamento ácido na resistência ao cisalhamento de diferentes sistemas adesivos (*Scotchbond Multi-Purpose* – 3M; *Clearfil Liner Bond 2-Kuraray*; *Gluma 2000* – Kulzer; *Mirage Bond* – Chameleon) na superfície de esmalte de dentes bovinos. Estes sistemas adesivos apresentavam como condicionadores os ácidos maleico, cítrico, oxálico e nítrico, respectivamente, e foram comparados ao ácido fosfórico (*Ultra-etch* – *Ultradent*). A superfície de esmalte foi regularizada e aplainada com lixas d'água 400, com uma área a ser utilizada para adesão de 5mm de diâmetro. Um cilindro de resina composta (Z100 – 3M) foi fixado à

superfície para então ser submetido aos ensaios de cisalhamento. Os resultados foram favoráveis ao *Clearfil Liner Bond 2* quando foi empregado condicionamento com ácido fosfórico a 37%, com uma média de  $22,52 \pm 3,19$ MPa. Quando foi utilizado o sistema *Clearfil Liner Bond 2* com ácido cítrico, os valores foram de  $14,04 \pm 3,98$ MPa. Os menores valores encontrados foram para o *Mirage Bond*, empregando ácido nítrico,  $8,81 \pm 1,76$ MPa.

Woronko et al.<sup>115</sup> (1996) avaliaram a resistência ao cisalhamento de amostras que receberam o *primer* dentinário em esmalte, comparando-as com amostras sem aplicação do *primer*. Quatro sistemas adesivos foram avaliados: *Scotchbond Multi-Purpose* (3M), *ProBond (LD Caulk)*, *All-Bond 2* (Bisco) e *Syntac* (Vivadent). Noventa e seis molares armazenados em solução de azida sódica a 0,2% tiveram o esmalte preparado com uma lixa d'água de granulação 500 e foram divididos em grupos, conforme a aplicação ou não do *primer* de cada sistema adesivo. Os espécimes receberam um cilindro da resina composta *Tetric* (Vivadent), foram termociclados por 1.000 ciclos (5°C – 55°C) e submetidos ao teste de cisalhamento. Os resultados demonstraram que a resistência adesiva das amostras ficou na faixa de  $17,3 \pm 3,0$  a  $22,4 \pm 3,2$ MPa. Estatisticamente, houve uma tendência de maiores valores de resistência adesiva quando o *primer* não foi aplicado ao esmalte.

El-Kalla e Garcia-Godoy<sup>27</sup> (1997) realizaram um estudo sobre a resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos monocomponentes com condicionamento ácido prévio - *Prime & Bond 2.1* (Dentsply), *One-Step* (Bisco), *Tenure Quick* (Den-Mat) e *Syntac Single Component* (Vivadent) ao esmalte e dentina contaminados por saliva. Noventa e seis molares humanos foram subdivididos em grupos conforme o sistema adesivo utilizado, substrato dentário e se houve ou não contaminação do substrato com saliva artificial por 20s. Todas as

amostras foram submetidas a termociclagem (1.000 ciclos) e os resultados demonstraram que a contaminação pela saliva não alterou a resistência ao cisalhamento dos adesivos, com exceção do *Syntac Single Component*. De todos os adesivos testados, o *Prime & Bond 2.1* foi o que apresentou maior resistência adesiva em esmalte.

Gordan et al.<sup>41</sup> (1997) avaliaram *in vitro* a resistência ao cisalhamento de dois sistemas adesivos que possuem *primer* autocondicionante (*Clearfil Liner Bond 2 - Kuraray* e *Denthesive II - Kulzer*). O sistema *Scotchbond Multi-Purpose (3M)* foi utilizado como controle. Foram utilizados sessenta molares humanos, que tiveram as superfícies de esmalte e dentina preparadas utilizando lixas de granulação 600. Ambos os sistemas com *primer* ácido foram utilizados com e sem condicionamento prévio com ácido fosfórico, tanto para esmalte quanto para dentina. O grupo controle foi utilizado após condicionamento ácido apenas. Após aplicação do *primer* e adesivo, foi inserida a resina composta *Silux Plus (3M)* sobre uma matriz de 2,5mm de diâmetro, e fotoativada por 40s. Todos os espécimes foram submetidos a termociclagem e em seguida, foi realizado o ensaio de cisalhamento. Os resultados demonstraram diferenças significantes entre o esmalte e a dentina. Em esmalte, as melhores médias foram obtidas pelo *Denthesive II*, após condicionamento ácido ( $22,0 \pm 4,2$ MPa) e *Clearfil Liner Bond 2*, sem condicionamento ( $20,4 \pm 3,4$ MPa); significativamente superiores ao *Clearfil Liner Bond 2*, com condicionamento ( $16,9 \pm 3,0$ MPa), *Scotchbond Multi-Purpose* ( $14,1 \pm 3,2$ MPa) e *Denthesive II*, sem condicionamento ( $5,4 \pm 1,6$ MPa).

Perdigão et al.<sup>83</sup> (1997) estudaram a resistência ao cisalhamento em esmalte do sistema adesivo com *primer* autocondicionante *Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray)*, quando aplicado conforme as recomendações do fabricante ou quando realizado o

condicionamento prévio com ácido fosfórico a 10% ou 37% por 15s, ou ácido maleico a 10% por 15s ou ácido nítrico a 2,5% por 60s. Para isso, foram utilizados 50 molares humanos hígidos, que receberam um corte no sentido vestibulo-lingual e tiveram a superfície de esmalte proximal preparada com lixa de granulação 600. Foi utilizada a resina composta *Clearfil Photo Anterior (Kuraray)*. Após 24h de armazenamento em água, foi realizada a termociclagem (500 ciclos entre 5 e 55°C), e em seguida foi executado o teste de cisalhamento em máquina de ensaio universal. Os resultados demonstraram que não houve diferença significativa entre os grupos, com médias entre 18,1±8,2 a 25,9±6,8MPa e predominância de falhas adesivas. A análise em MEV demonstrou na grande maioria das amostras padrão tipo II de condicionamento ácido. Os autores concluíram que o emprego conforme o fabricante do *Clearfil Liner Bond 2* apresentou uma boa adesão em esmalte, quando comparado ao condicionamento prévio; apesar de não apresentar padrões de condicionamento tão profundos e definidos quanto àqueles obtidos com o uso dos ácidos alternativos.

DeWald<sup>23</sup> (1997) estudou os diferentes meios de desinfecção e armazenamento de dentes extraídos para testes de adesão. Dentre os meios de desinfecção em seu estudo encontram-se as soluções de cloramina, formalina, a utilização de óxido de etileno e autoclave. Foi concluído que a autoclave e a cloramina são bons meios de desinfecção, pois os resultados com amostras submetidas a estes métodos em testes *in vitro* foram semelhantes aos resultados obtidos com dentes recém-extraídos que não foram submetidos a nenhum método de desinfecção.

Cardoso et al.<sup>16</sup> (1998) realizaram microtração, cisalhamento e testes de tração determinando a resistência adesiva de três sistemas adesivos: *Scotchbond Multi-Purpose (3M)*, *Single Bond (3M)*

*ESPE*) e *Etch & Prime 3.0 (Degussa)*. Trinta molares humanos foram preparados para um dos testes: nas amostras para o teste de microtração, um cilindro de resina composta *Z100 (3M)* de aproximadamente 5mm de altura foi posicionado sobre a área de dentina exposta e palitos de 0,25mm<sup>2</sup> foram cortados e submetidos ao teste. No caso do teste de tração e cisalhamento, após a aplicação do adesivo, um cilindro de 3mm de altura e 3mm de diâmetro foi construído com resina composta. Os resultados demonstraram que para os testes de cisalhamento e tração, o adesivo *Single Bond* demonstrou maiores valores de adesão do que os demais. Concluiu-se que o sistema adesivo monocomponente apresentou maiores valores de adesão do que o adesivo com *primer* autocondicionante nos testes de cisalhamento e tração.

Gordan et al.<sup>40</sup> (1998) estudaram a resistência ao cisalhamento em dentina e esmalte de dois cimentos de ionômero de vidro modificados por resina (*Fuji Bond LC - GC America* e *Vitrebond - 3M*) e dois sistemas adesivos (*Prime & Bond 2.1 - Dentsply* e *Scotchbond Multi-Purpose - 3M*). Para isso, 120 amostras em esmalte (n=60) e dentina (n=60) em molares humanos foram preparadas. Cada substrato dentário foi dividido em quatro grupos, conforme o material utilizado. Um cilindro de resina composta foi aderido na superfície e todas as amostras foram submetidas a termociclagem (500 ciclos entre 5 e 55°C) e então submetidas ao teste de cisalhamento. Os resultados mostraram que há diferenças significantes entre esmalte e dentina. Em esmalte, os adesivos resinosos tiveram valores mais altos de resistência ao cisalhamento, porém em dentina o *Vitrebond* obteve o melhor desempenho, concluindo que os cimentos de ionômero de vidro modificados por resina testados apresentaram melhor adesão em dentina do que em esmalte e os sistemas adesivos testados apresentaram melhor desempenho em esmalte.

Hayakawa et al.<sup>50</sup> (1998) avaliaram a efetividade de adesão de *primers* autocondicionantes experimentais em esmalte e dentina de dentes bovinos. Empregaram *primers* autocondicionantes em solução aquosa com várias concentrações (5%, 10%, 20% e 30%) de Phenyl-P ou HEMA a 35%. Foi utilizada no experimento, outra solução composta de MDP, com concentração de 5%, 10%, 20% e 30%, associado ao HEMA a 35%. Um grupo controle foi produzido, empregando um sistema adesivo comercial – *Tokuso Mac Bond* (*Tokuyama*) que contém ácido MAC-10 e etanol. Após o tratamento da superfície a ser submetida à adesão, foi aplicado o adesivo *Clearfil Photobond* (*Kuraray*). Foi utilizada uma área delimitada por um anel de silicone de 3,2mm de diâmetro por 2mm de altura, e aplicado uma resina composta *Clearfil AP-X* (*Kuraray*) e fotoativado. Os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24h. Uma haste metálica foi fixada na resina composta para ser submetida ao ensaio de tração numa velocidade de 2mm/min. No grupo controle, empregando *Tokuso Mac Bond*, a adesão foi de  $12 \pm 4,2$ MPa. Os corpos-de-prova, cuja percentagem do Phenyl-P era de 30%, apresentaram valores de adesão significativamente maiores do que os demais ( $28,1 \pm 4,2$ MPa). No grupo onde se utilizou o MDP com 30% chegou-se a uma média de adesão de  $23,3 \pm 2,6$ MPa. Quando observado ao MEV percebeu-se que o padrão de condicionamento superficial variou de acordo com a concentração da solução aplicada (padrão tipo I ou tipo II de Silverstone). Os autores concluíram que os *primers* contendo Phenyl-P ou MDP demonstraram boa adesão tanto ao esmalte quanto à dentina.

Iwami et al.<sup>56</sup> (1998) investigaram o efeito da umidade na superfície de esmalte e dentina na resistência ao cisalhamento de sete sistemas adesivos. Cada sistema adesivo foi aplicado em dez espécimes de dentes humanos não cariados extraídos. Os adesivos testados foram:

*Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray)*, *Scotchbond Multi-Purpose (3M)*, *Imperva Fluoro Bond (Shofu)*, *All Bond 2 (Bisco)*, *ProBond (Dentsply)*, *One-Step (Bisco)* e *Super Bond D-Liner II (Sun Medical)*. As superfícies foram regularizadas utilizando discos de granulação 600, os dentes foram incluídos em um cilindro metálico imerso em resina acrílica e uma fita adesiva com um orifício de 2mm de diâmetro padronizou a área de aplicação dos sistemas adesivos. A utilização dos sistemas adesivos seguiu as recomendações dos fabricantes, exceto a preparação das superfícies a serem utilizadas quanto à umidade, ou sejam: superfície úmida – foi seca utilizando somente uma mecha de algodão, para remoção do excesso de água; superfície semi-seca – jato de ar por 3s; superfície totalmente seca – jato de ar por 15s. As amostras receberam aplicação das resinas compostas *Clearfil AP-X (Kuraray)*, *Lite Fil II (Shofu)*, *Z100 (3M)*, *Elite Fil (Bisco)* e *Prisma TPH (Dentsply)* e foram submetidas ao ensaio de cisalhamento. Os resultados demonstraram que em esmalte não houve diferença significativa entre os adesivos testados. No entanto, nas amostras em dentina, os sistemas adesivos que tinham acetona como solvente apresentaram valores de resistência maiores em amostras úmidas ou semi-secas. Os autores concluíram que uma pequena quantidade de água pode ser necessária na superfície dentinária para que os adesivos atinjam altos valores de resistência, porém em esmalte, os métodos de secagem não alteraram a resistência dos adesivos testados.

Mussolino et al.<sup>71</sup> (1998) estudaram a resistência ao cisalhamento de um selante (*Fluroshield – Dentsply*) associado a componentes de um sistema adesivo (*ProBond – Dentsply*). Cilindros de selante, padronizados, foram unidos ao esmalte das superfícies vestibulares de incisivos bovinos. As coroas dos dentes foram hemiesseccionadas no terço médio, no sentido mesio-distal, de modo a obterem-se duas secções, uma cervical e outra incisal. Estas secções



foram desgastadas para de ter uma superfície de esmalte plana. No grupo I, após o condicionamento ácido, aplicou-se o selante; no grupo II, antes da aplicação do selante, uma camada do *primer* do *ProBond* foi aplicada; no grupo III, após o *primer*, aplicou-se o adesivo do *ProBond* e no grupo IV, somente o adesivo foi aplicado antes do selante. A análise estatística, após os testes de cisalhamento, revelou significativa diminuição dos valores de resistência adesiva quando o *primer* foi aplicado previamente ao selante; enquanto a resistência adesiva do selante foi semelhante quando o adesivo foi aplicado, com ou sem *primer*. A adesão do selante ao esmalte foi maior no terço incisal do que no terço cervical da coroa.

Swift et al.<sup>99</sup> (1998) realizaram um estudo sobre a resistência adesiva em esmalte dos seguintes adesivos: *Single Bond* (3M), *One-Step* (Bisco), *Optibond Solo* (Kerr), *Prime & Bond 2.1* (Dentsply), *Syntac Single-Component* (Vivadent) e *Tenure Quick* (Den-Mat). Incisivos bovinos foram armazenados em solução de cloramina a 0,5% e preparados com lixas de granulações 120 a 600. Os espécimes receberam cilindros de resina composta *Z100* (3M) e foram submetidos ao teste de cisalhamento sob velocidade de 0,5mm/min. Os resultados demonstraram que os valores médios de resistência adesiva variaram de  $14,2 \pm 5,0$  a  $27,8 \pm 4,3$ MPa. O sistema adesivo com menor resistência ao cisalhamento foi o *Syntac Single-Component*. Todos os demais adesivos não tiveram valores estatisticamente diferentes entre eles. Os valores mais altos foram obtidos pelos adesivos *Prime & Bond 2.1* e *Single Bond*.

Com o propósito de mensurar a resistência de adesão à tração em várias porções do dente humano (esmalte e dentina) e observar a interface em MEV, Yoshiyama et al.<sup>117</sup> (1998) avaliaram dois sistemas adesivos com *primers* autocondicionantes (*Clearfil Liner Bond 2-Kuraray* e *Fluoro Bond - Shofu*). Utilizaram doze dentes humanos, os quais foram desgastados na superfície vestibular, expondo a dentina

coronária e radicular e o esmalte, para aplicação dos sistemas adesivos segundo indicação dos fabricantes. A resina composta *Lite Fil II (Shofu)* foi aplicada sobre a superfície adesiva. Após armazenamento em água a 37°C por 24h, os dentes foram seccionados perpendicularmente à superfície adesiva e submetidos ao teste de microtração. Os adesivos demonstraram maior resistência adesiva à dentina (coronária, cervical e radicular) do que ao esmalte e à dentina apical. Os autores concluíram que os sistemas adesivos com *primers* autocondicionantes produziram uma boa adesão em dentina coronária, cervical e radicular, mas a adesão ao esmalte e à dentina apical pode ser deficiente.

Com a finalidade de avaliar a resistência ao cisalhamento de dois sistemas adesivos *Scotchbond Multi-Purpose Plus (3M)* e *Etch & Prime 3.0 (Degussa)* à dentina bovina, antes e após ciclagem térmica, Amendola<sup>4</sup> (1999) utilizou incisivos bovinos, que tiveram a superfície vestibular desgastada para a exposição da dentina. Os espécimes foram divididos em dois grupos de acordo com o sistema adesivo utilizado e posteriormente foram restaurados com a resina composta *Z100 (3M)*. Os grupos foram subdivididos em dois subgrupos: a) submetidos ao ensaio de cisalhamento após 24h e b) receberam 500 ciclos térmicos (entre 5 e 55°C) antes dos ensaios de cisalhamento. O ensaio mecânico foi realizado a velocidade de 0,5mm/min, e as superfícies fraturadas foram analisadas em estereomicroscópio. Os resultados demonstraram que os valores de resistência de união dos sistemas adesivos avaliados não apresentaram diferenças estatisticamente significativas e que a utilização da termociclagem não influenciou a resistência adesiva. O *Scotchbond Multi-Purpose Plus* apresentou predominância de falhas adesivas, enquanto que o *Etch & Prime 3.0* apresentou predominância de falhas mistas, seguidas de falhas adesivas.

Barkmeier et al.<sup>9</sup> (1999) avaliaram a resistência ao cisalhamento do sistema adesivo *Prime & Bond 2.1* (Dentsply) tanto em esmalte quanto em dentina, porém com variadas formas de aplicação, no que se refere ao número de camadas do adesivo. Para isso, 90 molares humanos foram utilizados (60 para análise em dentina e 30 em esmalte). Os dentes foram preparados utilizando lixa d'água de granulação 600. As amostras foram divididas nos grupos conforme a superfície (esmalte ou dentina) e o número de camadas do adesivo (uma ou duas), foram submetidas a termociclagem (640 ciclos entre 5 e 55°C) e foi realizado o ensaio de cisalhamento. Os resultados demonstraram que as diferentes técnicas não apresentaram diferença estatisticamente significativa. A resistência adesiva em esmalte variou de  $29,2 \pm 5,4$  a  $29,8 \pm 5,0$  MPa.

Benderli et al.<sup>10</sup> (1999) realizaram um estudo sobre a resistência ao cisalhamento de esmalte normal e fluoretado (aplicação de fluorfosfato acidulado a 1,23% por 4min) sob diferentes condições de contaminação. Para isso, os autores utilizaram 100 terceiros molares divididos em dois grupos básicos (esmalte normal e fluoretado), e então os subdividiram de acordo com a condição de contaminação: amostras não contaminadas e amostras contaminadas com saliva artificial, as quais foram lavadas ou apenas secas após a contaminação. Foram utilizados para o condicionamento os ácidos maleico a 10% ou fosfórico a 37% por 15s. O sistema adesivo utilizado foi o *Scotchbond Multi-Purpose* (3M) com a resina *Z100* (3M). Os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento e os resultados revelaram que no grupo do esmalte fluoretado não houve diferença entre as amostras contaminadas ou não contaminadas. No grupo do esmalte normal, não houve redução dos valores de resistência ao cisalhamento quando as amostras foram lavadas e secas. Os autores concluíram que a contaminação por saliva pode não ser um fator de risco ao sucesso da adesão em esmalte fluoretado e esmalte normal, se a superfície for lavada e seca

imediatamente após a contaminação. Além disso, o condicionamento do esmalte normal com ácido fosfórico na presença de contaminação pode resultar em maiores valores de resistência do que o condicionamento com ácido maleico.

Devaney et al.<sup>22</sup> (1999) compararam os adesivos com carga e sem carga no que se refere à resistência ao cisalhamento em esmalte. Neste estudo, os adesivos *Optibond FL - Kerr* (com carga), *Optibond Solo - Kerr* (com carga), *Permaquick PQ1 - Ultradent* (com carga), *Prime & Bond NT - Dentsply* (com carga) e *Prime & Bond 2.1 - Dentsply* (sem carga) foram aplicados em 100 incisivos bovinos e divididos em dois subgrupos: esmalte seco e úmido. Todas as amostras receberam termociclagem (500 ciclos entre 5 e 55°C) e foram submetidas ao teste de cisalhamento. Os resultados mostraram que o adesivo *Prime & Bond 2.1* (sem carga) apresentou maior resistência adesiva do que os demais adesivos, concluindo-se que os adesivos com carga podem não apresentar uma resistência adesiva tão alta em esmalte quanto os adesivos sem carga.

Fritz e Finger<sup>36</sup> (1999) compararam a resistência adesiva de dois sistemas com *primers* autocondicionantes (*Etch & Prime 3.0 - Degussa* e *Clearfil Liner Bond 2 - Kuraray*) e um sistema monocomponente (*Gluma One Bond - Kulzer*), utilizando a técnica de condicionamento total. No esmalte, a técnica única com o *Etch & Prime 3.0* e o *Clearfil Liner Bond 2* tiveram força adesiva significativamente menor do que com *Gluma One Bond*. Os espécimes condicionados com *Clearfil Liner Bond 2* e *Gluma One Bond*, apresentaram falha coesiva no esmalte. Os autores afirmaram que o *Etch & Prime 3.0* apresenta-se como um sistema de dissolução da *smear layer* em um único passo, o qual contém um *primer* fotoativado com ácido forte (pH 0,6) cujo componente é o tetra-metacriloxietilpiro fosfato. Aparentemente, este tipo

de ácido é agressivo, mas na realidade, será neutralizado quando entrar em contato com superfícies que contenham apatita. A MEV demonstrou que o condicionamento com o *Etch & Prime 3.0* apresentou um padrão dos prismas de esmalte e superfícies dentinárias livres de *smear layer* e *smear plug*. O *Clearfil Liner Bond 2* é um sistema que possui como agente condicionante o Phenyl-P, o qual ao agir com a apatita, apresentou um padrão de condicionamento semelhante ao *Etch & Prime 3.0*. O *Gluma One Bond* é um adesivo monocomponente à base de acetona, recomenda-se seu uso com técnica de condicionamento total, preferencialmente com ácido fosfórico a 20%. Padrões normais de condicionamento do esmalte foram observados.

Kanemura et al.<sup>59</sup> (1999) estudaram a resistência a tração de diferentes sistemas adesivos - *One-Step (Bisco)*, *Single Bond (3M ESPE)*, *Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray)* e *Tokuso Mac Bond 2 (Tokuyama)* - em esmalte preparado e esmalte intacto, além de análise em MEV. A superfície do esmalte foi desgastada com pontas diamantadas e condicionadas com ácido fosfórico (32% e 35%), lavadas com água por 15s. Após o condicionamento ácido do esmalte intacto, as superfícies apresentaram-se muito porosas, e numerosos cristais de esmalte puderam ser observados. Já com os *primers* autocondicionantes, não observaram profunda desmineralização na superfície do esmalte, embora algumas porosidades tenham sido observadas após o uso do *primer* do *Clearfil Liner Bond 2* por 30s. A superfície de esmalte desgastada com ponta diamantada foi coberta por uma camada de *smear layer*. Esta camada foi removida quando se condicionou a superfície com ácido fosfórico por 15s, resultando em estruturas semelhantes a favos de mel, com pequenas diferenças entre o ácido fosfórico a 32% e 35%. Os *primers* autocondicionantes não apresentaram um padrão de condicionamento limpo, em algumas áreas foi observada uma camada de *smear layer* remanescente, e não foram claramente observadas

diferenças morfológicas no condicionamento do esmalte. Os resultados do ensaio mecânico demonstraram que os sistemas monocomponentes, que necessitam de condicionamento prévio com ácido fosfórico, produziram uma adesão adequada da resina composta ao esmalte preparado e intacto. Os sistemas com *primers* autocondicionantes apresentaram boa adesão ao esmalte preparado, porém apresentaram menores valores de resistência à tração no esmalte intacto.

Hannig et al.<sup>45</sup> (1999) investigaram a resistência adesiva de compósitos ao esmalte e a adaptação marginal de restaurações classe II em resina composta utilizando três *primers* autocondicionantes, comparando-os a técnica convencional com ácido fosfórico mais aplicação de adesivo. Na primeira parte do estudo, 24 dentes bovinos recém extraídos receberam aplicações dos adesivos e as respectivas resinas: *Clearfil Liner Bond 2 + Clearfil AP-X (Kuraray)*; *Etch & Prime 3.0 + Degufill (Degussa)*; *Resulcin Aqua Prime + Monobond + Ecusit (Merz)* e condicionamento com ácido fosfórico a 37% + *Monobond + Ecusit (Merz)*. Todas as amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento. Na segunda parte do estudo, restaurações de cavidades classe II foram confeccionadas com os mesmos materiais descritos acima e submetidas a termociclagem e ciclagem mecânica, e então analisadas em MEV. Os resultados demonstraram não haver diferenças significantes entre os grupos testados e os autores concluíram que os *primers* autocondicionantes podem ser uma boa alternativa à técnica com condicionamento ácido.

Hara et al.<sup>46</sup> (1999) analisaram a resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos hidrofílicos ao esmalte dental. Para isso, 120 incisivos bovinos foram preparados utilizando lixas d'água de granulação 320, 400 e 600, e foram divididos aleatoriamente em quatro grupos de acordo com o adesivo utilizado: *Scotchbond Multi-Purpose*

(3M), *Stae (SDI)*, *Single Bond (3M ESPE)* e *Etch & Prime 3.0 (Degussa)*. Foram utilizados cilindros de resina composta *Z100 (3M)* e as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento. Os resultados demonstraram que o sistema adesivo com *primer* autocondicionante *Etch & Prime 3.0* apresentou médias inferiores aos demais sistemas adesivos testados, não promovendo valores adequados de adesão em esmalte.

Miyazaki et al.<sup>68</sup> (1999) avaliaram a influência do tempo de secagem de *primers* autocondicionantes na resistência adesiva ao esmalte. Foram utilizados três *primers* autocondicionantes: *Fluoro Bond (Shofu)*; *Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray)* e *Tokuso Mac Bond 2 (Tokuyama)*. Incisivos bovinos tiveram a superfície do esmalte preparada com lixa d'água de granulação 600 e esta superfície foi seca com ar comprimido por 0, 2, 5, 10, 20 e 30s antes da aplicação dos agentes adesivos. Os adesivos foram aplicados conforme as recomendações dos fabricantes. As amostras receberam blocos de resina composta (4mm x 2mm) e foram submetidas ao teste de cisalhamento. Os resultados demonstraram que os valores de resistência adesiva no esmalte variaram de  $8,2 \pm 3,2$ MPa (*Clearfil Liner Bond 2*) a  $19,4 \pm 2,2$ MPa (*Tokuso Mac Bond 2*). O *primer* autocondicionante *Clearfil Liner Bond 2* foi o mais afetado pelo tempo de secagem e os autores concluíram que a resistência ao cisalhamento destes materiais pode ser afetada pelo tempo de secagem da superfície antes da aplicação do agente adesivo. Foi observado na eletromicrografias que o condicionamento da superfície do esmalte cria uma zona com aspecto poroso, onde se estabelecem microrretenções. Os *primers* autocondicionantes não devem ser lavados, nem secos por tempos longos, caso contrário, ocorre um imperfeito condicionamento da superfície do esmalte. Em contrapartida, a falta de secagem também leva a padrões de força adesiva não satisfatórios, isto porque solventes como a água e o etanol podem agir como inibidores da polimerização do agente adesivo. Após a secagem dos *primers* autocondicionantes, não foi

observada uma superfície esbranquiçada da área condicionada, o que dificultou a capacidade de identificação do condicionamento.

Swift et al.<sup>100</sup> (1999) avaliaram seis agentes adesivos monocomponentes e como condicionante para todos os grupos utilizaram o ácido fosfórico a 35% por 15s, sendo lavado com água por 10s e o excesso seco com tiras de papel. Neste estudo afirmaram que solventes como acetona e etanol removem a umidade residual e aumentam o molhamento da resina sobre o esmalte condicionado. Os autores sugerem que o melhor solvente é a acetona, pois é a substância que melhor desloca água da superfície do dente.

Jain & Stewart<sup>57</sup> (2000) investigaram o efeito do *primer* dentinário na resistência ao cisalhamento dos adesivos *Scotchbond Multi-Purpose (3M)*, *Optibond FL (Kerr)* e *Single Bond (3M ESPE)* ao esmalte úmido ou seco. Para isso, 100 molares humanos armazenados em solução de azida sódica 0,2% foram preparados utilizando lixas de granulações 320, 400 e 600. Foram aplicados os adesivos em associação à resina composta *Z100 (3M)* e metade das amostras foi seca com ar da seringa tríplice, conforme recomendação do fabricante e a outra metade foi deixada úmida após aplicação do ácido fosfórico. Todas as amostras receberam termociclagem (300 ciclos entre 5 e 55°C) e foram submetidas ao teste de cisalhamento. A análise das fraturas foi feita por microscopia de luz (20x) e as amostras foram preparadas para MEV. Os resultados demonstraram que a umidade em esmalte não afetou significativamente a resistência adesiva somente para o *Single Bond*. A maior parte das amostras teve fratura coesiva. A análise por MEV corroborou os resultados obtidos nos ensaios de resistência adesiva, pois as amostras úmidas tiveram pouca penetração do adesivo no esmalte previamente condicionado.



Kitasako et al.<sup>60</sup> (2000) realizaram um trabalho *in vivo*, empregando macacos, com o objetivo de avaliar a biocompatibilidade e a resistência de união a microtração de um sistema adesivo experimental autocondicionante (*TOF-1 – Tokuyama*). Foram realizadas restaurações de classe V na superfície vestibular de 36 dentes, e as alterações histopatológicas foram observadas após 3, 30 e 90 dias da realização do procedimento restaurador. Fizeram a avaliação da resistência adesiva após 3 e 90 dias da conclusão das restaurações. Somente 2 das 30 amostras pulpares apresentaram uma ligeira infiltração de células inflamatórias; a espessura média da dentina remanescente, observada histopatologicamente, foi de 0,77mm. Não houve diferença estatisticamente significativa na incidência de células inflamatórias entre os diferentes períodos de observação. A penetração de bactérias ao longo das paredes cavitárias não foi notada em nenhum espécime. O valor da resistência de união após três dias foi de  $20,6 \pm 3,5$ MPa, e após noventa dias  $14,9 \pm 3,2$ MPa, ou seja, houve uma diminuição significativa. Concluíram que a aplicação do sistema adesivo experimental em macacos apresentou compatibilidade biológica aceitável, embora tenham sido observadas diferenças significativas nos valores de resistência de união. Relataram que o material proporciona um selamento hermético, eliminando a infiltração bacteriana.

Rosa e Perdigão<sup>87</sup> (2000) determinaram a resistência adesiva de diferentes sistemas adesivos ao esmalte e à dentina. Foram utilizados 240 dentes bovinos, que foram divididos em dois grandes grupos (esmalte e dentina) e então subdivididos em 6 grupos, conforme o sistema adesivo utilizado: *Prompt L-Pop (3M ESPE)*; *Prime & Bond NT (Dentsply)* sem condicionamento ácido; *NRC + Prime & Bond NT*; condicionamento com ácido fosfórico + *Prime & Bond NT*; *Prime & Bond 2.1 (Dentsply)* sem condicionamento ácido; e ácido fosfórico + *Prime & Bond 2.1*. As amostras receberam a resina composta *TPH (Dentsply)* ou o

compômero *Dyract AP* (*Dentsply*). Todas as amostras foram termocicladas (500 ciclos entre 5 e 55°C) e submetidas ao ensaio de cisalhamento. Os resultados demonstraram que em esmalte os valores de resistência ao cisalhamento variaram de  $6,4\pm 1,6$  a  $24,2\pm 5,3$ MPa. O grupo com valores mais altos foi o *Prime & Bond 2.1* com condicionamento ácido prévio em esmalte. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fosfórico permanece como o condicionador ideal em superfícies de esmalte.

Sinhoreti et al.<sup>95</sup> (2000) avaliaram os aspectos morfológicos e resistência ao cisalhamento em função dos condicionantes de esmalte e dentina. Foram desgastados cinquenta dentes, sendo vinte e cinco em esmalte e vinte e cinco em dentina. Cada grupo foi subdividido conforme o tratamento aplicado: a) condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15s; b) condicionamento com ácido maleico a 10% por 15s; c) aplicação do *primer* autocondicionante *Etch & Prime 3.0* (*Degussa*); aplicação do *primer* autocondicionante *Solist* (*DMG*); esmalte e dentina foram mantidos hígidos (controle). Sob MEV, observou-se que o ácido fosfórico apresentou maior dissolução de esmalte e remoção de *smear layer* em dentina, seguido pelo ácido maleico e pelos sistemas com *primers* autocondicionantes. Posteriormente, os dentes foram desgastados por vestibular até surgir uma superfície plana de 5mm, com lixas de granulação 600. Essas superfícies foram submetidas aos tratamentos descritos acima e foi fixado um cilindro de resina composta *Z100* (*3M*), para teste de cisalhamento em máquina de ensaio universal. O sistema *Etch & Prime 3.0* foi utilizado conforme preconiza o fabricante, mas também utilizou em outro grupo o condicionamento prévio com ácido fosfórico a 35% por 15s. Os resultados demonstraram que o grupo onde se utilizou o *Etch & Prime 3.0* com condicionamento ácido prévio obteve adesão superior ( $7,21\pm 1,20$ MPa), se comparado ao outro grupo onde se obedeceu as recomendações do fabricante ( $4,43\pm 0,93$ MPa).

Pashley e Tay<sup>78</sup> (2001) realizaram um estudo sobre a agressividade de sistemas autocondicionantes em esmalte. Para isso, cúspides de molares humanos foram tratadas com *Clearfil Mega Bond* (Kuraray) ou *NRC + Prime & Bond NT* (Dentsply) ou *Prompt L-Pop* (3M ESPE). O grupo controle foi condicionado com ácido fosfórico a 32% por 15s e aplicado o adesivo monocomponente *All-Bond 2* (Bisco). As amostras foram completamente desmineralizadas e analisadas para a verificação da extensão da infiltração resinosa. Um segundo grupo de amostras, tratadas com os mesmos sistemas adesivos, recebeu uma restauração com a resina composta *Z100* (3M) e foi submetido aos testes de microtração. Os resultados demonstraram que os sistemas autocondicionantes produziram baixa resistência a microtração ao esmalte quando comparados ao grupo controle e que não existiu correlação entre o grau de agressividade do agente condicionante e a resistência adesiva dos sistemas testados.

Miyazaki et al.<sup>69</sup> (2001) estudaram a resistência ao cisalhamento de diferentes sistemas adesivos autocondicionantes (*Imperva Fluoro Bond - Shofu* e *One-Up Bond F - Tokuyama*) em comparação a um sistema adesivo monocomponente com condicionamento ácido prévio (*Single Bond - 3M ESPE*). Dentes bovinos receberam cilindros de resina composta (*Z100 - 3M* ou *Palfique Estelite - Tokuyama*) ou de compômero (*F2000 - 3M*). Os resultados demonstraram que os sistemas autocondicionantes apresentaram menores valores médios de resistência da união do que o sistema monocomponente.

Fritz et al.<sup>35</sup> (2001) realizaram um estudo sobre a resistência ao cisalhamento de três sistemas com *primers* autocondicionantes (*Clearfil SE Bond*, *Clearfil Liner Bond 2V* e *Novabond*) e dois adesivos com condicionamento ácido prévio (*Gluma Confort Bond*

e *Kurasper F*) ao esmalte. Para isso, sessenta incisivos superiores, armazenados em solução de cloramina a 1%, foram incluídos em resina epóxi de presa lenta em molde cilíndricos de borracha. Superfícies de esmalte planas foram obtidas por meio de lixas de granulações 240, 320, 400 e 600, para a obtenção de uma área de 3,5mm de diâmetro para a adesão. Os adesivos foram aplicados e foram utilizadas resinas compostas recomendadas pelos fabricantes. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24h e foram submetidas ao ensaio de cisalhamento. O tipo de falha foi analisado por um microscópio de luz (40x) e MEV foi realizada para estudo da morfologia do esmalte após aplicação dos *primers* autocondicionantes. A estatística não revelou diferença entre os grupos. As médias  $\pm$  desvio padrão variaram de 22,4 $\pm$ 3,2 a 24,7 $\pm$ 3,6MPa e 60% das amostras apresentaram fraturas coesivas em esmalte. Os autores concluíram que a capacidade adesiva dos *primers* autocondicionantes é tão boa quanto dos adesivos tradicionais.

A influência da velocidade aplicada em ensaios de cisalhamento na resistência adesiva de resina-dentina foi avaliada por Hara et al.<sup>47</sup> (2001). Incisivos bovinos foram cortados e uma área circular de 4mm de diâmetro em dentina foi exposta por meio de lixas d'água de granulações 320, 400 e 600. Todas as amostras receberam condicionamento com ácido fosfórico a 35% e aplicação de duas camadas consecutivas de *Single Bond (3M ESPE)*. As amostras foram aleatoriamente divididas em grupos com trinta dentes cada e diferentes velocidades foram estabelecidas para os testes de cisalhamento: 0,50; 0,75; 1,00 e 5,00mm/min. As velocidades de 0,50 e 0,75mm/min resultaram em um maior número de falhas adesivas, e os autores concluíram que preferencialmente uma destas velocidades deveria ser utilizada nos ensaios de cisalhamento.

Aguilar et al.<sup>3</sup> (2001) analisaram a resistência à tração dos sistemas adesivos *Scotchbond Multi-Purpose (3M)*, *Optibond FL (Kerr)*, *Amalgambond Plus* e *Optibond Dual (Kerr)* e os efeitos da aplicação do *primer* e da termociclagem no esmalte. Para isso, 96 pré-molares hígidos foram armazenados por 15 dias em solução de formalina a 10%. As amostras foram divididas aleatoriamente em 16 grupos (com seis dentes cada), abrangendo todas as combinações dos fatores de estudo: sistema adesivo, *primer* e estresse térmico. Os sistemas adesivos foram aplicados conforme as recomendações do fabricante na superfície vestibular não preparada, com o objetivo de simular as condições bucais. A resina composta *Z100 (3M)* foi aplicada à superfície através de um cone de metal vazado, previamente preso à superfície do esmalte. Metade das amostras foi submetida a termociclagem (3.000 ciclos) e a outra metade armazenada em água destilada a 37°C. Os resultados estatísticos demonstraram que a resistência à tração não é afetada pela aplicação do *primer*, nem pela termociclagem ou pela utilização dos diferentes sistemas adesivos estudados.

Com a finalidade de avaliar a resistência de adesão ao cisalhamento de uma resina, ao esmalte e à dentina, utilizando três sistemas adesivos (dois deles contendo *primers* autocondicionantes) e também a capacidade de molhamento (medindo o ângulo de contato) dos respectivos *primers* dos sistemas adesivos na dentina superficial e profunda, Toledano et al.<sup>101</sup> (2001), utilizaram trinta molares humanos extraídos sem cárie. A mensuração do ângulo de contato foi feita através da técnica *ADSA-CD* (Análise da assimetria da forma da gota - diâmetro e contato) onde o diâmetro de contato da gota foi determinado por uma imagem de vídeo e transferida para um computador que fazia a mensuração do ângulo de contato. Outras propriedades físicas também foram avaliadas: a densidade (com a avaliação do peso e do volume); o pH e a viscosidade dos *primers*. Os dentes foram seccionados na junção

amelo-dentinária, paralelamente à superfície oclusal; a dentina foi desgastada com lixa de granulação 600 e os espécimes divididos em grupos. Os *primers* utilizados foram aqueles dos sistemas adesivos *Scotchbond Multi-Purpose Plus - 3M* (grupo 1), *Clearfil SE Bond - Kuraray* (grupo 2) e *Etch & Prime - Degussa* (grupo 3). Após as avaliações das propriedades em dentina superficial, os molares foram novamente seccionados a aproximadamente 1,1mm do seccionamento anterior, sendo o mesmo procedimento repetido na dentina profunda. Para os testes de resistência de união ao cisalhamento em dentina, também utilizaram a dentina superficial e profunda, e para teste de cisalhamento em esmalte, utilizaram 30 incisivos bovinos que foram desgastados na superfície vestibular com lixa de granulação 800, planificando a superfície do esmalte. Uma superfície de 4mm de diâmetro foi delimitada para a adesão e os sistemas adesivos aplicados de acordo com as especificações do fabricante. A resina composta foi inserida em incrementos de 1 a 1,5mm e a espessura total foi de aproximadamente 3mm. Para cada adesivo foi utilizado um tipo de resina (*Clearfil SE Bond - Clearfil AP-X*, *Etch & Prime - Degufill*, *Scotchbond Multi-Purpose Plus - Z100*). Todos os espécimes foram estocados em água a 37°C por 24h e termociclados; em seguida o teste de cisalhamento foi conduzido utilizando a máquina *Instron*, operando numa velocidade de 0,75mm/min. Os resultados demonstraram não haver diferenças entre os ângulos de contatos na dentina superficial e profunda. O *Clearfil SE Bond* e o *Etch & Prime* não apresentaram diferenças estatísticas significativas, porém demonstraram um ângulo de contato maior do que o *Scotchbond Multi-Purpose Plus*. Em esmalte, o *Etch & Prime* resultou em força de adesão mais baixa, mas não foram encontradas diferenças estatísticas significativas em relação ao *Scotchbond Multi-Purpose Plus*. Na dentina, o *Clearfil SE Bond* resultou em força de adesão significativamente maior. Os autores concluíram que o uso de *primers* autocondicionantes pode ser uma alternativa para o convencional uso de ácido fosfórico nas técnicas

restauradoras adesivas com resinas para esmalte e dentina, reduzindo os passos e o tempo de trabalho para os procedimentos de adesão. O *Clearfil SE Bond* demonstrou a maior força de adesão ao cisalhamento, tanto na dentina quanto no esmalte.

A possibilidade de adesão em esmalte por meio de sistemas adesivos com *primers* autocondicionantes, que dispensam o condicionamento ácido prévio, motivou a pesquisa de Oliveira<sup>76</sup> (2001) que avaliou a resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes no esmalte de dentes bovinos. Foram utilizados sessenta dentes bovinos divididos em três grupos, de acordo com o sistema adesivo: a) *Clearfil SE Bond* (Kuraray); b) *Etch & Prime 3.0* (Degussa); c) *Scotchbond Multi-Purpose* (3M). Os dentes foram incluídos em resina acrílica autopolimerizada, tiveram a superfície de esmalte planificada por meio de pontas diamantadas, e em seguida, foi aplicada a resina composta *Herculite XRV* (Kerr) com 5mm de diâmetro por 3mm de altura. Os corpos-de-prova foram armazenados em cuba umidificadora (umidade relativa 100%) em temperatura ambiente por 7 dias, e posteriormente submetidos ao teste de cisalhamento em máquina universal de ensaios. Os resultados, expressos em MPa, demonstraram diferenças significantes entre os grupos, com valores médios de resistência adesiva do *Clearfil SE Bond* ( $15,77 \pm 2,36$ ) superiores ao *Scotchbond Multi-Purpose* ( $13,06 \pm 2,83$ ), seguido pelo *Etch & Prime 3.0* ( $4,51 \pm 1,08$ ). O autor concluiu que o sistema com *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond* pode ser aplicado com segurança ao esmalte, no entanto, o outro *primer* autocondicionante testado *Etch & Prime 3.0* apresentou uma adesão deficiente.

Kaaden et al.<sup>58</sup> (2002) mediram a resistência à tração de três sistemas adesivos autocondicionantes em três diferentes substratos: esmalte; dentina superficial (2 a 2,5mm da polpa) e profunda (0,5 a 1mm

da polpa). Quarenta e cinco molares humanos foram seccionados no sentido mésio-distal, desgastados com lixa d'água 600, e divididos em 3 grupos (n=30) de acordo com o substrato dental. Em seguida, foram subdivididos em 3 grupos (n=10), de acordo com o adesivo utilizado: SE) *primer* autocondicionante – *Clearfil SE Bond* (Kuraray); LP) adesivo autocondicionante – *Prompt L-Pop* (ESPE) e EP) adesivo autocondicionante – *Etch & Prime 3.0* (Degussa). A resina composta *Pertac II* (ESPE) foi inserida por meio de um molde com 3mm de diâmetro e fotoativada por 40s. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h, para posterior teste de tração em máquina de ensaios universal. Os resultados, expressos em MPa, demonstraram que em esmalte, as medianas de resistência adesiva foram: SE- 29,1; LP- 22,4 e EP- 21,5. Em dentina superficial: SE- 27,3; LP- 8,4 e EP- 3,2. Em dentina profunda: SE- 20,2; LP- 5,7 e EP- 1,3. Os autores concluíram que os adesivos testados aderiram eficientemente ao esmalte, mas apenas os *Clearfil SE Bond* obteve uma adesão adequada à dentina superficial e profunda.

Miyazaki et al.<sup>67</sup> (2002) avaliaram o efeito do método de aplicação de *primers* autocondicionantes bem como a termociclagem na resistência ao cisalhamento ao esmalte. Quatrocentos e cinquenta incisivos mandibulares bovinos foram divididos aleatoriamente conforme os sistemas adesivos utilizados: *Imperva Fluoro Bond* (Shofu); *Tokuso Mac Bond 2* (Tokuyama), *Clearfil Liner Bond 2* (Kuraray) e *Clearfil SE Bond* (Kuraray). As amostras foram subdivididas conforme a realização de ciclagem térmica ou não, variando o número de ciclos térmicos de 3.000 a 10.000. Após o ensaio mecânico, os resultados demonstraram que a aplicação ativa resultou em maior resistência adesiva, porém houve uma diminuição dos valores de resistência ao cisalhamento conforme aumentaram o número de ciclos térmicos.



Strukowska et al.<sup>97</sup> (2002) compararam a força de resistência ao cisalhamento da dentina e esmalte obtida *in vitro*, utilizando vários sistemas adesivos autocondicionantes. A força de resistência ao cisalhamento foi medida em dentes humanos extraídos, que foram embutidos em resina acrílica e desgastados (lixa de granulação 320) para expor a dentina e o esmalte. Na superfície desgastada aplicaram os sistemas adesivos: *One-Up Bond F* (Tokuyama), *Prompt L-Pop* (3M ESPE), *Clearfil SE Bond* (Kuraray), *Etch & Prime* (Degussa) e o Sistema Adesivo Experimental Autocondicionante (*Bisco*), seguindo as instruções do fabricante. A resina composta *Bisfil All Purpose* (*Bisco*) foi utilizada na superfície tratada com os adesivos. As amostras foram armazenadas em água a 37°C por 24h. Para o teste de cisalhamento utilizaram a máquina *Instron* com velocidade de 5mm/min. A força de resistência ao cisalhamento média, registrada em MPa, foi, respectivamente, para dentina e esmalte: *One-Up Bond F* - 18,0±3,3 e 14,8±3,2; *Prompt L-Pop* - 13,6±2,5 e 11,8±2,4; *Clearfil SE Bond* - 25,0±3,0 e 21,7±2,7; *Etch & Prime* - 12,5±2,2 e 9,8±2,9; Adesivo Experimental Autocondicionante - 26,5±2,1 e 23,2±3,5. Concluíram que os sistemas adesivos Experimental Autocondicionante e *Clearfil SE Bond* mostraram médias de resistência adesiva excelentes, tanto na superfície de dentina quanto na superfície de esmalte, enquanto para os adesivos *One-Up Bond F*, *Prompt L-Pop* e *Etch & Prime* observaram uma resistência adesiva menor. Em todos os casos, a resistência adesiva no esmalte foi ligeiramente menor do que na dentina.

Nikaido et al.<sup>74</sup> (2002) avaliaram o efeito da termociclagem e da ciclagem mecânica na resistência adesiva de um *primer* autocondicionante à dentina. Vinte e quatro molares humanos foram divididos em diferentes grupos, conforme o tratamento da superfície dentinária (planificação ou não, termociclagem ou não, ciclagem mecânica ou não). Em todas as amostras o sistema adesivo *Clearfil Liner Bond 2V*

(*Kuraray*) foi aplicado. Os resultados demonstraram que a fadiga cíclica, resultado de testes de ciclagem, pode diminuir a resistência adesiva entre resina e dentina.

Pucci<sup>84</sup> (2002) desenvolveu um trabalho para avaliar, comparativamente, a resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos convencionais com e sem a remoção do colágeno com hipoclorito de sódio a 10% e adesivos autocondicionantes. Foram utilizados 48 molares humanos, seccionados num plano axial, separando-os em duas metades, que foram embutidas em blocos de resina acrílica. A superfície dentinária foi exposta com lixas de granulação decrescente para padronizar a *smear layer* e expor a dentina até a espessura de 2mm. Os espécimes foram divididos em 6 grupos, de acordo com o sistema adesivo e o tratamento dentinário realizado: 1) adesivo autocondicionante *One-Up Bond F* (*Tokuyama*); 2) *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond* (*Kuraray*); 3) *Single Bond* (*3M ESPE*); 4) *Scotchbond Multi-Purpose Plus* (*3M*); 5) após o condicionamento ácido foi utilizado o hipoclorito de sódio a 10% (*AD Gel – Kuraray*) por 1min e, em seguida foi utilizado o *Single Bond*; 6) *AD Gel + Scotchbond Multi-Purpose Plus*. A resina composta utilizada foi a *Z100* (*3M*). Os espécimes foram submetidos a ensaio de cisalhamento em máquina de ensaios *Instron*, com velocidade de 0,5mm/min. Os resultados demonstraram os seguintes valores em MPa: grupo 5- 17,82; grupo 1- 17,35; grupo 4- 17,21; grupo 6- 14,16. Foi concluído que o sistema com *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond* apresentou resistência adesiva significativamente maior do que o adesivo autocondicionante *One-Up Bond F* de aplicação em passo único.

Shimada et al.<sup>91</sup> (2002) estudaram o comportamento dos sistemas adesivos *Clearfil SE Bond* (*Kuraray*) e *Single Bond* (*3M ESPE*) no esmalte decíduo, comparando-o com o esmalte permanente no teste de microcisalhamento. As amostras também foram submetidas a MEV e

os resultados demonstraram não haver diferenças estatísticas significantes entre os esmaltes decíduo e permanente no que se refere a resistência ao microcissalhamento, além de não haver diferenças significantes entre os sistemas adesivos testados. A microscopia demonstrou que ambos os sistemas adesivos testados condicionaram o esmalte decíduo mais profundamente do que o esmalte permanente, sugerindo que a ação do condicionamento é mais intensa no esmalte decíduo do que no permanente.

Alguns resultados na literatura acabam por colocar em prova a efetividade adesiva dos sistemas autocondicionantes, dado ao seu limitado potencial desmineralizador. Dessa forma, Torii et al.<sup>103</sup> (2002), investigaram o efeito do condicionamento ácido fosfórico previamente à aplicação do *primer* autocondicionante. Para tanto, os dentes bovinos foram aleatoriamente divididos em quatro grupos de vinte espécimes cada, de acordo com os tratamentos superficiais: G1- esmalte desgastado com lixa de granulação 600; G2 - esmalte desgastado e condicionado com ácido fosfórico a 35% por 15s; G3 – dentina desgastada; G4 – dentina desgastada e condicionada como G2. Subseqüentemente, cada grupo foi dividido em dois subgrupos (n=10), de acordo com o *primer* autocondicionante utilizado: U- *UniFil Bond (GC)* e C- *Clearfil SE Bond (Kuraray)*. Foi aplicada uma camada da resina composta *Clearfil AP-X (Kuraray)*, para realização do teste de resistência à tração. Foram obtidos os seguintes resultados, expressos em MPa: G1: U-11,2±3,1 e C- 14,3±3,8; G2: U- 16,3±3,8 e C- 20,5±4,4; G3: U- 13,4±4,1 e C-16,7±2,3; G4: U- 9,3±3,7 e C-12,6±5,6. A análise estatística revelou que, quando realizado o condicionamento ácido previamente à aplicação dos *primers* autocondicionantes, houve um aumento significativo nos valores de resistência adesiva para o esmalte, enquanto que para a dentina houve um decréscimo significativo.

Torii et al.<sup>102</sup> (2002) estimaram o efeito de três tipos diferentes de sistemas adesivos, tradicional com condicionamento ácido, sistemas de adesão úmida e *primers* autocondicionantes, na adesão de resinas compostas ao esmalte. Para isso, dentes bovinos receberam um dos seguintes sistemas adesivos: *Scotchbond Multi-Purpose (3M)*; *Single Bond (3M ESPE)*; *UniFil Bond (GC)* e *Clearfil SE Bond (Kuraray)* e foram submetidos aos ensaios de tração e MEV. Os resultados demonstraram que não houve diferença estatística entre os quatro sistemas adesivos testados no que se refere aos ensaios de resistência à tração, porém a MEV revelou grande diferença morfológica entre os sistemas com condicionamento ácido prévio e os *primers* autocondicionantes.

Perdigão & Geraldeli<sup>79</sup> (2003) testaram a hipótese de que o preparo da superfície de esmalte não afetaria a resistência a microtração de sistemas adesivos autocondicionantes ao esmalte. Para isso, 10 incisivos bovinos foram utilizados para a obtenção de blocos de 8x8mm. Os blocos foram aleatoriamente divididos em cinco grupos: a) ABF, um adesivo autocondicionante experimental (*Kuraray*); b) *Clearfil SE Bond (Kuraray)*; c) *One-Up Bond F (Tokuyama)*; d) *Prompt L-Pop (3M ESPE)*; e) *Single Bond (3M ESPE)*. Todos os blocos foram divididos em metades: uma metade foi preparada com uma ponta diamantada por 5s sob refrigeração de água e a outra metade não foi preparada. Uma resina composta híbrida, *Filtek Z250 (3M ESPE)* foi inserida em incrementos de 1,5mm e fotopolimerizada. Os corpos-de-prova foram cortados em palitos de  $0,8 \pm 0,2 \text{mm}^2$  e submetidos ao ensaio de microtração. Outros dez incisivos bovinos preparados de forma idêntica à descrita anteriormente foram submetidos a MEV. Os resultados demonstraram que o *Single Bond* apresentou maiores valores de resistência a microtração, independente do preparo ou não da superfície de esmalte. Todos os sistemas autocondicionantes apresentaram maiores valores de resistência a microtração quando o esmalte foi preparado. No entanto, para o ABF e

para o *Clearfil SE Bond*, esta diferença não foi estatisticamente significativa. Os autores concluíram que os sistemas autocondicionantes comerciais se comportaram melhor quando houve preparo do esmalte do que quando o esmalte não foi preparado. Nas eletromicrografias, os adesivos com condicionamento total revelaram um condicionamento profundo e interprismático, enquanto que os sistemas autocondicionantes resultaram em um padrão de condicionamento variando do ausente ao moderado.

Torii et al.<sup>104</sup> (2003) estudaram a formulação de um *primer* autocondicionante experimental contendo o ácido aspártico N-acryloyl, incorporado ao ácido fosfórico. Amostras receberam cilindros de resina composta aderidos à superfície dental com este sistema experimental e foram submetidas aos ensaios de tração. Os resultados demonstraram que a adesão com o adesivo experimental demonstrou ser equivalente à adesão obtida com um sistema adesivo monocomponente.

Hashimoto et al.<sup>48</sup> (2003) investigaram a adesão de *primers* autocondicionantes ao esmalte dental, por meio do teste de microtração e por MET. Dois sistemas adesivos com *primers* autocondicionantes (*Clearfil Liner Bond 2V* e *Clearfil SE Bond – Kuraray*) foram utilizados, comparando-os com um adesivo monocomponente (*One-Step – Bisco*). Foram utilizados pré-molares humanos, que tiveram a superfície de esmalte desgastada com lixa d'água 600. Em seguida, os procedimentos adesivos foram realizados, e a resina composta *Clearfil AP-X (Kuraray)* foi aplicada. As amostras foram seccionadas perpendicularmente a interface adesiva, para produzir os corpos-de-prova (área de adesão de aproximadamente 0,9mm<sup>2</sup>) para o ensaio de microtração. A resistência adesiva (média ± desvio padrão) do *One-Step* (46,2 ± 12,7MPa) e do *Clearfil SE Bond* (39,8 ± 11,9MPa) foi significativamente superior ao *Clearfil Liner Bond 2V* (30,4 ± 6,2MPa). A

MET revelou um fino complexo hibridizado de resina (0,3 a 1µm de espessura) no esmalte produzido pelos *primers* autocondicionantes, sem a espessura usual dos prolongamentos resinosos (aproximadamente 10µm) observados na interface adesiva produzida pelo condicionamento ácido. Os autores concluíram que, embora a morfologia criada no esmalte pelos *primers* autocondicionantes tivesse sido diferente daquela obtida pelo condicionamento ácido, a resistência adesiva do *Clearfil SE Bond* foi similar à do *One-Step*.

Borges<sup>11</sup> (2003) determinou o efeito de três agentes clareadores (*Crest Professional Whitestrips* - Procter & Gamble, *Opalescence Quick* - Ultradent e *Opalescence Xtra* - Ultradent), na resistência ao cisalhamento do esmalte, após armazenamento em saliva artificial por tempos variados (um dia, uma, duas ou três semanas). Setenta e oito pré-molares humanos foram cortados em sentido mésio-distal para obtenção de duas metades. As superfícies vestibular e lingual foram preparadas para a obtenção de superfícies de esmalte planas. Após os procedimentos clareadores, a adesão foi estabelecida com o sistema adesivo *Scotchbond Multi-Purpose* (3M) e resina composta *Z100* (3M). Os resultados demonstraram não haver diferenças estatísticas entre os três materiais clareadores testados e que houve redução significativa na resistência ao cisalhamento do esmalte após um dia, uma e duas semanas, porém os valores foram mais altos após três semanas.

Lopes et al.<sup>64</sup> (2003) compararam a resistência ao cisalhamento obtida em dentina e esmalte humanos com dentina e esmalte bovinos. Para isso, utilizaram quarenta coroas de dentes humanos e 40 coroas de dentes bovinos. As amostras foram cortadas e preparadas, recebendo um dos seguintes adesivos: *Clearfil Liner Bond 2V* (Kuraray) ou *Scotchbond Multi-Purpose* (3M), em associação à resina *Z100* (3M). As amostras foram submetidas ao cisalhamento e os

resultados demonstraram que para o sistema adesivo *Clearfil Liner Bond 2V* não houve diferença estatística em esmalte e dentina. Mas o *Scotchbond Multi-Purpose* apresentou diferença estatística em dentina, sendo a resistência ao cisalhamento em dentina bovina maior do que em dentina humana.

Abo et al.<sup>2</sup> (2004) desenvolveram um experimento para comparar o desempenho de um adesivo autocondicionante com um sistema com *primer* autocondicionante, avaliando a microinfiltração após a termociclagem e a resistência adesiva em substrato dentinário e em esmalte. Foram utilizados vinte pré-molares humanos extraídos, que receberam restaurações classe V. Dez dentes foram preparados com o adesivo *AD Bond* (*Heraeus Kulzer*) ou o *Clearfil SE Bond* (*Kuraray*) e com a resina composta *Charisma* (*Heraeus Kulzer*). Vinte pré-molares adicionais foram utilizados para o ensaio de microtração e as superfícies foram abrasionadas com lixa de carbeto de silício de granulação 600, a 50rpm por 1min, sob irrigação à água. Os espécimes foram aleatoriamente divididos em dois grupos, de acordo com o sistema adesivo aplicado. Após o período de estocagem em água destilada a 37°C por 24h, os espécimes foram seccionados em palitos para serem tracionados na máquina de ensaios *EZ Test* (*Shimadzu*) com velocidade de 1mm/min. Os resultados mostraram que o selamento marginal do *AD Bond* foi inferior ao do *Clearfil SE Bond* em relação à parede coronária, mas observou-se menor infiltração na parede apical, sem diferença entre os dois sistemas adesivos. A resistência da união, em MPa, em esmalte e dentina foi: 25,2±7,3 e 68,3±9,4 para o *AD Bond*; 35,8±7,4 e 76,4±7,8 para o *Clearfil SE Bond*, respectivamente. O *AD Bond* apresentou menor resistência de união ao esmalte quando comparado ao *Clearfil SE Bond*. Os autores concluíram que a adaptação marginal deficiente na parede coronária da restauração com *AD Bond* pode ter sido causada pelo baixo desempenho mecânico em esmalte.

Andrade et al.<sup>5</sup> (2004) realizaram um estudo para avaliar a resistência adesiva de três sistemas autocondicionantes com diferentes pHs e um sistema convencional aplicados ao esmalte e à dentina. Foram utilizados 20 molares humanos hígidos, seccionados no sentido M-D para a obtenção de 40 superfícies de esmalte, divididas em 4 grupos com 10 espécimes cada. As superfícies de esmalte foram aplainadas com lixas de granulação 400. Após profilaxia procedeu-se à lavagem e secagem, os grupos receberam os seguintes procedimentos adesivos: G1- *Single Bond* (3M ESPE); G2- *Clearfil SE Bond* (Kuraray); G3- *AdheSE* (Ivoclar Vivadent); G4- *Adper Prompt L-Pop* (3M ESPE). Foi utilizada uma matriz de 3mm<sup>2</sup> para delimitar a área restaurada com resina composta *Filtek Z250* (3M ESPE). Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h e submetidos ao ensaio de tração na máquina *Instron*. Depois de tracionados, os mesmos 40 espécimes tiveram as faces de esmalte desgastadas com lixas de granulação 200, 400 e 600 para expor a dentina superficial e padronizar a *smear layer*. Os mesmos procedimentos e materiais de limpeza, adesão, restauração e tração foram utilizados para a obtenção dos grupos 5, 6, 7 e 8, respectivamente. Os resultados obtidos foram expressos em MPa: G1- 36,95; G2- 32,39; G3- 28,89; G4- 28,90; G5- 35,45; G6- 37,39; G7- 27,54; G8- 27,19. Não foram encontradas diferenças significativas entre os grupos onde o substrato foi o esmalte. Houve diferença significativa da resistência da união adesiva em dentina, entre os grupos 6 e 7 e os grupos 6 e 8. Os autores concluíram que em dentina, não houve diferença significativa entre os adesivos autocondicionantes e convencionais, porém entre os autocondicionantes o *Clearfil SE Bond* foi o mais eficiente.

Giannini et al.<sup>39</sup> (2004) determinaram a resistência à tração do esmalte, dentina e junção amelo-dentinária, por meio de ensaio de microtração. Foram utilizados 20 terceiros molares humanos hígidos,



que receberam sobre a superfície oclusal um bloco de resina composta *TPH Spectrum (Dentsply)* para facilitar a manipulação das amostras. Os dentes foram seccionados verticalmente no sentido vestibulo-lingual para a obtenção de fatias de aproximadamente 0,7mm de espessura. Seis fatias de cada dente foram selecionadas, divididas aleatoriamente em seis grupos (n=20) e desgastadas até a obtenção de uma área de 0,5mm<sup>2</sup>, de acordo com a região do dente: a) esmalte transversal à orientação dos prismas; b) esmalte paralelo à orientação dos prismas; c) junção amelo-dentinária; d) dentina superficial (1mm abaixo da junção amelo-dentinária); e) dentina média (2mm) e f) dentina profunda (3mm). Após o ensaio, os resultados obtidos (média ± desvio padrão) foram, em MPa: a) 11,5 ± 4,7; b) 42,2 ± 12,0; c) 46,9 ± 13,7; d) 61,6 ± 16,3; e) 48,7 ± 16,7; f) 33,9 ± 8,0. A dentina superficial foi significativamente superior aos demais substratos, enquanto que os menores valores foram obtidos pelo esmalte testado transversalmente à orientação dos prismas. Os autores concluíram que a resistência à tração das estruturas dentais depende da natureza do substrato e sua localização. Relataram que as propriedades de tração do esmalte são influenciadas pela orientação dos prismas, enquanto que da dentina, são influenciadas pela distância da junção amelo-dentinária.

Irie et al.<sup>54</sup> (2004) pesquisaram a performance de uma ou duas aplicações do adesivo autocondicionante *Adper Prompt L-Pop (3M ESPE)*, quando usado em associação com três classes de materiais restauradores fotoativados, em comparação com os respectivos sistemas adesivos de cada material. Foram avaliadas a adaptação marginal em cavidades, a contração de polimerização e a resistência ao cisalhamento em esmalte e dentina de pré-molares humanos. Os materiais restauradores e respectivos adesivos foram: 1) compômero *F2000 – Primer/adhesive (3M ESPE)*; 2) compômero *Dyract AP – Prime & Bond 2.1 (Dentsply)*; 3) compômero *Hytac – Hytac OSB (3M ESPE)*; 4) giomer

*Reactmer* – *Reactmer bond* (Shofu); 5) compósito *Unifil F* – *Unifil bond* (GC); 6) *Toughwell* – *One-up Bond F* (Tokuyama); 7) *Filtek Z250* – *Scotchbond Multi-purpose* (3M ESPE). Os resultados demonstraram que não houve diferença significativa na resistência adesiva ao esmalte e à dentina após uma ou duas aplicações do *Adper Prompt L-Pop*, para todos os materiais testados, com exceção do *Toughwell* e *Z250* em esmalte. A largura das fendas marginais nas cavidades teve uma correlação maior com a contração de polimerização do que com a resistência adesiva à estrutura dental. Os autores concluíram que a aplicação única do adesivo autocondicionante foi uma alternativa possível e benéfica aos sistemas adesivos dos materiais testados.

Paradella<sup>77</sup> (2004) avaliou *in vitro* a resistência ao cisalhamento de três sistemas adesivos no esmalte de dentes humanos, avaliando-se o tipo de fratura por estereomicroscopia. Trinta pré-molares armazenados em solução de cloramina 0,5% receberam cortes em sentido méso-distal e tiveram suas superfícies de esmalte planificadas. Os espécimes foram aleatoriamente divididos em três grupos, de acordo com o sistema adesivo: a) sistema monocomponente com condicionamento ácido prévio *Prime & Bond 2.1* (Dentsply); b) *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond* (Kuraray); c) adesivo autocondicionante *One-Up Bond F* (Tokuyama). A área de adesão foi delimitada (3mm de diâmetro) e os procedimentos adesivos realizados de acordo com as recomendações dos fabricantes, utilizando a resina composta *Filtek Z250* (3M ESPE). Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h, submetidos a termociclagem (500 ciclos entre 5 e 55°C) para posterior realização do teste de cisalhamento, com velocidade de 0,5mm/min. Os resultados, expressos em MPa, demonstraram que não houve diferença significativa entre o *Prime & Bond 2.1* (18,13±6,49) e o *Clearfil SE Bond* (17,12±5,80), enquanto que o *One-Up Bond F* (10,47±3,14) apresentou desempenho inferior. O tipo de fratura predominante para o *Prime & Bond*

2.1 foi coesiva em resina composta (55%), enquanto que para o *Clearfil SE Bond* e *One-Up Bond F* foi adesiva (90% e 85%, respectivamente).

Eminkahyagil et al.<sup>28</sup> (2005) avaliaram a resistência ao cisalhamento de um selante de fóssulas e fissuras à base de ormocer (*Admira Seal – Voco*) e uma resina composta (*Clearfil AP-X – Kuraray*) ao esmalte humano intacto, empregando um adesivo autocondicionante experimental antibacteriano (*ABF Bond – Kuraray*), um *primer* autocondicionante (*Clearfil SE Bond – Kuraray*), e um adesivo monocomponente à base de ormocer (*Admira Bond – Voco*). Foram utilizadas 48 superfícies de esmalte, divididas em quatro grupos: 1) *Admira Bond* e *Admira Seal*; 2) *ABF Bond* e *Admira Seal*; 3) *Clearfil SE Bond* e *Clearfil AP-X* e 4) *ABF Bond* e *Clearfil AP-X*. As amostras receberam termociclagem (500 ciclos, entre 5 e 55°C), para posterior realização do teste de cisalhamento sob uma velocidade de 0,5mm/min. As medianas obtidas foram: 1) 7,9MPa; 2) 8,6MPa; 3) 5,9MPa e 4) 8,8MPa. Não houve diferença significativa entre o selante e a resina composta quando utilizado o ABF, e apenas os grupos 3 e 4 apresentaram diferença estatisticamente significativa. Houve predominância de fraturas adesivas nos grupos 1 (70%) e 4 (73%), e nos grupos 2 (73%) e 3 (82%) houve predominância de fraturas coesivas. Os autores concluíram que o adesivo experimental possui propriedades físicas adequadas para o seu emprego sob um selante ou uma resina composta em esmalte íntegro.

Garcia et al.<sup>38</sup> (2005) avaliaram a resistência da união ao microcisalhamento de sistemas adesivos autocondicionantes após 1 semana e 1 ano de armazenamento em água destilada. Foram preparados 45 dentes bovinos até a obtenção de superfícies planas de dentina (60mm<sup>2</sup>), lixadas com lixa 600. As amostras foram divididas em 9 grupos (1 semana/1 ano - n=15): [1] *Single Bond (3M ESPE)*; [2] *Adper*

*Prompt L-Pop (3M ESPE); [3] iBond (Heraeus Kulzer); [4] One-Up Bond F (Tokuyama); [5] Xeno III (Dentsply); [6] Clearfil SE Bond (Kuraray); [7] Optibond Solo Plus SE (Kerr); [8] Tyrian SPE/One-Step (Bisco); [9] UniFil Bond (GC).* Os sistemas adesivos e o compósito *Filtek Z250 (3M ESPE)* foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes e com auxílio de matrizes de Tygon. Os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37°C por 1 semana e 1 ano (troca semanal da água); e submetidos ao ensaio de microcisalhamento em uma máquina *Instron* (velocidade de 0,5mm/min). Os dados obtidos em MPa foram - 1semana/1ano (mediana): [1] 61,45 / 28,42; [7] 59,72 / 28,39; [6] 39,38 / 25,09; [9] 38,47 / 19,47; [2] 26,92 / 14,72; [5] 24,29 / 10,41; [8] 24,08 / 12,14; [4] 23,41 / 19,54; [3] 6,65 / 1,57. Os adesivos autocondicionantes de 2 passos mostraram maiores valores medianos de resistência de união após 1 semana (*Optibond Solo Plus SE, Clearfil SE Bond e UniFil Bond*) e 1 ano (*Optibond Solo Plus SE e Clearfil SE Bond*), sem diferença estatística quando comparados ao *Single Bond*. Todos os adesivos mostraram redução na resistência de união após 1 ano, exceto o *One-Up Bond F*.

Perdigão et al.<sup>81</sup> (2005) compararam a resistência adesiva de cinco pares de sistemas adesivos sobre o esmalte intacto ou desgastado. Foram utilizadas as faces proximais de 25 molares humanos, obtendo-se 50 retângulos de esmalte, que foram divididos em duas partes. Uma metade foi desgastada com ponta diamantada, enquanto que a outra permaneceu intacta. As superfícies de esmalte foram divididas aleatoriamente em 10 grupos, de acordo com cinco pares de sistemas adesivos. Cada par incluiu um sistema autocondicionante e um adesivo monocomponente do mesmo fabricante: *Adper Prompt L-Pop e Single Bond (PLP e SB, 3M ESPE); AdheSE e Excite (ADH e EXC, Ivoclar Vivadent); OptiBond Solo Plus SE e OptiBond Solo Plus (OPTSE e OPT, Kerr); Tyrian SPE/One-Step Plus e One-Step (TYR e OST, Bisco); Xeno*

*III* e *Prime&Bond NT* (XEN e PBNT, *Dentsply*). Os adesivos foram utilizados de acordo com as recomendações dos fabricantes, e em seguida foi aplicada a resina composta *Filtek Z250* (3M ESPE). As amostras foram seccionadas em palitos com uma área de  $0,8 \pm 0,2 \text{ mm}^2$  e submetidas ao ensaio de microtração (velocidade 1mm/min). Para o esmalte desgastado, três pares de materiais tiveram uma adesão (média  $\pm$  desvio padrão, em MPa) significativamente superior dos adesivos monocomponentes: EXC ( $36,6 \pm 14,2$ ) > ADH ( $23,0 \pm 10,3$ ); OPT ( $34,5 \pm 11,3$ ) > OPTSE ( $25,3 \pm 8,0$ ); PBNT ( $36,6 \pm 9,0$ ) > XEN ( $19,5 \pm 7,8$ ). Para o esmalte intacto, quatro pares de materiais resultaram em diferenças significantes: SB ( $31,7 \pm 12,9$ ) > PLP ( $20,9 \pm 9,9$ ); EXC ( $37,9 \pm 13,5$ ) > ADH ( $16,3 \pm 7,2$ ); OST ( $30,1 \pm 10,6$ ) > TYR ( $18,0 \pm 8,8$ ); PBNT ( $43,8 \pm 12,7$ ) > XEN ( $16,0 \pm 7,3$ ). Quando o mesmo adesivo foi comparado entre o esmalte intacto e desgastado, todos os adesivos autocondicionantes resultaram em desempenho inferior no esmalte intacto, porém com diferença significativa apenas para o TYR e ADH. Para os adesivos monocomponentes, apenas o OPT resultou em adesão estatisticamente inferior no esmalte intacto. Os autores concluíram que, para um mesmo fabricante, a maioria dos adesivos monocomponentes aderiu melhor ao esmalte do que seu correspondente autocondicionante.

Weerasinghe et al.<sup>114</sup> (2005) avaliaram a resistência ao microcisalhamento de um *primer* autocondicionante ao esmalte com fluorose. Oitenta molares humanos foram divididos, de acordo com o grau de fluorose, em 4 grupos: 1) normal; 2) fluorose leve; 3) fluorose moderada e 4) fluorose severa. Em seguida, foram subdivididos em dois grupos: a) aplicação do *Clearfil SE Bond* (Kuraray) e b) condicionamento com ácido fosfórico 37% por 30s anteriormente à aplicação do adesivo. Foi posicionado sobre o esmalte um cilindro de Tygon (0,8mm de diâmetro por 0,5mm de altura) delimitando a área de adesão, para posterior inserção da resina composta *Clearfil ST* (Kuraray). As amostras

foram armazenadas em água a 37°C por 24h, para posterior realização do teste de microcisalhamento a uma velocidade de 1mm/min. Foi realizada uma análise morfológica dos padrões de condicionamento por meio de MEV. Foram encontradas diferenças significantes na resistência adesiva entre o condicionamento com ácido fosfórico e o *primer* autocondicionante nos grupos de fluorose moderada e severa. A análise morfológica mostrou projeções resinosas que penetraram 3,5µm no esmalte condicionado com ácido fosfórico, enquanto que o *primer* autocondicionante produziu uma penetração de 1µm. Os autores concluíram que a severidade da fluorose afeta a resistência ao microcisalhamento de um *primer* autocondicionante ao esmalte com fluorose.

Yamamura et al.<sup>116</sup> (2005) avaliaram a resistência adesiva ao esmalte de sistemas adesivos autocondicionantes de 6ª geração (2 componentes e 2 passos - 2C2P; 2 componentes e 1 passo - 2C1P) e 7ª geração (1 componente e 1 passo - 1C1P) em relação à técnica convencional de condicionamento ácido. Foram utilizados 105 incisivos bovinos embutidos em resina acrílica e que tiveram a superfície vestibular desgastadas, delimitando uma área de adesão de 3mm de diâmetro. Os espécimes foram divididos em 7 grupos, de acordo com o sistema adesivo utilizado, aplicado de acordo com as instruções dos fabricantes: G1- *Clearfil SE Bond- Kuraray* (2C2P); G2- *Xeno III- Dentsply* (2C1P); G3- *Futurabond- Voco* (2C1P); G4- *One-Up Bond F- Tokuyama* (2C1P); G5- *AdheSE- Ivoclar Vivadent* (2C2P); G6- *iBond- Heraeus Kulzer* (1C1P). O *Prime & Bond NT (Dentsply)* associado ao condicionamento ácido foi utilizado como grupo controle (GC). Cilindros de resina composta *Z250 (3M ESPE)* foram confeccionados sobre a área de adesão, para posterior ensaio de cisalhamento (velocidade de 1mm/min). Os valores de média ( $\pm$  desvio padrão) obtidos, em MPa, foram respectivamente: G1-14,62 ( $\pm$ 2,23); G5-17,47 ( $\pm$ 4,41); G4-17,57 ( $\pm$ 4,26); G6-17,58 ( $\pm$ 5,42); G2-17,70 ( $\pm$ 1,82); G3-20,07 ( $\pm$ 4,10) e GC-23,83 ( $\pm$ 3,49). Os autores concluíram que

apenas o *Futurabond* apresentou resultados semelhantes ao *Prime & Bond NT*, e o *Clearfil SE Bond* apresentou menores valores de resistência adesiva em relação ao *Futurabond*. Embora com variados números de componentes e passos, os demais sistemas adesivos autocondicionantes não diferiram estatisticamente entre si.

Brackett et al.<sup>13</sup> (2006) avaliaram a resistência a microtração de cinco diferentes sistemas adesivos no esmalte desgastado. Foram utilizados terceiros molares humanos, que tiveram a superfície de esmalte aplainada com lixa d'água 320, e foram divididos de acordo com o sistema adesivo utilizado: adesivos autocondicionantes *iBond* (Heraeus Kulzer), *Prompt L-Pop* (3M ESPE) e *Xeno III* (Dentsply); *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond* (Kuraray); e adesivo convencional *Scotchbond Multi-Purpose* (3M ESPE). Os adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes, e em seguida foi aplicada a resina composta do mesmo fabricante: *Venus* (Heraeus Kulzer); *Filtek Z250* (3M ESPE); *TPH Spectrum* (Dentsply); *Clearfil AP-X* (Kuraray). Após 48h de armazenamento em água destilada a 37°C, foi realizado o teste de microtração usando espécimes com área de adesão de aproximadamente 0,9mm<sup>2</sup>. As fraturas foram predominantemente adesivas ou mistas. A resistência adesiva (média ± desvio padrão), em MPa, do *Clearfil SE Bond* (57,2±13,1) foi estatisticamente semelhante ao *Scotchbond Multi-Purpose* (52,2±11,3), e estes foram significativamente superiores aos adesivos autocondicionantes. Os adesivos *iBond* (34,9±14,0), *Prompt L-Pop* (37,2±11,2) e *Xeno III* (38,4±11,0) apresentaram comportamento similar. Os autores concluíram que apenas o *primer* autocondicionante demonstrou uma adesão em esmalte comparável ao adesivo convencional.

O condicionamento do esmalte com adesivos autocondicionantes não é tão pronunciado quanto com o ácido fosfórico, podendo implicar em diferenças na efetividade da adesão destes dois tipos de sistemas adesivos. Erickson et al.<sup>29</sup> (2006) compararam dois sistemas adesivos por meio dos testes de fadiga e de resistência ao cisalhamento (SBS) em esmalte bovino. Foram utilizados o adesivo monocomponente *Single Bond (3M ESPE)* e o adesivo autocondicionante *Adper Prompt L-Pop (3M ESPE)*. Após a aplicação do adesivo, a resina composta *Filtek Z250 (3M ESPE)* foi inserida e fotoativada sobre a superfície de esmalte, para posterior realização do teste de cisalhamento em máquina de ensaios universal, a uma velocidade de 1mm/min. O teste de fadiga foi realizado com os corpos-de-prova confeccionados de maneira semelhante, aplicando-se uma carga cíclica de 2Hz por um período máximo de  $10^5$  ciclos ou até que a falha ocorresse. Quatro cargas situadas entre 40 a 70% da SBS foram testadas para cada adesivo e o número de ciclos foi registrado. Foi realizada também uma análise em MEV da penetração dos adesivos no esmalte. A SBS (média  $\pm$  desvio-padrão), em MPa, foi significativamente maior para o *Single Bond* ( $25,3 \pm 5,6$ ) em comparação com o *Prompt L-Pop* ( $19,2 \pm 3,2$ ). A resistência ao estresse após a ciclagem mecânica foi menor do que a SBS e os limites da fadiga encontrados foram de 8,4MPa (44% da SBS) para o *Prompt L-Pop* e 14,6 MPa (57% da SBS) para o *Single Bond*. A penetração dos *tags* de resina foi substancialmente menor para o *Prompt L-Pop*. Os autores concluíram que o teste de fadiga em conjunto com o teste de resistência adesiva pode fornecer dados mais confiáveis para avaliar o comportamento de sistemas adesivos em esmalte.

Foong et al.<sup>31</sup> (2006) avaliaram *in vitro* a resistência adesiva de um *primer* autocondicionante e três adesivos autocondicionantes em esmalte, por meio de dois diferentes ensaios de microcisalhamento. Foram utilizadas 119 faces vestibular ou lingual de



esmalte de molares humanos, aplainadas com lixas d'água 400 e 600, e divididas de acordo com o sistema adesivo utilizado: *primer* autocondicionante *Clearfil Protect Bond* (Kuraray); adesivos autocondicionantes *Xeno III* (Dentsply), *G Bond* (GC) e *One-Up Bond F* (Tokuyama). Para delimitar a área de adesão foi utilizado um tubo de polietileno, com diâmetro interno de 0,8mm, onde foi aplicada a resina composta *Palfique Estelite* (Tokuyama), e em seguida, as amostras foram armazenadas em água a 37°C por 1 semana. Os testes de microcisalhamento foram realizados em máquina de ensaios universal (velocidade de 1mm/min), utilizando para metade da amostra uma lâmina posicionada paralelamente a interface adesiva, e para a outra metade um fio de aço (0,2mm de diâmetro) circundando a área de adesão. Os resultados demonstraram que o *Clearfil Protect Bond* (17,4±4,5MPa) obteve as maiores médias de resistência adesiva comparado ao *Xeno III* (15,4±4,4Mpa), *G Bond* (13,1±3,0Mpa) e *One-Up Bond F* (10,4±2,5Mpa). O método de ensaio de microcisalhamento utilizando fio de aço mostrou maior confiabilidade nos resultados, apresentando um coeficiente de variação 50% menor do que o obtido pelo método da lâmina. Os autores concluíram que os adesivos autocondicionantes tendem a um desempenho inferior aos *primers* autocondicionantes em esmalte, e que o método do ensaio influencia significativamente os resultados no teste de microcisalhamento.

Moura et al.<sup>70</sup> (2006) examinaram a ultra-estrutura em MEV e a resistência à micro tração de primers autocondicionantes (com diferentes graus de acidez) e sistemas adesivos convencionais ao esmalte intacto. A resina composta *Filtek Z250* (3M ESPE) foi aplicada sobre superfícies de esmalte intacto de terceiros molares humanos após a aplicação de um dos seguintes adesivos: CSE) *Clearfil SE Bond* (Kuraray) – *primer* autocondicionante com pH 2; OP) *OptiBond Solo Plus Self-Etch* (Kerr) – *primer* autocondicionante com pH entre 1 e 2; TY) *Tyrian Self*

*Priming Etching (Bisco)* - *primer* autocondicionante com  $\text{pH} < 1$ ; SBMP) Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE) – adesivo convencional com dois frascos (*primer* e adesivo) e SB) Single Bond (3M ESPE) – adesivo monocomponente. Seis dentes foram utilizados para cada material, e após armazenamento por 24h a 37°C, os espécimes foram seccionados em palitos de aproximadamente  $0,8\text{mm}^2$  e submetidos ao ensaio de micro tração a uma velocidade de 0,5mm/min. As maiores médias de resistência adesiva foram obtidas pelo SBMP ( $22,7 \pm 5,2\text{MPa}$ ) e SB ( $26,7 \pm 5,2\text{MPa}$ ). Os menores valores foram obtidos pelo TY ( $10,9 \pm 3,2\text{MPa}$ ) e OP ( $7,8 \pm 1,5\text{MPa}$ ). O CSE obteve valores intermediários ( $18,7 \pm 4,6$ ). Foi observado um evidente aumento na porosidade ao longo de toda a superfície de esmalte tratada com os *primers* autocondicionantes, no entanto, não houve desmineralização similar àquela obtida pelo ácido fosfórico. Os autores concluíram que os sistemas adesivos convencionais SBMP e SB obtiveram o melhor desempenho no esmalte intacto, com os maiores valores de resistência adesiva e um padrão de condicionamento retentivo.

Perdigão et al.<sup>82</sup> (2006) calcularam a resistência adesiva em esmalte de quatro sistemas adesivos autocondicionantes em função do tempo de condicionamento. Sessenta faces proximais de trinta molares humanos foram desgastadas com ponta diamantada e divididas em 5 grupos, de acordo com o adesivo empregado: *primers* autocondicionantes *AdheSE (Ivoclar Vivadent)*; *Clearfil SE Bond (Kuraray)*; *Tyrian SPE/One-Step Plus (Bisco)*; adesivo autocondicionante *Adper Prompt L-Pop (3M ESPE)*; controle – adesivo monocomponente *Prime&Bond NT (Dentsply)*. Para 30 superfícies de esmalte, os adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes. Para a outra metade, o esmalte foi condicionado pelo dobro do tempo recomendado. A resina composta *Filtek Z250 (3M ESPE)* foi utilizada, e as amostras seccionadas até a obtenção de uma área de adesão de  $0,8 \pm 0,1\text{mm}^2$  para o ensaio de micro-

tração. O pH das soluções autocondicionantes e do ácido fosfórico foi medido. Os adesivos *Tyrian SPE* e *Prime&Bond NT*, cujos condicionadores tiveram o menor pH, resultaram em uma adesão significativamente superior aos demais. *AdheSE* e *Clearfil SE Bond*, que tiveram o maior pH, foram os únicos adesivos onde a aplicação pelo dobro do tempo resultou em uma resistência adesiva significativamente superior, com relação à aplicação pelo tempo recomendado. *AdheSE* obteve a resistência adesiva estatisticamente inferior aos demais. Os autores concluíram que houve uma correlação significativa entre o pH das soluções condicionadoras e as médias de resistência adesiva obtidas em esmalte.

Van Landuyt et al.<sup>107</sup> (2006) testaram a hipótese de que o *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond (Kuraray)* produz uma adesão igualmente efetiva em esmalte e dentina com ou sem o condicionamento prévio com ácido fosfórico. Superfícies de esmalte e dentina de terceiros molares humanos foram preparadas e divididas em duas partes. Em apenas uma metade foi aplicado ácido fosfórico a 40% por 15s, e em seguida, o adesivo foi aplicado de acordo com as recomendações do fabricante em ambas as metades. A resina composta *Z100 (3M ESPE)* foi aplicada, e as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24h. Em seguida, os espécimes (diâmetro de  $\pm 1,1$ mm) foram preparados para a realização do teste de microtração em máquina de ensaio universal (velocidade de 1mm/min). Após o teste, foi realizada uma análise das fraturas e também foi realizada uma análise morfológica complementar das interfaces adesivas em MEV e MET. Os resultados com ou sem condicionamento prévio em esmalte, foram respectivamente  $42,8 \pm 22,7$  e  $29,3 \pm 9,3$ Mpa, e em dentina, foram respectivamente  $33,9 \pm 14,4$  e  $40,5 \pm 15,7$ Mpa. O condicionamento ácido prévio aumentou significativamente a resistência adesiva do *Clearfil SE Bond* em esmalte, e uma superfície claramente mais retentiva foi observada em MEV e MET.

Em dentina, o condicionamento ácido diminuiu significativamente a adesão, e a MET sugeriu a presença de uma camada híbrida de baixa qualidade após o condicionamento da dentina. Os autores concluíram que o condicionamento prévio com ácido fosfórico, ao se utilizar o *Clearfil SE Bond*, deveria se limitar ao esmalte.

Velasquez et al.<sup>111</sup> (2006) mediram a resistência ao cisalhamento de três sistemas adesivos autocondicionantes ao esmalte e dentina, aplicados com ou sem agitação em três diferentes tempos. Cento e oitenta molares humanos hígidos tiveram a superfície oclusal de esmalte aplainada com lixa d'água 600, e foram divididos em 18 grupos de 10 dentes. Os adesivos *Clearfil SE Bond* (Kuraray), *AdheSE* (Ivoclar Vivadent) e *Xeno III* (Dentsply) foram aplicados sobre o esmalte pelos tempos de 10, 20 ou 30s com ou sem agitação. Após a fotoativação dos adesivos, foi aplicada a resina composta Z100 (3M ESPE) e fotoativada por 40s. As amostras foram armazenadas em água destilada em temperatura ambiente, para posterior teste de cisalhamento, com velocidade de 1mm/min. Após o ensaio, as amostras foram desgastadas com lixas d'água 400 e 600, até a obtenção de uma superfície plana de dentina. O mesmo protocolo foi seguido para o preparo e teste da amostra em dentina. Em esmalte, os resultados demonstraram que a agitação não melhorou a adesão e o tempo de aplicação de 30s foi estatisticamente superior aos demais. O adesivo *Clearfil SE Bond* obteve desempenho significativamente superior em esmalte, seguido do *Xeno III*, que foi superior ao *AdheSE*. Em dentina, a agitação aumentou a resistência adesiva do *Clearfil SE Bond* no tempo de aplicação de 10s e 20s, enquanto que para o *AdheSE* e *Xeno III* a agitação produziu uma melhora na adesão no tempo de 20s. Os autores concluíram que o sucesso clínico na utilização destes sistemas adesivos depende da manipulação adequada de cada material, devido às diferenças em sua composição.

Sadr et al.<sup>89</sup> (2007) avaliaram a resistência ao microcisalhamento ao esmalte e à dentina, pH e dureza de dois sistemas adesivos ao longo de um período de 60 semanas de estocagem em diferentes temperaturas. Foram utilizados os respectivos sistemas adesivos: SE) *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond* (Kuraray) e TS) adesivo autocondicionante *Clearfil Tri-S Bond* (Kuraray). A resistência ao microcisalhamento foi medida inicialmente, e após 1, 4, 16 e 60 semanas; com os materiais armazenados nas temperaturas de 4, 23 e 37°C. A dureza dos adesivos polimerizados e o pH foram medidos inicialmente e após as 60 semanas de armazenamento nas três diferentes temperaturas. Os resultados mostraram que a resistência adesiva dos materiais armazenados a 37°C reduziu significativamente após 4 semanas, para o TS e 16 semanas, para o SE. A dureza apenas do TS armazenado a 37°C reduziu significativamente após 60 semanas, e o pH de ambos os materiais diminuiu quando armazenados a 37°C. Os autores concluíram que o tempo e a temperatura de armazenamento afetaram significativamente a resistência adesiva de ambos os materiais, provavelmente devido à hidrólise e outras alterações que podem ocorrer com os agentes autocondicionantes que contêm água, armazenados em altas temperaturas.

El-Araby e Talic<sup>26</sup> (2007) avaliaram o efeito da termociclagem na resistência ao cisalhamento de três sistemas adesivos em esmalte e dentina. Foram utilizados molares humanos hígidos, que tiveram suas coroas seccionadas para a utilização das faces vestibulares e linguais, que foram desgastadas com lixa d'água 600 até a obtenção de superfícies planas de esmalte (n=30) ou dentina (n=30). As amostras foram divididas em 3 grupos, de acordo com o sistema adesivo empregado: P&B- adesivo monocomponente *Prime&Bond NT* (Dentsply); XE3- adesivo autocondicionante *Xeno III* (Dentsply); PLP- adesivo autocondicionante *Adper Prompt L-Pop* (3M ESPE). Após a aplicação dos

adesivos, uma resina composta híbrida foi inserida (área de adesão de 3mm de diâmetro), e os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h. Metade dos espécimes não foi submetida a ciclagem térmica e a outra metade recebeu termociclagem (10.000 ciclos, com banhos de 1min entre 5 e 55°C), anteriormente a realização do teste de cisalhamento em máquina de ensaio universal, a uma velocidade de 1mm/min. Em esmalte, os valores de resistência adesiva antes e após a termociclagem foram, respectivamente: P&B– 23,04±2,71 e 14,59±1,66MPa; XE3– 26,99±1,17 e 24,27±1,83MPa; PLP- 19,78±1,73 e 18,14±1,61MPa. Em dentina: P&B– 20,74±1,24 e 12,14±1,08MPa; XE3– 25,22±1,26 e 23,24±0,85MPa; PLP- 15,48±0,58 e 11,19±1,67MPa. Os resultados demonstraram que, tanto em esmalte quanto em dentina, a adesão dos 3 sistemas adesivos foi afetada pela termociclagem e as fraturas foram predominantemente adesivas. Os autores concluíram que o *Xeno III* obteve desempenho significativamente superior em esmalte e dentina, mesmo após a termociclagem; e o *Prompt L-Pop* em esmalte, não diminuiu significativamente a adesão após a termociclagem.

### 3 PROPOSIÇÃO

Avaliar *in vitro* cinco diferentes sistemas adesivos, sendo um sistema monocomponente com condicionamento ácido prévio, dois sistemas com *primers* autocondicionantes e dois sistemas adesivos autocondicionantes, no que se refere à resistência ao microcisalhamento no esmalte de dentes humanos.

## 4 MATERIAL E MÉTODO

### 4.1 Materiais

Nesta pesquisa foram utilizados cinco diferentes sistemas adesivos e uma resina composta, descritos no Quadro 1 e Figura 1.

Quadro 1 – Materiais utilizados na pesquisa.

Material	Lote	Fabricante
Adesivo monocomponente <i>Single Bond 2</i>	5FB	3M ESPE
Adesivo com <i>primer</i> autocondicionante <i>Clearfil SE Bond</i>	<i>primer</i> – 00548A <i>bond</i> – 00773A	<i>Kuraray</i>
Adesivo com <i>primer</i> autocondicionante <i>AdheSE</i>	<i>primer</i> – G09481 <i>bond</i> – G12032	<i>Ivoclar</i> <i>Vivadent</i>
Adesivo autocondicionante <i>Adper Prompt L-Pop</i>	201130	3M ESPE
Adesivo autocondicionante <i>Xeno III</i>	0411000228	<i>Dentsply</i>
Resina Composta <i>Filtek Z250</i>	5UE	3M ESPE



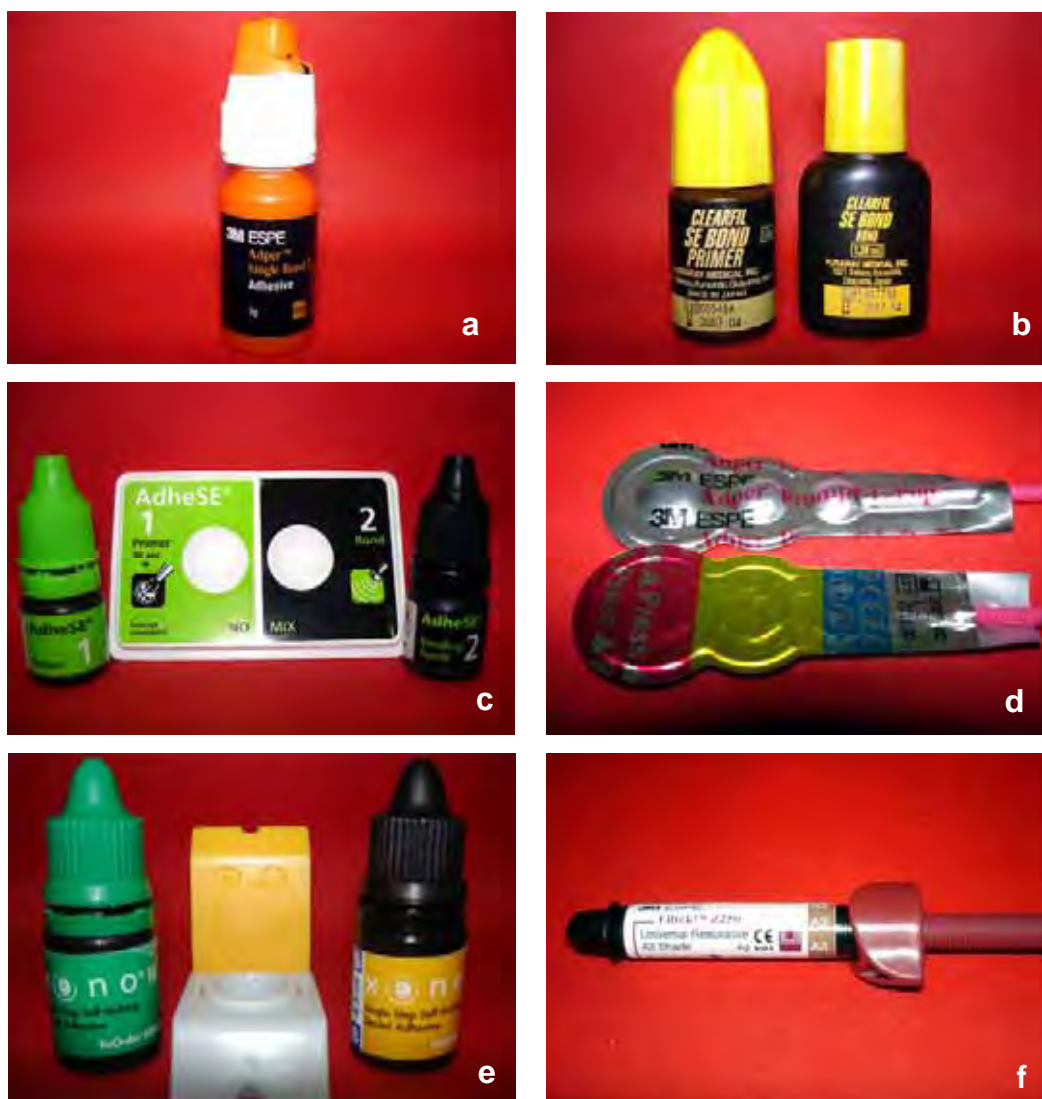


FIGURA 1- Materiais utilizados na pesquisa: a) Single Bond 2; b) Clearfil SE Bond; c) AdheSE; d) Adper Prompt L-Pop; e) Xenon III; f) Z250.

#### 4.1.1 Single Bond 2

Sistema adesivo de frasco único (monocomponente), que necessita de condicionamento com ácido fosfórico a 37% previamente à sua aplicação. Composto por etanol, Bis-GMA, 10% de sílica coloidal tratada com silano, HEMA, glicerol 1, 3 dimetacrilato, copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico e uretano dimetacrilato (UDMA)<sup>105</sup>.

#### **4.1.2 Clearfil SE Bond**

Sistema adesivo de dois frascos, que consiste de um *primer* autocondicionante composto de MDP, HEMA, dimetacrilato hidrofílico, N,N-dietanol-p-toluidina e água. O outro frasco contém o *bond*, composto por MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrofóbico, di-canforoquinona, N,N-dietanol-p-toluidina e sílica coloidal silanizada<sup>62</sup>.

#### **4.1.3 AdheSE**

Sistema adesivo de dois frascos, que consiste de *AdheSE primer* autocondicionante composto de dimetacrilato, acrilato de ácido fosfônico, iniciadores e estabilizadores em solução aquosa. O outro frasco contém o *AdheSE bonding*, composto por HEMA, dimetacrilato, dióxido de silício, iniciadores e estabilizadores<sup>55</sup>.

#### **4.1.4 Adper Prompt L-Pop**

Sistema adesivo autocondicionante em embalagens L-Pop para uso único, sendo que os dois componentes dos *blisters* vermelho e amarelo são ativados para tornar a solução pronta para o uso no *blister* azul. O *blister* vermelho (líquido A) é composto por mono e di-HEMA fosfatos, dimetacrilato, canforoquinona, amina aromática substituída e fenol substituído. O *blister* amarelo (líquido B) é composto por água, HEMA, ácido policarbônico de metacrilato e fenol substituído<sup>106</sup>.

#### **4.1.5 Xenio III**

Sistema adesivo autocondicionante em dois frascos de aplicação única, consiste de um líquido A, composto por HEMA, água purificada, etanol, tolueno hidroxibutilato e sílica amorfa. O líquido B é

composto por metacrilato funcionalizado em ácido fosfórico (Pyro-EMA), mono fluoro fosfazeno modificado (PEM-F), UDMA, tolueno hidroxibutilato, canforoquinona e etil-4-dimetilaminobenzoato<sup>21</sup>.

#### **4.1.6 Filtek Z250**

Resina composta microhíbrida fotoativada indicada para restaurações de dentes anteriores e posteriores, é composta por partículas de carga inorgânica de zircônio/sílica, representando 60% em volume (sem silano), com um tamanho de partículas entre 0,19 a 3,3µm. A matriz orgânica é composta de Bis-GMA, UDMA e Bis-HEMA<sup>105 e 106</sup>.

## **4.2 Obtenção das amostras**

Este projeto foi submetido ao Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, sendo aprovado sob o protocolo nº 024/2006-PH/CEP (Anexo A).

Foram utilizados quarenta pré-molares hígidos, extraídos por razões ortodônticas, de pacientes de ambos os sexos, na faixa etária de 14-16 anos de idade, após consentimento livre e esclarecido dos pais.

Os dentes tiveram suas coroas examinadas em lupa estereoscópica (Stemi 2000C – *Carl Zeiss*) para eliminação de eventuais amostras que apresentassem trincas visíveis em esmalte. Trinta dentes foram utilizados para a realização dos testes de microcisalhamento, enquanto que 10 dentes foram utilizados para análise micromorfológica em MEV.

Os dentes foram lavados em água corrente e tiveram suas raízes limpas com curetas periodontais antes do armazenamento. Os dentes foram armazenados em solução de cloramina a 0,5% por não

mais que uma semana. Após este período, os dentes foram armazenados em água destilada a 4°C por não mais que 6 meses, com troca semanal da água, conforme recomendado pela norma ISO/TS 11405<sup>53</sup>.

### 4.3 Preparo das amostras

Os dentes tiveram suas raízes seccionadas e as coroas limpas com taças de borracha e pasta de pedra-pomes (S.S.White Brasil Ltda.) e água por 10s, sendo posteriormente lavadas e secas<sup>93</sup>. Em seguida, os dentes receberam um corte no sentido mésio-distal, utilizando discos diamantados dupla-face (KG Sorensen Ind. e Com. Ltda. – referência 7020), montados em um torno de alta rotação (Nevoni Ind. Bras. S.A.). Este corte foi realizado para que se utilize a superfície de esmalte da face vestibular e lingual de cada dente.

Para a realização do ensaio mecânico, cada uma das faces da coroa seccionada foi embutida em blocos de resina acrílica incolor de rápida polimerização (*Jet* - Clássico Artigos Odontológicos Ind. Bras.), por meio de um molde confeccionado em silicone industrial (*Rodhorsil* - Clássico Artigos Odontológicos Ind. Bras.), com caixas retangulares e padronizadas em 3cm de comprimento, por 2cm de largura e 1cm de profundidade, tomando-se o cuidado para que a superfície de esmalte ficasse paralela ao plano horizontal e não fosse coberta pela resina, para posterior realização dos procedimentos adesivos.

Durante a inclusão, o molde foi colocado em um recipiente com água fria para reduzir a exotermia resultante da polimerização da resina acrílica<sup>67</sup>.

A superfície do esmalte dos espécimes foi aplainada utilizando discos de lixas d'água (3M do Brasil) de granulações 400 e 600, montados em politriz (*Struers DP10* - Panambra), sempre em presença de

água, mantendo-se uma pressão uniforme e constante, para a obtenção de uma superfície lisa e plana de esmalte de aproximadamente 3mm de diâmetro (Figura 2a).

#### 4.4 Divisão dos grupos experimentais

Os espécimes foram divididos aleatoriamente em cinco grupos (n=12), de acordo com o sistema adesivo utilizado (Quadro2).

Quadro 2 - Divisão dos grupos experimentais.

<b>Grupo</b>	<b>Sistema adesivo</b>	<b>Descrição</b>
1	<i>Single Bond 2 (3M ESPE)</i>	Ac. Fosfórico 37% + adesivo
2	<i>Clearfil SE Bond (Kuraray)</i>	Primer autocondic. + adesivo
3	<i>AdheSE (Ivoclar Vivadent)</i>	Primer autocondic. + adesivo
4	<i>Adper Prompt L-Pop (3M ESPE)</i>	Adesivo autocondicionante
5	<i>Xeno III (Dentsply)</i>	Adesivo autocondicionante

#### 4.5 Procedimentos adesivos e restauradores

No grupo 1, os espécimes receberam condicionamento com ácido fosfórico a 37% (*Dentsply*) por 15s, seguido de lavagem com *spray* de água por 20s e secagem com jato de ar. Com um pincel do tipo *microbrush* (*Microbrush Corp.*), foram aplicadas duas camadas consecutivas do adesivo *Single Bond 2* sobre o esmalte condicionado, agitando o pincel na superfície por 15s, seguido de secagem para evaporar o solvente e fotoativação por 10s.

O fotopolimerizador *Optilux (Demetron Research Corp.)* foi utilizado e teve a sua intensidade de luz medida a cada grupo, por meio de um radiômetro, para assegurar uma intensidade de luz padronizada em  $500\text{mW}/\text{cm}^2$ .

Nos grupos 2 a 5, os espécimes não receberam condicionamento ácido previamente a aplicação do adesivo, de acordo com as recomendações dos fabricantes.

No grupo 2, foi aplicado com um *microbrush* o *Primer* do *Clearfil SE Bond* sobre o esmalte, e após 20s foi aplicado um jato de ar para evaporação dos componentes voláteis. Com outro *microbrush*, foi aplicado o *Bond*, seguido de secagem e fotoativação por 10s.

No grupo 3, foi aplicado o *AdheSE primer* sobre o esmalte com um *microbrush*, pincelando a superfície por 30s, seguido de secagem com jato de ar, até a eliminação superficial da película de líquido. Com outro *microbrush*, foi aplicado o *AdheSE bonding*, seguido de secagem e fotoativação por 10s.

No grupo 4, foram ativados os dois componentes (líquidos A e B) do *blister* para uso único do adesivo *Adper Prompt L-Pop*, preparando a solução para sua aplicação. Após a homogeneização da solução, o adesivo foi friccionado sobre o esmalte por 15s com o aplicador próprio do material, seguido de secagem até a formação de uma fina película. Uma segunda camada do adesivo foi aplicada, seguida de secagem e fotoativação por 10s.

No grupo 5, foram dispensadas quantidades iguais dos Líquidos A e B do *Xeno III* em casulo próprio do material, misturando os líquidos por 5s com um *microbrush*. Em seguida, o adesivo foi aplicado sobre o esmalte e ficou em repouso por 20s, para posterior secagem por 2s para uniformizar o adesivo e fotoativação por 10s.

Após a aplicação dos adesivos, as amostras foram posicionadas em um dispositivo metálico, que possui uma matriz de teflon bipartida com um orifício em seu interior, com 2mm de diâmetro e 2mm de

altura (Figura 2b e 2c). Para a confecção das amostras para o ensaio de microcisalhamento foram utilizados tubos de tygon R-3603 (*Norton Performance Plastic Co.*), com diâmetro externo de 2mm por 1mm de altura, e 0,8mm de diâmetro interno, com a finalidade de delimitar a área de adesão.

Por meio da matriz de teflon, o tubo de tygon foi imobilizado sobre o esmalte dental (Figura 2d). No interior desses tubos, com o auxílio de um aplicador de hidróxido de cálcio (*SS White Duflex*), a resina composta *Filtek Z250 (3M ESPE)* foi aplicada em incremento único e fotoativada por 40s, para se obter os pequenos cilindros para o ensaio mecânico. Em seguida, o corpo-de-prova foi retirado da matriz (Figura 2e) e foi realizada uma fotoativação complementar por 40s. Após 1h em temperatura ambiente, o tubo de Tygon foi removido utilizando uma lâmina de bisturi nº15 (*Med Blade*), com cuidado para não induzir nenhum estresse no compósito<sup>91,92 e 114</sup>.

Todos os corpos-de-prova (Figura 2f) foram armazenados em água destilada em estufa bacteriológica a 37°C por 24h. Em seguida, receberam termociclagem em máquina de ciclagem térmica (*Ética Equipamentos Científicos S.A.*), com banhos de 30s entre 5(±2) e 55(±2)°C, totalizando 500 ciclos<sup>7</sup>.

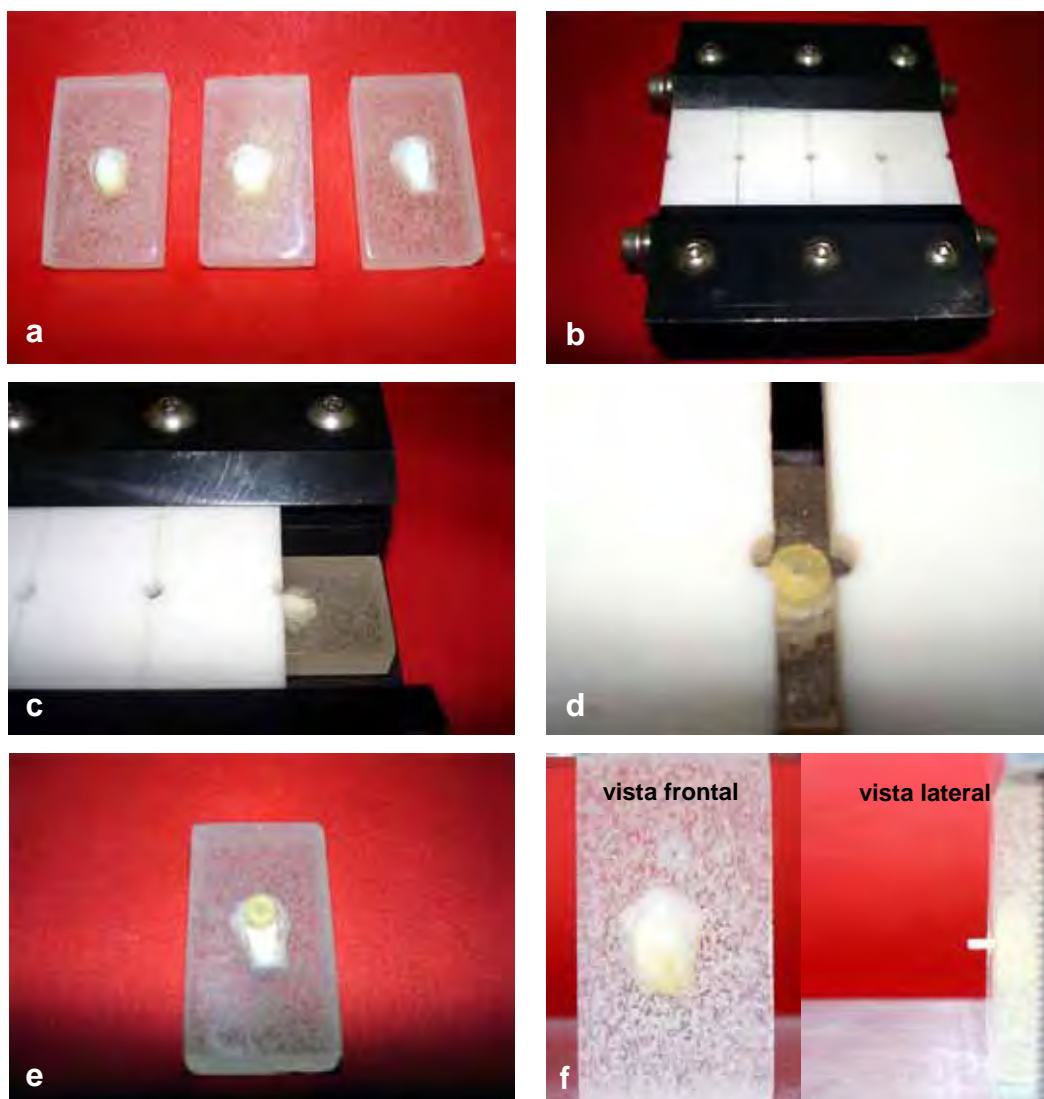


FIGURA 2- Confeção dos corpos-de-prova: a) blocos de resina acrílica com inclusão das coroas seccionadas; b) dispositivo metálico com matriz de teflon bipartida; c) posicionamento do espécime na matriz; d) posicionamento do tubo de tygon sobre o esmalte; e) espécime após remoção da matriz; f) corpo-de-prova concluído (vista frontal e lateral).



#### 4.6 Teste de resistência ao microcisalhamento

Após a termociclagem, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste mecânico laboratorial, para avaliação da resistência da união às tensões de microcisalhamento. Este teste foi realizado em uma máquina de ensaios universal EMIC DL2000 com uma célula de carga de 10kg. Esta máquina possui um terminal de computador acoplado, preparado para efetuar a leitura dos dados transmitidos pelo ensaio mecânico, por meio de um programa próprio.

Foi utilizada uma base metálica que possibilitou o posicionamento correto dos corpos-de-prova, e um fio ortodôntico de 0,2mm de diâmetro fixado na extremidade superior móvel da máquina. Na realização do teste, este fio formou um laço ao redor do cilindro de resina composta, e foi posicionado na interface adesiva<sup>89 e 91</sup> (Figura 3). A velocidade utilizada foi de 0,5mm/min<sup>47</sup>.

O valor da resistência ao microcisalhamento foi determinado pelo quociente da força máxima aplicada durante o teste, pela área utilizada para a adesão. Esse valor, expresso em MPa, determinou a carga necessária para o rompimento da união adesiva, estabelecida na interface entre esmalte e resina composta.

A Figura 4 mostra um resumo da metodologia aplicada neste estudo.

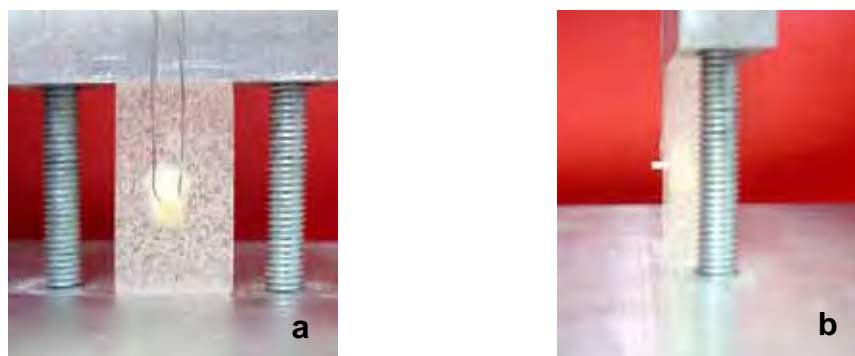


FIGURA 3- Teste de resistência ao microcisalhamento, corpo-de-prova fixado em base metálica: a) vista frontal e b) vista lateral.

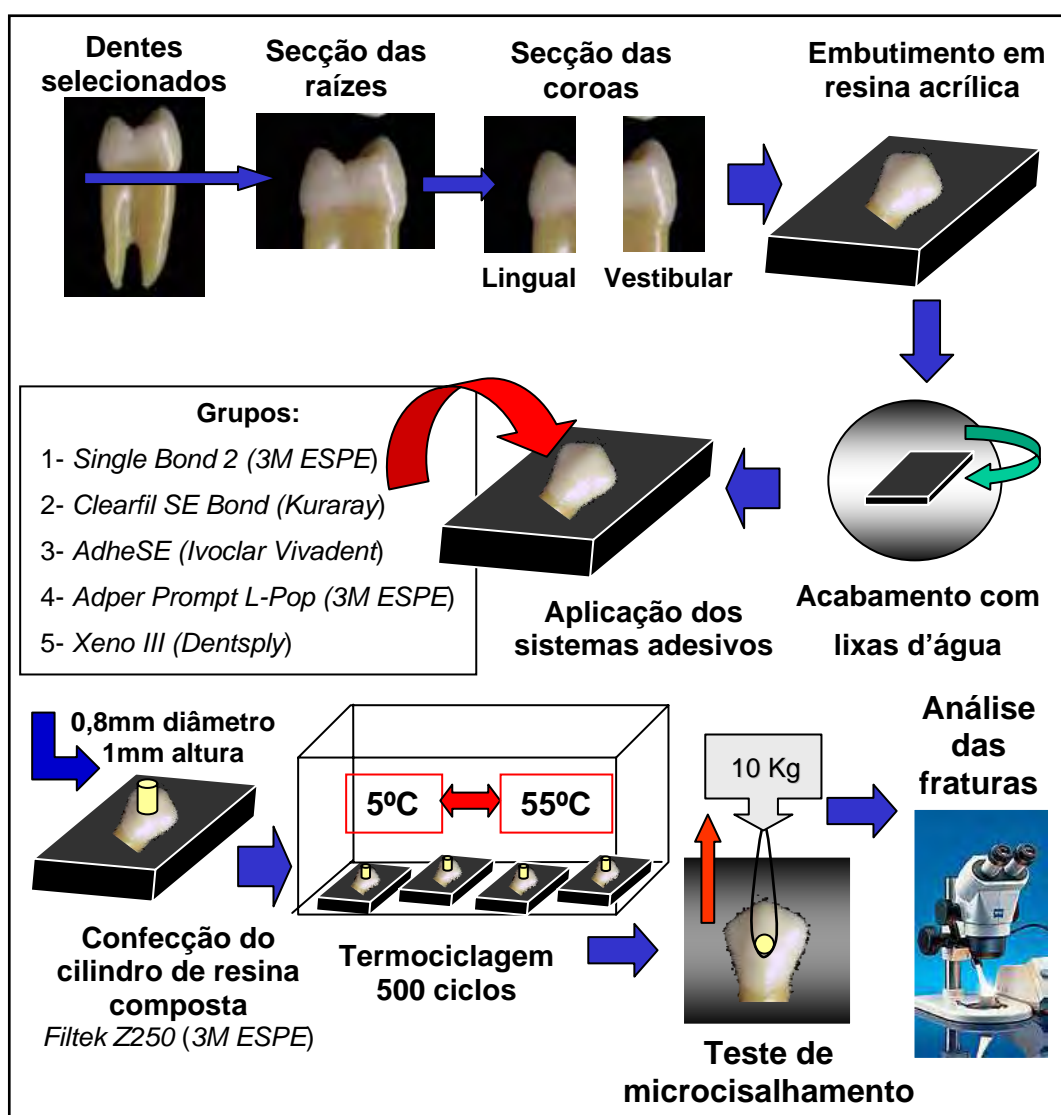


FIGURA 4– Delineamento da metodologia.

#### 4.7 Análise Estatística

A resistência adesiva foi medida operacionalmente pelos valores de tensão de ruptura obtidos nos ensaios de microcisalhamento. A estatística descritiva dos dados foi apresentada com os valores de tendência central (média e mediana), e ainda com os valores de dispersão: desvio padrão, coeficiente de variação, mínimo e máximo e a faixa interquartil.

Foi verificada a hipótese de que os diferentes sistemas adesivos em esmalte (5 grupos) produzam efeitos iguais sobre os esforços de microcisalhamento. Para tanto, os dados foram analisados utilizando um modelo estatístico paramétrico, a análise de variância (ANOVA) fator único, considerando a resistência adesiva como variável dependente e os sistemas adesivos como os fatores independentes.

O teste estatístico foi realizado para verificar a possibilidade de rejeitar a hipótese de igualdade entre os valores médios de resistência adesiva. O nível de significância adotado foi o valor convencional de 5%. Foi realizado o teste de comparação múltipla de Tukey, para verificar em quais níveis ocorre a diferença entre os grupos, e qual destes produziu, em média, os maiores valores de resistência adesiva.

Os dados tiveram representação gráfica (gráfico de colunas e *Box-Plot*) e foram submetidos à análise estatística inferencial com os programas computacionais *Statística 5.0* (StatSoft Inc.) e *Statistix 7.0* (Analytical Software Inc.).

#### 4.8 Análise das fraturas em estereomicroscópio

Após os testes de resistência da união ao ensaio de microcissalhamento, as superfícies das amostras foram examinadas em estereomicroscópio *Stemi 2000C (Carl Zeiss)*, com aumento de 16x, para determinar o tipo de fratura ocorrido na região de ruptura entre o esmalte e a resina composta em cada espécime<sup>32</sup>. As fraturas receberam a seguinte classificação (Figura 5):

- a) fratura adesiva: fratura na interface resina/adesivo;
- b) fratura coesiva em esmalte: fratura na estrutura dentária de esmalte;
- c) fratura coesiva em resina composta: fratura no corpo do cilindro de resina composta;
- d) fratura mista: fratura envolvendo resina, adesivo e estrutura dentária (combinação dos tipos de fratura).

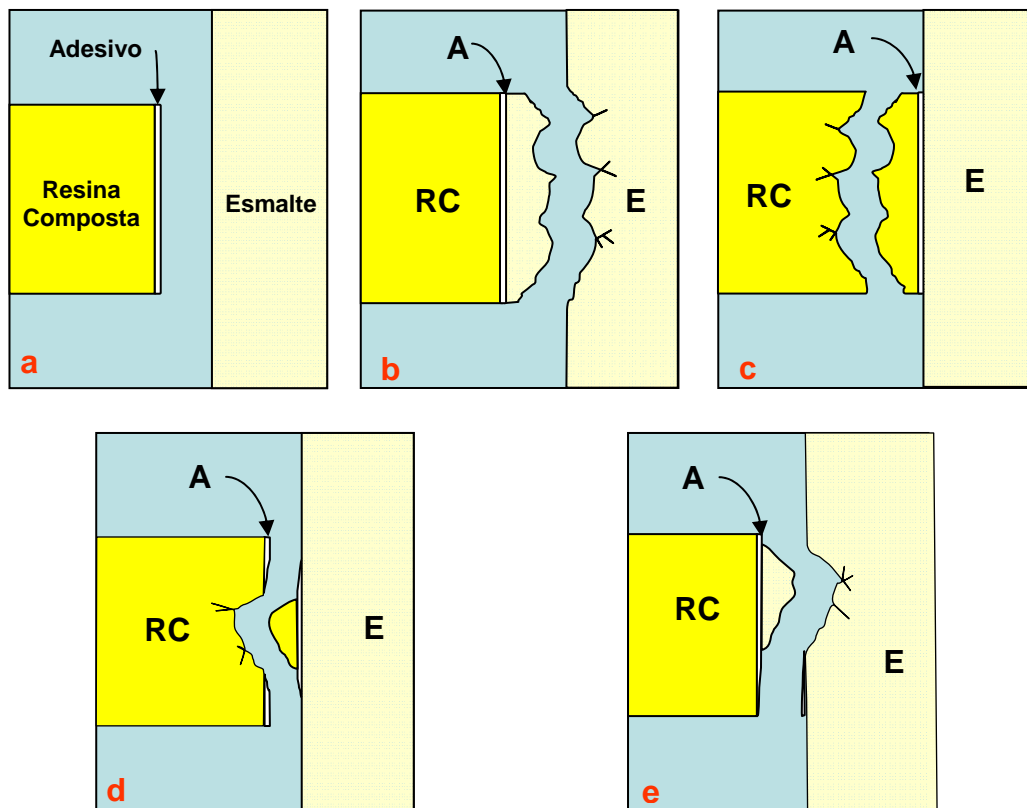


FIGURA 5 - Representação esquemática da classificação dos tipos de fraturas: a) fratura adesiva; b) fratura coesiva em esmalte; c) fratura coesiva em resina composta; d) e e) fratura mista.

#### 4.9 Análise em microscópio eletrônico de varredura

Tendo em vista a grande contribuição obtida, com a utilização de MEV na observação dos padrões de condicionamento do esmalte, adicionou-se neste estudo, eletromicrografias da superfície do esmalte condicionado, com o objetivo de se realizar uma análise micromorfológica qualitativa.

Para isso, foram utilizados dez dentes, com suas coroas previamente seccionadas, totalizando 20 superfícies de esmalte (vestibular ou lingual) preparadas conforme a metodologia descrita

anteriormente, e subdivididas aleatoriamente em quatro espécimes para cada um dos cinco grupos experimentais.

Utilizando a região central da face vestibular ou lingual, para o grupo 1, foi realizada a aplicação do ácido fosfórico a 37% por 15s, seguida de lavagem com spray de água por 20s e secagem com jato de ar.

Para os grupos 2 e 3, foi aplicado apenas o *primer* autocondicionante dos sistemas adesivos *Clearfil SE Bond* e *AdheSE*, respectivamente. Para os grupos 4 e 5, foi aplicada a solução ácida resultante da mistura dos componentes dos sistemas adesivos autocondicionantes *Adper Prompt L-Pop* e *Xeno III*, respectivamente.

As superfícies de esmalte condicionadas, dos espécimes dos grupos 2 a 5, foram completamente lavadas com banhos alternados de acetona por 20s e etanol por 20s, com a finalidade de remover os *primers* autocondicionantes e componentes resinosos dos sistemas adesivos utilizados<sup>24</sup>.

Após o condicionamento da superfície de esmalte, todos os corpos-de-prova foram desidratados em série crescente de etanóis, a partir de 70% até o absoluto, por 15min em cada solução. Em seguida, foram secos com papel de filtro e montados em bases metálicas, onde receberão uma cobertura de ouro em aparelho de Íons Sputter (SCD/050 - Bal-Tec) para posterior avaliação ao MEV (JSM-6100 - Jeol) no ICB – USP, operando a 10kV com aumento original de 750X.

Para ilustrar os tipos de fraturas, amostras representativas foram submetidas à mesma metodologia para análise em MEV, com aumentos originais de 20X e 200X.

## 5 RESULTADOS

Neste item os dados originais (Apêndice A), obtidos no ensaio de microcisalhamento, foram submetidos à análise estatística descritiva e inferencial.

### 5.1 Análise estatística descritiva

A estatística descritiva é apresentada na Tabela 1, e a seguir, têm-se as representações gráficas: (i) pontos ao redor da média (*Dot Plot*) e correspondentes colunas, médias e desvio padrão (Figura 6); (ii) esquema dos cinco números - *Box and Whisker Plot* (Figura 7).

Tabela 1- Estatística descritiva dos dados de resistência adesiva (MPa) obtidos no ensaio de microcisalhamento (n=12), segundo cinco diferentes sistemas adesivos

Estatística	SB 2	Clearfil	AdheSE	P L-Pop	Xeno III
Média	36,36	30,61	33,03	22,17	32,76
Desvio Padrão	3,34	6,68	7,83	6,05	5,61
C.V. (%)	9,18	21,84	23,72	27,28	17,13
Mínimo	31,89	20,39	21,60	14,84	23,26
1º Quartil	34,65	24,56	25,54	16,65	27,08
Mediana	36,06	30,28	34,62	21,16	34,37
3º Quartil	38,36	38,04	39,08	27,11	35,65
Máximo	44,23	39,52	44,82	33,94	39,94

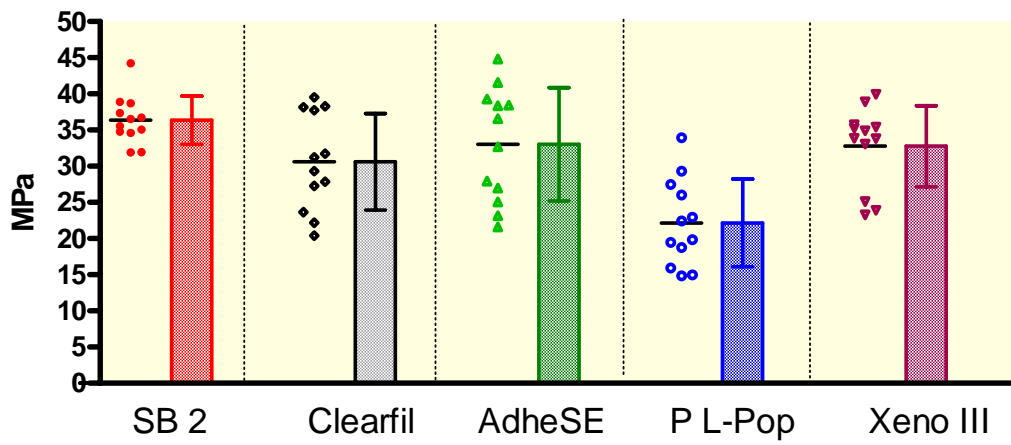


FIGURA 6- Gráfico de pontos ao redor da média (Dot Plot) e correspondente média e desvio padrão dos dados de microcisalhamento (em MPa), segundo os grupos.

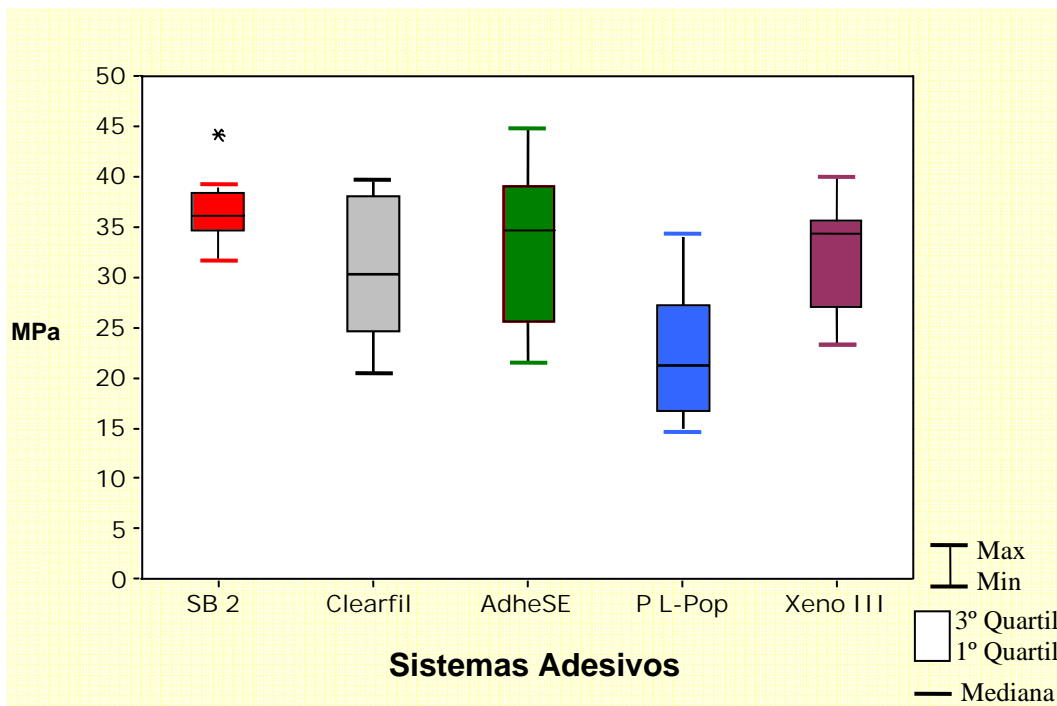


FIGURA 7- Esquema dos cinco números (Box and Whisker Plot) dos dados de microcisalhamento (em MPa) segundo os grupos.



Diante do apresentado acima se verifica quanto à medida de tendência central: (i) mediana, vide Figura 7, que o Single Bond 2 apresenta o maior valor mediano (36,06MPa), o Prompt L-Pop o menor (21,16MPa) e os demais apresentam comportamento intermediário; (ii) média, vide Figura 6, que os adesivos Prompt L-Pop ( $22,17 \pm 6,05$ )\* e Clearfil SE Bond ( $30,61 \pm 6,68$ ) apresentam inferioridade frente aos demais.

Quanto à variabilidade dos dados pode-se observar em relação à Figura 6: (i) há maior dispersão relativa (coeficiente de variação\*\*) de resistência adesiva do Prompt L-Pop ( $cv = 27,28\%$ ), seguido do AdheSE ( $cv = 23,72\%$ ); (ii) em relação à Figura 7, não há sobreposição entre os valores correspondentes à faixa interquartil (dados mais estáveis e importantes) entre o Single Bond 2 e o Prompt L-Pop.

## 5.2 Análise estatística inferencial

Neste item pretende-se testar a hipótese de igualdade entre os grupos, quanto à resistência ao microcissalhamento dos diferentes sistemas adesivos. Para testar essa hipótese, proposição de nosso estudo, foi efetuado o teste de ANOVA – fator único.

Os dados antes de serem submetidos ao teste estatístico ANOVA, foram submetidos ao teste de homogeneidade de variância. Verificou-se que os resíduos foram distribuídos normalmente e, pela distribuição dos pontos, a uniformidade (homocedasticidade) foi conferida, atestando que as variâncias são homogêneas (Figura 8).

---

\* média  $\pm$  desvio padrão

\*\*  $cv = (\text{desvio padrão} / \text{média}) \times 100$

O resultado do teste ANOVA (fator único) é apresentado na Tabela 2.

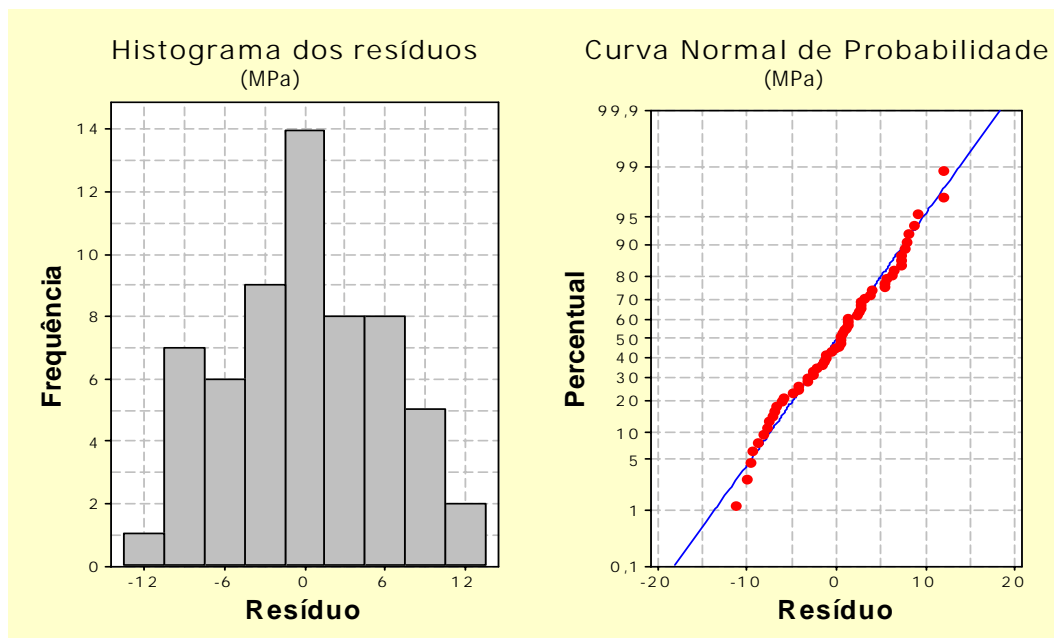


FIGURA 8- Representação gráfica do histograma dos resíduos e curva normal de probabilidade.

Tabela 2 – ANOVA (fator único) para os dados (MPa) obtidos no ensaio de microcisalhamento

Efeito	gl	SQ	QM	Razão F	p-valor
Adesivos	4	1369,80	342,450	9,24	0,0001*
Resíduo	55	2037,41	37,044		
Total	59	3047,21			

\* $p < 0,05$

Da análise da Tabela 2 constata-se que a hipótese de igualdade foi rejeitada. Por meio do teste de comparação múltipla de Tukey (5%), são estabelecidos dois grupos homogêneos (denotados

pelas letras A e B) de mesmo desempenho em termos de resistência adesiva. A Tabela 3 mostra a formação de grupos homogêneos quanto a valores (MPa) medianos de microcisalhamento, de acordo com o grupo.

Tabela 3 - Resultados do Teste de Comparação Múltipla de Tukey (5%)

Sistemas Adesivos	Média	Grupos homogêneos*
Single Bond 2	36,36	A
AdheSE	33,03	A
Xeno III	32,76	A
Clearfil SE Bond	30,61	A
Adper Prompt L-Pop	22,17	B

\* conjuntos que apresentam letras iguais indicam diferença estatisticamente não significante

Pode-se verificar, mediante a Tabela 3, que o adesivo Adper Prompt L-Pop difere estatisticamente dos demais; enquanto os adesivos Single Bond 2, AdheSE, Xeno III e Clearfil SE Bond não apresentam diferença estatisticamente significante.

### 5.3 Resultados da análise de fratura

Após os ensaios mecânicos de microcisalhamento, os corpos-de-prova foram analisados em estereomicroscópio, e classificados conforme os tipos de fratura:

- a) A - fratura adesiva;
- b) CE – fratura coesiva em esmalte;
- c) CRC – fratura coesiva da resina composta;
- d) M – fratura mista.

O Quadro 3 apresenta o número de ocorrências para cada tipo de fratura para as cinco condições experimentais.

Quadro 3 – Tipos de fratura de acordo com a condição experimental.

Condições experimentais		Fratura			
		A	CE	CRC	M
1	<i>Single Bond 2</i>	10			2
2	<i>Clearfil SE Bond</i>	11			1
3	<i>AdheSE</i>	10			2
4	<i>Adper Prompt L-Pop</i>	12			
5	<i>Xeno III</i>	11			1

A seguir, apresentaremos a Figura 9, ilustrando as fraturas encontradas nos espécimes avaliados.

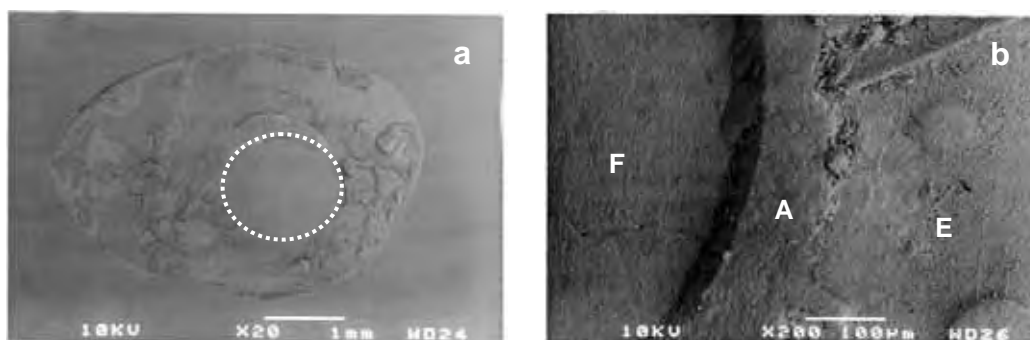


FIGURA 9- Eletromicrografias da análise das fraturas: a) fratura adesiva - aumento de 12X; b) detalhe do sítio da fratura (F), adesivo (A) e esmalte (E) - aumento de 120X.

#### 5.4 Microscopia eletrônica de varredura

Foram selecionadas amostras, preparadas conforme a proposta da pesquisa, para as eletromicrografias (aumento de 440X) que se encontram representadas na Figura 10.

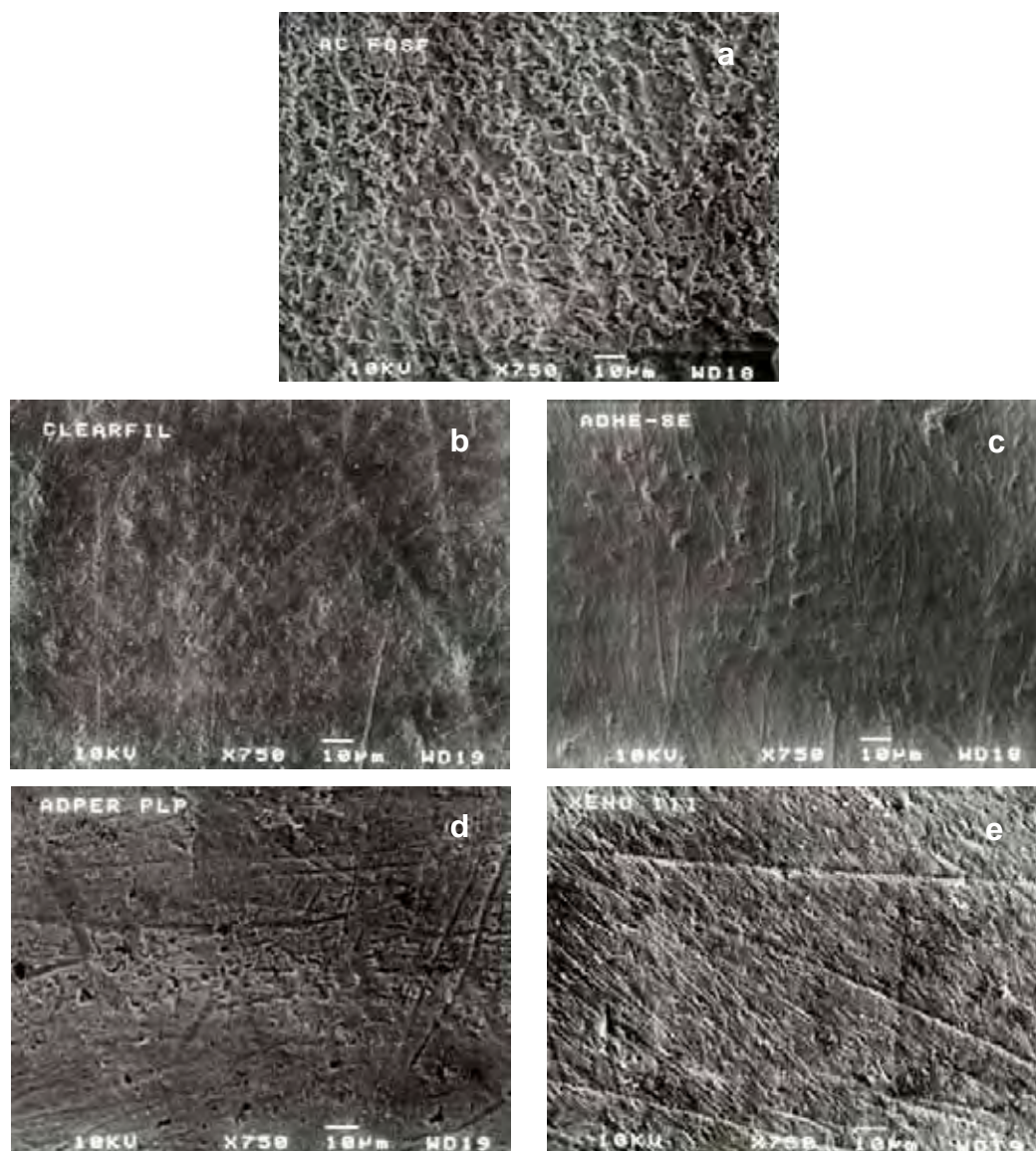


FIGURA 10- Eletromicrografias (aumento de 440X) obtidas após a aplicação de: a) ácido fosfórico a 37% por 15s; b) *primer* autocondicionante do sistema adesivo *Clearfil SE Bond*; c) *primer* autocondicionante do sistema adesivo *AdheSE*; d) solução ácida resultante da mistura dos componentes do sistema adesivo *Adper Prompt L-Pop*; e) solução ácida resultante da mistura dos componentes do sistema adesivo *Xeno III*.

## 6 DISCUSSÃO

O presente estudo avaliou a resistência adesiva, em esmalte dental humano, de cinco diferentes sistemas adesivos, sendo um monocomponente com condicionamento ácido prévio, dois sistemas com *primers* autocondicionantes e dois sistemas adesivos autocondicionantes. Para isto, o teste de microcisalhamento foi utilizado, além da análise das fraturas em estereomicroscópio e eletromicrografias dos padrões de condicionamento em MEV, para avaliar o comportamento *in vitro* destes sistemas adesivos.

A importância crescente da adesão às estruturas dentárias tem tornado evidente a necessidade de informação sobre o comportamento dos materiais que são utilizados para esta finalidade. O desenvolvimento e aprimoramento dos sistemas adesivos resultaram em uma grande quantidade de produtos disponíveis comercialmente para a confecção de restaurações diretas em dentes anteriores e posteriores, selantes de fóssulas e fissuras, cimentação de restaurações indiretas, próteses adesivas e colagem de brackets ortodônticos.

Embora os estudos *in vivo* sejam decisivos para se estabelecer a eficácia e confiabilidade destes materiais, testes comparativos clínicos são extremamente dispendiosos e consumidores de tempo. Os materiais podem se tornar obsoletos pelo tempo necessário para a coleta dos dados clínicos e posterior publicação da pesquisa em periódico. Na ausência de avaliações clínicas, as simulações laboratoriais são de grande importância para se testar e qualificar diferentes técnicas e novos materiais, senão na determinação precisa do desempenho clínico do material, pelo menos como um comparativo entre condições

experimentais semelhantes ou mesmo entre os dados pertinentes ao mesmo estudo<sup>7,34,58,65 e 108</sup>.

Desta forma, os testes de adesão *in vitro* propiciam uma avaliação dos materiais odontológicos de uma maneira rápida e eficaz. No entanto, há uma necessidade de padronização dos testes para que os resultados laboratoriais possam ser substanciados e assim, possa haver uma correlação entre os resultados laboratoriais e clínicos<sup>47,68,96 e 104</sup>.

A adesão ao esmalte usualmente têm sido obtida com eficiência e segurança desde a introdução da técnica do condicionamento ácido, enquanto que a adesão à dentina sempre foi considerada o elo mais fraco das restaurações adesivas, sendo conseqüentemente objeto de inúmeras pesquisas. Com a introdução dos sistemas adesivos autocondicionantes, o ácido fosfórico foi substituído por monômeros acídicos, que não são lavados e são incorporados ao adesivo. Como estes sistemas não requerem o condicionamento ácido separadamente, o interesse das pesquisas se voltou novamente para a adesão ao esmalte<sup>41,46,78,81,82,83 e 91</sup>, que é o objeto de nossa pesquisa. Embora os sistemas autocondicionantes propiciem uma adesão comparada aos sistemas convencionais em dentina, as evidências sugerem que a adesão ao esmalte é inferior<sup>31 e 107</sup>.

Foram utilizados dentes pré-molares humanos de pacientes da faixa etária entre 14 a 16 anos de idade. Este grupo de dentes foi selecionado devido à indicação ortodôntica e para a homogeneização da amostra, além de representarem dentes que já iniciaram a maturação pós-eruptiva do esmalte, mas que ainda não sofreram grandes alterações na cavidade bucal<sup>33 e 77</sup>.

Optou-se pela utilização de dentes humanos e não por dentes bovinos, apesar da maior dificuldade na obtenção dos dentes, devido às diferenças morfológicas existentes entre dentes bovinos e humanos, além de uma maior veracidade nos resultados obtidos com amostras humanas<sup>26,64 e 88</sup>.

Para se quantificar a resistência adesiva, pode-se optar por avaliar as tensões de cisalhamento ou tração, e suas variações que utilizam áreas de adesão diminutas, como por exemplo, os testes de microcisalhamento e de microtração. Alguns autores questionaram a validade do teste de cisalhamento, sugerindo o emprego do teste de tração<sup>3 e 5</sup> e de microtração<sup>2 e 48</sup>, justificando que o teste de cisalhamento não reflete a resistência adesiva da interface esmalte/compósito. No entanto, conforme Cardoso et al.<sup>16</sup> e Fowler et al.<sup>32</sup>, o estresse de cisalhamento é considerado mais representativo das situações clínicas, e é efetivo para comparação entre os dados de um mesmo trabalho.

Van Noort et al.<sup>110</sup> fizeram considerações sobre os diferentes testes de resistência adesiva, e concluíram que nenhum método é ideal, ressaltando a importância da interpretação cautelosa dos dados para a comparação de resultados. De acordo com Giannini et al.<sup>39</sup>, a carga aplicada nos testes pode não se concentrar exclusivamente na interface, sendo distribuída e modificada ao longo dos substratos, dependendo de sua composição e da geometria do teste. Portanto, a resistência intrínseca dos substratos poderia alterar os valores de resistência adesiva.

Optamos pelo teste de microcisalhamento, pois este estudo foi realizado sobre esmalte, que é mais friável que a dentina. Neste método, não há a necessidade de preparo da interface adesiva, como no teste de microtração, que poderia alterar a superfície e danificar o contorno e arranjo dos prismas de esmalte. Além disso, o teste de microcisalhamento utiliza uma área de adesão muito pequena, para se evitar o problema da não-uniformidade do stress ao longo da interface adesiva<sup>89,91,92 e 114</sup>.

Ao avaliar dois métodos de teste de microcisalhamento Foong et al.<sup>31</sup>, compararam a utilização de uma lâmina biselada posicionada paralelamente a interface adesiva para o ensaio, ou um fio ortodôntico (0,2mm de diâmetro) circundando a área de adesão. Segundo



os autores, o método do fio, também utilizado em nosso estudo, mostrou maior confiabilidade nos resultados, apresentando um coeficiente de variação 50% menor do que o obtido pelo método da lâmina, e concluíram que o fio ortodôntico foi capaz de distribuir as tensões de cisalhamento mais uniformemente, por envolver metade da circunferência do cilindro de resina composta e se posicionar mais facilmente na interface adesiva.

Além do tipo de teste, encontramos na literatura divergências quanto ao preparo das amostras, realização ou não de termociclagem e velocidade utilizada no teste. Esta diferença entre as várias metodologias torna mais complexa uma comparação entre os estudos, pois resultados discrepantes entre os vários autores podem também estar relacionados aos vários métodos e materiais utilizados<sup>26,58 e 75</sup>, no entanto, cada um deles contribui para a evolução e os avanços das pesquisas.

Anteriormente ao ensaio mecânico, a superfície de esmalte foi preparada, removendo-se a sua camada aprismática, expondo a camada subjacente que é mais reativa. Após a erupção do dente, as alterações ocorrem na camada externa, onde o fosfato de cálcio hipermineraliza o esmalte e íons flúor podem converter a hidroxiapatita em fluorapatita<sup>44,59,78 e 81</sup>.

Além disso, para a realização dos ensaios de microcisalhamento, é fundamental a obtenção de uma superfície plana, para que o cilindro de resina composta esteja localizado a 90° em relação à superfície do dente, pois isto permite que as tensões incidam paralelamente à superfície dental<sup>75</sup>. E com a fixação dos corpos-de-prova na base metálica, realizada neste estudo, o ponto de aplicação da carga foi idêntico em toda a amostra, havendo uma distribuição uniforme do estresse, e conseqüentemente aplicação de cargas de fratura semelhantes<sup>110</sup>.

Para a confecção dos cilindros aderidos ao esmalte foi utilizada a resina composta híbrida *Filtek Z250*, como nas pesquisas de

diversos autores<sup>5,29,69,70,79,81,82 e 116</sup>, por se tratar de um material de indicação universal, para dentes anteriores e posteriores, e pela compatibilidade com dois dos sistemas adesivos avaliados (*Single Bond 2* e *Adper Prompt L-Pop*), além de possuir 82% de carga de sílica e zircônio em peso. O mesmo compósito foi utilizado para todos os grupos, pois segundo Van Noort et al.<sup>110</sup> e Barkmeier e Erickson<sup>8</sup>, o tipo de resina composta empregada pode afetar os resultados do ensaio mecânico, dependendo de sua quantidade de carga e dureza.

Com relação a termociclagem, a norma da ISO<sup>53</sup> indica a ciclagem térmica como um método adequado para simular o envelhecimento da amostra. Miyazaki et al.<sup>67</sup> e Nikaido et al.<sup>74</sup> concordaram com esta afirmação, relatando que a termociclagem em espécimes sujeitos a testes de adesão é uma maneira de simular-se condições intra-orais.

Carracho et al.<sup>17</sup>, El-Araby e Talic<sup>26</sup> e Jain e Stewart<sup>57</sup> afirmaram que os efeitos da termociclagem são importantes parâmetros na determinação da estabilidade de agentes adesivos. Amostras submetidas à ciclagem térmica em testes de adesão apresentam valores menores do que amostras não termocicladadas, pois durante a termociclagem, a água quente pode acelerar a hidrólise dos compósitos bem como dos adesivos, extraíndo oligômeros polimerizados incompletamente. A redução das propriedades mecânicas dos compósitos e dos agentes adesivos pode contribuir para a redução dos valores de adesão<sup>67</sup>.

A velocidade utilizada nos ensaios também é um fator importante, a norma da ISO<sup>53</sup> recomenda que a velocidade seja de no mínimo 0,45mm/min a no máximo 1,05mm/min. Na literatura encontramos diferentes velocidades sendo aplicadas: 0,5mm/min<sup>16,17,28,38,46,56,64,71,83 e 115</sup>; 1mm/min<sup>10,26,27,67,68,74 e 85</sup> e 5mm/min<sup>9,57,87,97 e 99</sup>.

Hara et al.<sup>47</sup> compararam diferentes velocidades (0,5; 0,75; 1 e 5mm/min) e concluíram que a velocidade utilizada no ensaio

interfere nos resultados obtidos. Com a velocidade de 0,5mm/min, 92,5% das amostras apresentaram falhas adesivas em comparação a 47% (5mm/min), 70% (1mm/min) e 91,6% (0,75mm/min).

A topografia da superfície do esmalte exerce influência significativa na formação e manutenção da adesão química e mecânica aos compósitos. Os diversos condicionamentos da superfície de esmalte podem melhorar a capacidade de molhamento do adesivo e criar microporosidades, facilitando o embricamento mecânico do compósito<sup>15,42 e 43</sup>.

Os sistemas autocondicionantes que incluem os *primers* autocondicionantes e os adesivos autocondicionantes, não necessitam de condicionamento prévio com ácido fosfórico, pois possuem em suas formulações misturas aquosas de monômeros acídicos, como éster-fosfato ou ácido carboxílico, e HEMA<sup>50 e 101</sup>. Além da simplificação, a razão por trás destes sistemas é a desmineralização superficial da estrutura dentária e penetração simultânea com monômeros resinosos que podem ser polimerizados *in situ*<sup>63 e 109</sup>.

Os componentes reativos nos sistemas autocondicionantes são ésteres álcoois bivalentes com ácido metacrílico e ácido fosfórico ou derivados, além dos monômeros hidrofílicos tradicionais, como o HEMA. O resíduo fosfato é responsável por condicionar o esmalte, enquanto que o componente metacrilato da molécula é responsável pela copolimerização com o agente de adesão (*bond*) e a resina composta. Com este processo, não há a necessidade de lavagem dos produtos da reação ou ésteres residuais do ácido fosfórico, pois ambos são subseqüentemente polimerizados na camada de adesão<sup>35,45 e 113</sup>.

Pashley e Tay<sup>78</sup> relataram que os sistemas autocondicionantes podem produzir diferentes padrões de condicionamento no esmalte dependendo de sua agressividade. De acordo com os autores, podem ser classificados em suaves, moderados

ou agressivos, dependendo das constantes de dissociação ácidas de seus monômeros acídicos e da concentração destes na composição dos adesivos.

O sistema com *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond* (pH 2,0) é considerado suave, e sua formulação contém MDP, diferentemente de seu antecessor *Clearfil Liner Bond 2* (*Kuraray*) que possuía Phenyl-P, o que resultava em uma solução com pH entre 0,8 e 1,4<sup>62</sup>. As atuais formulações dos sistemas autocondicionantes que possuem pH mais alto, podem promover uma descalcificação insuficiente para a criação de uma adesão satisfatória, devido a sua baixa acidez<sup>78 e 102</sup>.

O *primer* autocondicionante *AdheSE* (pH 1,4) é considerado moderado, possui uma solução aquosa composta por acrilato de ácido fosfônico, que é um monômero acídico responsável pelo condicionamento da estrutura dental, além de Bis-acrilamida, que permite uma estabilidade hidrolítica em temperatura ambiente, de acordo com o fabricante<sup>55</sup>.

Alguns estudos têm sugerido que os sistemas autocondicionantes com ação mais suave são menos efetivos do que o ácido fosfórico, quando utilizados para adesão em esmalte<sup>29,34,103</sup>. Uma das razões para esta baixa eficiência está no fato do solvente conter não só água como também etanol ou acetona, devido à limitada solubilidade em água dos monômeros contidos nos sistemas autocondicionantes. Torna-se evidente que etanol ou acetona no solvente dos sistemas autocondicionantes diminuem a dissociação dos prótons, portanto, reduzindo a capacidade de condicionamento<sup>104</sup>.

Outras formulações para os sistemas autocondicionantes, com maior capacidade de condicionamento, estão sendo pesquisadas. Um exemplo de adesivo autocondicionante considerado agressivo é o *Xeno III* (pH 1,0), que contém os monômeros HEMA, que funciona como *primer* acídico, e UDMA, que contribui para a resistência coesiva. Além

destes, possui dois monômeros patenteados pelo fabricante, Pyro-EMA e PEM-F, que contribuem para o condicionamento ácido e para a adesão, respectivamente<sup>21</sup>.

Outro adesivo autocondicionante considerado agressivo é o *Prompt L-Pop* (pH 0,8) que possui uma acidez acentuada próxima ao ácido fosfórico 37% (pH 0,6), composto por mono- e di-ésteres fosfóricos metacrilatos combinados em proporções balanceadas, além de uma alta concentração de ésteres ácidos (80%)<sup>106</sup>, muito superior ao *Clearfil SE Bond* (25 a 30%), tornando-o mais agressivo em termos de grau de desmineralização do esmalte<sup>24 e 78</sup>.

Devido à influência da topografia do esmalte na adesão, foi realizada uma análise das amostras em MEV com finalidade ilustrativa, revelando as diferenças nos padrões morfológicos obtidos após o condicionamento do esmalte com cada um dos diferentes sistemas adesivos avaliados (Figura 10).

A diferença na acidez entre os condicionadores pesquisados foi expressa na desmineralização proporcionada no esmalte. A dissolução produzida pelo ácido fosfórico (Figura 10A) resultou em uma estrutura porosa e potencialmente retentiva, com uma predominância do padrão de condicionamento tipo I, com dissolução preferencial do centro dos prismas de esmalte<sup>94</sup>, proporcionando a maior alteração topográfica dentre os condicionadores testados. Resultados semelhantes foram obtidos por Fava et al.<sup>30</sup> e Shintome et al.<sup>93</sup> em dentes decíduos intactos, após condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15s.

Os *primers* autocondicionantes *Clearfil SE Bond* (Figura 10B) e *AdheSE* (Figura 10C) produziram um padrão de condicionamento muito suave mesclado a áreas predominantemente não condicionadas, interagindo apenas superficialmente com o esmalte e com um potencial reduzido para a retenção micromecânica. Fritz et al.<sup>35</sup> observaram uma morfologia semelhante após a aplicação do *Clearfil SE Bond* sobre o esmalte permanente desgastado, corroborando com os resultados de

Cruz et al.<sup>19</sup> e Zanet<sup>118</sup>, que também observaram um padrão de condicionamento discreto deste *primer* autocondicionante em dentes decíduos e permanentes intactos, respectivamente.

De acordo com Miyazaki et al.<sup>67</sup>, a aplicação ativa do *primer* autocondicionante sobre o esmalte melhora sua capacidade de condicionamento, removendo os debris da superfície e proporcionando um padrão de condicionamento mais definido e propício ao embricamento micromecânico, comparando-se a morfologia observada após a aplicação passiva.

Os adesivos autocondicionantes *Adper Prompt L-Pop* (Figura 10D) e *Xeno III* (Figura 10E) produziram um padrão de condicionamento mais retentivo do que o produzido pelos *primers* autocondicionantes. Porém, as porosidades foram menos numerosas e não se assemelharam ao ácido fosfórico, sem uma dissolução capaz de delinear um padrão de condicionamento definido do esmalte. Di Hipólito et al.<sup>24</sup> encontraram resultados semelhantes aos nossos com relação a morfologia criada pelo *primer* autocondicionante *Clearfil SE Bond*, porém, diferentemente de nossos resultados, observaram com o adesivo autocondicionante *Prompt L-Pop* um padrão de condicionamento similar ao ácido fosfórico.

De acordo com Foong et al.<sup>31</sup>, o emprego da lixa d'água 600 resulta em uma superfície de esmalte com uma rugosidade similar ao desgaste com ponta diamantada. Pudemos observar, que após o condicionamento com ácido fosfórico, a morfologia produzida pelo aplainamento da superfície de esmalte foi removida completamente, o que não ocorreu após a aplicação dos sistemas autocondicionantes, concordando com Abo et al.<sup>2</sup>, Hashimoto et al.<sup>48</sup> e Pashley e Tay<sup>78</sup>.

Há discordâncias na literatura sobre o padrão que sistemas autocondicionantes proporcionam em MEV, Hayakawa et al.<sup>50</sup> encontraram padrões de condicionamento definidos com os sistemas autocondicionantes, com a dissolução seletiva do interior dos prismas de

esmalte ou suas periferias, criando microporosidades nas quais a resina composta pode penetrar. No entanto, Brackett et al.<sup>13</sup> e Perdigão e Geraldeli<sup>79</sup>, ao comparar sistemas adesivos convencionais que necessitam de condicionamento ácido prévio com sistemas autocondicionantes, afirmaram que um padrão de condicionamento profundo e interprismático foi observado nos sistemas convencionais, enquanto que os sistemas autocondicionantes apresentaram padrões de condicionamento muito suaves ou praticamente nulos.

Erickson et al.<sup>29</sup> avaliaram em MEV as projeções resinosas na interface adesiva, expostas pela dissolução ácida do esmalte, e observaram que a resina penetrou mais profundamente na superfície do esmalte após o condicionamento com ácido fosfórico e aplicação do *Single Bond*, do que após a aplicação do *Adper Prompt L-Pop*. Houve uma correlação positiva entre a morfologia do esmalte e os valores obtidos no ensaio mecânico, porém, de acordo com os autores não há evidência conclusiva de que as diferenças nos padrões de condicionamento sejam responsáveis por estes resultados.

Embora os sistemas autocondicionantes produzissem um padrão de condicionamento do esmalte menos definido do que o condicionamento com ácido fosfórico, não houve correlação entre a morfologia do esmalte e a resistência adesiva nos estudos de Brackett et al.<sup>13</sup>, Moura et al.<sup>70</sup>, Pashley e Tay<sup>78</sup>, Perdigão et al.<sup>83</sup>, Shimada et al.<sup>92</sup> e Weerasinghe et al.<sup>114</sup>.

Alguns autores<sup>35,48 e 89</sup> preconizam que a menor capacidade de condicionamento dos sistemas autocondicionantes não interfere na sua resistência adesiva, no entanto, Torii et al.<sup>103</sup> e Van Landuyt et al.<sup>107</sup> verificaram que o condicionamento do esmalte com ácido fosfórico, previamente a aplicação do *Clearfil SE Bond*, aumentou significativamente a sua resistência adesiva.

Em pesquisas clínicas, Van Meerbeek et al.<sup>108</sup> relataram que não houve diferença significativa no desempenho clínico de

restaurações utilizando o *Clearfil SE Bond* com ou sem condicionamento ácido prévio, após 2 anos. Perdigão et al.<sup>80</sup>, após 6 meses, não encontraram diferenças significantes com relação a sensibilidade e descoloração marginal em restaurações em resina composta em dentes posteriores, realizadas com *Clearfil SE Bond* ou com um adesivo monocomponente. Denehy et al.<sup>20</sup> não encontraram diferença clínica significativa entre o adesivo *Prompt L-Pop* e um adesivo monocomponente, ao avaliar por 2 anos restaurações em resina composta em dentes posteriores.

Pudemos constatar que os diferentes sistemas adesivos apresentaram efeitos significantes sobre a resistência ao microcisalhamento, porém, baseado no teste de Tukey (Tabela 3), os adesivos *Single Bond 2* ( $36,36 \pm 3,34$ MPa), *AdheSE* ( $33,03 \pm 7,83$ MPa), *Xeno III* ( $32,76 \pm 5,61$ MPa) e *Clearfil SE Bond* ( $30,61 \pm 6,68$ MPa) foram estatisticamente semelhantes entres si; enquanto que o adesivo *Adper Prompt L-Pop* ( $22,17 \pm 6,05$ MPa) foi estatisticamente inferior aos demais.

Na presente pesquisa optamos também por uma representação gráfica, por meio do diagrama do tipo *Box and Whisker Plot* (Figura 7), que coloca em evidência os 50% dos valores mais importantes da amostra analisada e sua distribuição. Nesta Figura, podemos observar que as amostras dos adesivos *Single Bond 2*, *AdheSE*, *Xeno III* e *Clearfil SE Bond* agrupam valores semelhantes de resistência adesiva. Verificamos também que o *Adper Prompt L-Pop* compacta seus valores entre 14,84MPa a 33,94MPa, com o maior coeficiente de variação (27,28%), enquanto que o *Single Bond 2* compacta seus valores entre 31,89MPa a 44,23MPa, com o menor coeficiente de variação (9,18%) e mostrando uma tendência à superioridade em relação aos demais.

Devido às diferenças nas metodologias empregadas nas pesquisas, existe uma controvérsia na literatura quanto aos resultados obtidos nos testes de resistência adesiva. Concordando com nossos resultados, Erickson et al.<sup>29</sup>, utilizando dentes bovinos, observaram



valores de resistência adesiva estatisticamente superiores do *Single Bond 2* com relação ao *Adper Prompt L-Pop*. Kaaden et al.<sup>58</sup>, utilizando o esmalte de molares humanos desgastados com lixa d'água 600, obtiveram valores de adesão semelhantes ao nosso estudo para o adesivo *Clearfil SE Bond* (29,1MPa), que foi estatisticamente superior ao *Adper Prompt L-Pop* (22,4MPa).

Após teste de resistência ao microcissalhamento, Shimada et al.<sup>91</sup> não encontraram diferença significativa entre os adesivos *Single Bond* e *Clearfil SE Bond*, aplicados sobre o esmalte de dentes permanentes e decíduos. No entanto, Perdigão e Geraldini<sup>79</sup>, em esmalte bovino desgastado com ponta diamantada, relataram que o adesivo *Single Bond* (34,9MPa) foi significativamente superior ao *Clearfil SE Bond* (20,4MPa) e ao *Adper Prompt L-Pop* (16,6MPa), sem diferença estatística entre os dois últimos.

Andrade et al.<sup>5</sup>, em esmalte humano, também obtiveram valores de adesão semelhantes aos nossos, sem diferença estatística entre os adesivos *Single Bond* (36,95MPa), *Clearfil SE Bond* (32,39MPa) e *AdheSE* (28,89MPa), porém, não obtiveram diferença significativa também para o *Adper Prompt L-Pop* (28,90MPa). Yamamura et al.<sup>116</sup>, em esmalte bovino desgastado, não encontraram diferença significativa na resistência adesiva entre os sistemas autocondicionantes *Xeno III* (17,70MPa), *AdheSE* (17,47MPa) e *Clearfil SE Bond* (14,62MPa). Por outro lado, Perdigão et al.<sup>81</sup>, em esmalte humano desgastado com ponta diamantada, encontraram valores médios de adesão para os adesivos *Single Bond* (35,8MPa) e *Adper Prompt L-Pop* (26,8MPa) superiores aos adesivos *AdheSE* (23,0MPa) e *Xeno III* (19,5MPa).

Na pesquisa de El-Araby e Talic<sup>26</sup> em molares humanos aplainados com lixa d'água 600, o adesivo *Xeno III* obteve resultados estatisticamente superiores ao *Adper Prompt L-Pop*, porém também foi significativamente superior ao adesivo monocomponente testado pelos autores, mesmo após 10.000 ciclos térmicos. Enquanto Velasquez et

al.<sup>111</sup>, utilizando o mesmo substrato, obtiveram valores de adesão significativamente maiores para o *Clearfil SE Bond* com relação ao *Xeno III*, que foi estatisticamente superior ao *AdheSE*.

Mesmo revelando padrões discretos de condicionamento do esmalte, os adesivos *AdheSE*, *Xeno III* e *Clearfil SE Bond* obtiveram desempenho estatisticamente semelhante ao *Single Bond 2*, que necessita de condicionamento prévio com ácido fosfórico. De acordo com Van Landuyt et al.<sup>107</sup>, se os monômeros funcionais dos sistemas autocondicionantes interagirem quimicamente com a hidroxiapatita, poderiam contribuir para a efetividade da adesão em esmalte apesar da baixa capacidade de condicionamento. A resistência adesiva em esmalte seria então o produto do ligeiro aumento da retenção micromecânica somada a interação química<sup>13</sup>.

Os sistemas autocondicionantes dissolvem a superfície dos prismas de esmalte e alargam os espaços interprismáticos, permitindo a interdifusão dos monômeros resinosos e a hibridização do esmalte intra e interprismático, ao invés da formação de *tags* puramente resinosos, como ocorre nos sistemas que utilizam condicionamento ácido prévio. Este embricamento nanoretentivo entre os prismas de esmalte e a resina explicaria o mecanismo de adesão dos sistemas autocondicionantes, que formariam uma nova estrutura que pode ser considerada uma camada híbrida, apesar do padrão de condicionamento pouco definido observado em MEV<sup>44,73 e 78</sup>.

No estudo de Perdigão et al.<sup>82</sup>, houve uma correlação significativa entre o pH dos sistemas autocondicionantes e a resistência adesiva em esmalte, indicando que a adesão tende a aumentar conforme aumenta a acidez dos agentes condicionadores. Porém, segundo os autores, muitos fatores podem influenciar no grau de desmineralização dos sistemas autocondicionantes, como o tipo e concentração da solução ácida, tempo de condicionamento, formulação dos monômeros acídicos e capacidade tampão da hidroxiapatita. Outros fatores que podem

influenciar decisivamente na magnitude da resistência adesiva em esmalte são a orientação dos prismas de esmalte<sup>31</sup> e a resistência coesiva do adesivo<sup>36</sup>.

Confirmando a influência destes fatores citados acima, Moura et al.<sup>70</sup> observaram em sua pesquisa que os sistemas autocondicionantes de pH mais ácido, apesar do padrão de condicionamento mais retentivo, obtiveram os menores valores de resistência adesiva. Este fato vai de encontro aos nossos resultados, onde o adesivo *Adper Prompt L-Pop* (pH 0,8), obteve desempenho estatisticamente inferior aos adesivos *Xeno III* (pH 1,0), *AdheSE* (pH 1,4) e *Clearfil SE Bond* (pH 2,0).

Teoricamente, a resistência adesiva entre o compósito e o tecido dental deveria ser diretamente proporcional à resistência coesiva do adesivo utilizado<sup>78</sup>, sugerindo uma possível explicação para os valores de adesão encontrados para o *Single Bond 2*, devido a incorporação de nanopartículas de sílica (5 nanômetros de diâmetro) em sua formulação que representam 10% em peso, aumentando a densidade de carga inorgânica do adesivo com relação ao seu antecessor<sup>105</sup>, e conseqüentemente sua resistência adesiva.

Enquanto encontramos autores defendendo a utilização dos sistemas adesivos com condicionamento ácido prévio<sup>13,25,34,46,59,81 e 87</sup>, outros afirmam que sistemas autocondicionantes possuem capacidade tão efetiva quanto os adesivos que utilizam condicionamento ácido<sup>5,26,35,38,45,48,54,58,91 e 114</sup>.

Para um sistema adesivo promover uma retenção efetiva da resina composta em suas diversas aplicações clínicas, além de evitar a formação de fendas marginais e resistir eficientemente à contração de polimerização do material, é necessária uma resistência adesiva em torno de 20MPa<sup>26,45,46,58,68,83 e 98</sup>. Neste estudo, apesar da diferença entre os valores médios de resistência ao microcisalhamento encontrados, todos os sistemas adesivos avaliados obtiveram valores adequados de adesão

ao esmalte acima de 20MPa, independentemente do método de condicionamento empregado em cada material.

Após o rompimento da união entre a resina composta e o esmalte, o modo de fratura foi avaliado em lupa estereoscópica (Quadro 3), onde se verificou uma incidência de 90% de fraturas adesivas (Figura 9), resultados semelhantes foram obtidos nos estudos de El-Araby e Talic<sup>26</sup>, Miyazaki et al.<sup>67</sup>, Perdigão et al.<sup>83</sup>, Reifeis et al.<sup>85</sup> e Shimada et al.<sup>91</sup>.

Estudando as propriedades físicas do esmalte por meio da análise de propagação das fraturas, Hassan et al.<sup>49</sup> demonstraram que as falhas ocorrem preferencialmente ao redor ou entre os prismas, que se comportaram como unidades integrais e foram menos susceptíveis a trincas sob tensão. Em sua pesquisa, Giannini et al.<sup>39</sup> observaram que quando a tensão incidiu paralelamente à orientação dos prismas, a resistência à tração do esmalte foi de 42,2MPa, sugerindo que o estresse se concentrou nas unidades prismáticas mais resistentes e provavelmente foi necessário que todos os prismas fraturassem até que ocorresse a ruptura total.

Os valores médios de resistência adesiva obtidos em nosso estudo variaram de 22,17 a 36,36MPa, que são valores abaixo da resistência à tração do esmalte<sup>39</sup>, justificando a predominância de falhas adesivas, somando-se à geometria do ensaio mecânico realizado. Se altas forças de adesão podem ser obtidas sem induzir falhas coesivas na estrutura dentária, a distribuição de estresse foi uniforme e adequada, e pode-se haver comparação válida dos resultados entre os sistemas adesivos<sup>73</sup>.

No presente estudo, foi avaliada a resistência ao microcissalhamento de cinco diferentes sistemas adesivos ao esmalte dental humano, possibilitando a determinação do comportamento dos sistemas adesivos indicados para a realização de procedimentos restauradores com compósitos, o que vai de encontro com a nossa

proposição inicial. Acreditamos que a resistência adesiva inicial seja importante para se evitar as falhas adesivas e fraturas após a realização dos procedimentos restauradores. Entretanto, inúmeros fatores determinam o comportamento clínico como um todo, e um fator fundamental é a durabilidade em longo prazo da adesão<sup>65 e 67</sup>, devendo ser levada em consideração e futuramente investigada em novas pesquisas.

Ressaltamos que a comparação entre estudos distintos deva ser realizada com cautela, observando-se as diferenças relacionadas às técnicas ou ao material utilizado, levando-se em consideração a importância da padronização dos parâmetros que podem afetar os estudos laboratoriais.

Sugerimos que novos estudos devam ser efetuados, abrangendo outros substratos, sistemas adesivos e técnicas de aplicação destes materiais, para que se minimizem as dúvidas existentes e se fundamentem conclusões acerca da resistência da união dos sistemas adesivos à estrutura dental. Dessa forma, possibilitando a aplicação com segurança dos sistemas adesivos, produzindo restaurações estéticas e biologicamente compatíveis, com perfeito selamento e máxima longevidade.

## 7 CONCLUSÃO

Com base nas condições experimentais em que o presente estudo foi realizado, no método de avaliação empregado e em conformidade com a proposição da nossa pesquisa, podemos concluir que:

- a) o adesivo monocomponente *Single Bond 2* produziu os maiores valores de resistência adesiva; sem diferença estatisticamente significativa para os *primers* autocondicionantes *Clearfil SE Bond* e *AdheSE* e para o adesivo autocondicionante *Xeno III*;
- b) o adesivo autocondicionante *Adper Prompt L-Pop* obteve um desempenho significativamente inferior aos demais.

## 8 REFERÊNCIAS \*

- 1 Abate PF, Rodriguez VI, Macchi RL. Evaporation of solvent in one-bottle adhesives. J Dent. 2000 Aug., 28(6): 437-40.
- 2 Abo T, Uno S, Sano H. Comparison of bonding efficacy of an all-in-one adhesive with a self-etching primer system. Eur J Oral Sci. 2004 June, 112(3): 286-92.
- 3 Aguiar LT, Rezende NPM, Reis A, Loguercio AD, Grande RHM, Ballester RY et al. Tensile bond strength of adhesive systems – effects of primer and thermocycling. Pesq Odontol Bras. 2002 jan./mar., 16(1): 37-42.
- 4 Amendola AB. Avaliação “in vitro” da resistência de união de dois sistemas adesivos dentinários à dentina bovina antes e após termociclagem: teste de cisalhamento e análise estereomicroscópica [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 1999.
- 5 Andrade AP, Russo EMA, Shimaoka AM, Carvalho RCR. Estudo da resistência adesiva de sistemas “*self-etch*” comparados a um sistema “*all-etch*” aplicados ao esmalte e à dentina [abstract Pb216]. Braz Oral Res. 2004 Sept., 18(suppl.): 183.
- 6 Baier RE. Principles of adhesion. Oper Dent. 1992, 17(suppl.5): 1-9.
- 7 Barkmeier WW, Cooley RL. Laboratory evaluation of adhesive systems. Oper Dent. 1992, 17(suppl.5): 50-61.

---

\* Baseado em:

International Committee of Medical Journal Editors. Bibliographic Services Division. Uniform requirements for manuscripts submitted to biomedical journals: simple references [homepage na Internet]. Bethesda: US Nacional Library; c2003 [ disponibilidade em 2006 fev; citado em 20 mar.]. Disponível em : [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

- 8 Barkmeier WW, Erickson RL. Shear bond strength of composite to enamel and dentin using Scotchbond Multi-Purpose. *Am J Dent.* 1994 June, 7(3): 175-9.
- 9 Barkmeier WW, Hammesfahr PD, Latta MA. Bond strength of composite to enamel and dentin using Prime & Bond 2.1. *Oper Dent.* 1999 Jan./Feb., 24(1): 51-6.
- 10 Benderli Y, Gökçe K, Büyükgökçesu S. In vitro shear bond strength of adhesive to normal and fluoridated enamel under various contaminated conditions. *Quintessence Int.* 1999 Aug., 30(8): 570-5.
- 11 Borges AB. A influência de agentes clareadores na resistência de união de um sistema restaurador ao esmalte em função do tempo de armazenamento em saliva artificial [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2003.
- 12 Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc.* 1963 Jan., 66(1): 57-64.
- 13 Brackett WW, Ito S, Nishitani Y, Haisch LD, Pashley DH. The microtensile bond strength of self-etching adhesives to ground enamel. *Oper Dent.* 2006 May-June, 31(3): 332-7.
- 14 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.
- 15 Buonocore MG, Matsui A, Gwinnett AJ. Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. *Arch Oral Biol.* 1968 Jan., 13(1): 61-70.
- 16 Cardoso PEC, Braga RR, Carrilho MRO. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater.* 1998 Nov., 14(6): 394-8.
- 17 Carracho AJL, Chappell RP, Glaros AG, Purk JH, Eick JD. The effect of storage and thermocycling on the shear bond strength of three dentinal adhesives. *Quintessence Int.* 1991 Sept., 22(9): 745-52.



- 18 Christensen GJ. Prevent postoperative tooth sensitivity in Class I, II and V restorations. *J Am Dent Assoc.* 2002 Feb., 133(2): 229-31.
- 19 Cruz AC, Myaki SI, Zanet AC, Zanet CG, Paradella TC, Fava M. Morfologia do esmalte dentário decíduo condicionado por diferentes agentes: estudo ao microscópio eletrônico de varredura. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr.* 2005 set./dez., 5(3): 241-6.
- 20 Denehy GE, Cobb DS, Bouschlicher M, Vargas MA. Two-year clinical evaluation of a self-etching primer/adhesive in posterior composites [abstract 434]. *J Dent Res.* 2002, 81(sp.iss. A): 80.
- 21 Dentsply. Xeno III single step self-etching dental adhesive: scientific compendium. Konstanz; 2002. 23p.
- 22 Devaney MW, Swift EJ Junior, Perdigão J. Shear bond strengths of one-bottle filled adhesives to enamel [abstract 386]. *J Dent Res.* 1999, 78(sp.iss.): 154.
- 23 DeWald JP. The use of extracted teeth for in vitro bonding studies: a review of infection control considerations. *Dent Mater.* 1997 Mar., 13(2): 74-81.
- 24 Di Hipólito V, Góes MF, Carrilho MRO, Chan DCN, Daronch M, Sinhoreti MAC. SEM evaluation of contemporary self-etching primers applied to ground and unground enamel. *J Adhes Dent.* 2005 Autumn, 7(3): 203-11.
- 25 Duke ES. Self-etching adhesives: new science or just a trend? *Compend Contin Edu Dent.* 2002 Dec., 23(12): 1186-7.
- 26 El-Araby AM, Talic YF. The effect of thermocycling on the adhesion of self-etching adhesives on dental enamel and dentin. *J Contemp Dent Pract.* 2007 Feb., 8(2): 17-24.
- 27 El-Kalla I, Garcia-Godoy F. Saliva contamination and bond strength of single-bottle adhesives to enamel and dentin. *Am J Dent.* 1997 Apr., 10(2): 83-7.

- 28 Eminkahyagil N, Gokalp S, Korkmaz Y, Baseren M, Karabulut E. Sealant and composite bond strength to enamel with antibacterial/self-etching adhesives. *Int J Pediatr Dent*. 2005 July, 15(4): 274-81.
- 29 Erickson RL, De Gee AJ, Feilzer AJ. Fatigue testing of enamel bonds with self-etch and total-etch adhesive systems. *Dent Mater*. 2006 Nov., 22(11): 981-7.
- 30 Fava M, Myaki SI, Navarro RS. Efeito de diferentes agentes condicionadores e tempos de aplicação sobre o esmalte de dentes decíduos. *RPG Rev Pos-Grad*. 2000 jan./mar., 7(1): 52-6.
- 31 Foong J, Lee K, Nguyen C, Tang G, Austin D, Ch'ng C et al. Comparison of microshear bond strengths of four self-etching bonding systems to enamel using two test methods. *Aust Dent J*. 2006 Sept., 51(3): 252-7.
- 32 Fowler CS, Swartz ML, Moore BK, Rhodes BF. Influence of selected variables on adhesion testing. *Dent Mater*. 1992 July, 8(4): 265-9.
- 33 Fox NA, McCabe JF, Buckley JG. A critique of bond strength testing in orthodontics. *Br J Orthod*. 1994 Feb., 21(1): 33-43.
- 34 Frankenberger R, Tay FR. Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dent Mater*. 2005 May, 21(5): 397-412.
- 35 Fritz UB, Diedrich P, Finger WJ. Self-etching primers – an alternative to the conventional acid etch technique? *J Orofac Orthop*. 2001 May, 62(3): 238-45.
- 36 Fritz UB, Finger WJ. Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. *Am J Dent*. 1999 Dec., 12(6): 277-82.
- 37 Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res*. 1979 Apr., 58(4): 1364-70.

- 38 Garcia RN, Giannini M, Góes MF. Efeito do armazenamento em água na resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes à dentina [abstract Pb183]. *Braz Oral Res.* 2005 Sept., 19(suppl.): 179.
- 39 Giannini M, Soares CJ, Carvalho RM. Ultimate tensile strength of tooth structures. *Dent Mater.* 2004 May, 20(4): 322-9.
- 40 Gordan VV, Boyer D, Söderholm KJ. Enamel and dentin shear bond strength of two resin modified glass ionomers and two resin based adhesives. *J Dent.* 1998 July/Aug., 26(5-6): 497-503.
- 41 Gordan VV, Vargas MA, Cobb DS, Denehy GE. Evaluation of adhesive systems using acidic primers. *Am J Dent.* 1997 Oct., 10(5): 219-23.
- 42 Gwinnet AJ. Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. *Arch Oral Biol.* 1971 July, 16(7): 731-8.
- 43 Gwinnet AJ, Matsui A. A study of enamel adhesives: the physical relationship between enamel and adhesive. *Arch Oral Biol.* 1967 Dec., 12(12): 1615-20.
- 44 Hannig M, Bock H, Bott B, Hoth-Hannig W. Inter-crystallite nanoretention of self-etching adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy. *Eur J Oral Sci.* 2002 Dec. 110(6): 464-70.
- 45 Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs. phosphoric acid: an alternative concept for composite to enamel bonding. *Oper Dent.* 1999 May/June, 24(3): 172-80.
- 46 Hara AT, Amaral CM, Pimenta LAF, Sinhoreti MAC. Shear bond strength of hydrophilic adhesive systems to enamel. *Am J Dent.* 1999 Aug., 12(4): 181-4.
- 47 Hara AT, Pimenta LAF, Rodrigues AL Junior. Influence of cross-head speed on resin-dentin shear bond strength. *Dent Mater.* 2001 Mar., 17(2): 165-9.

- 48 Hashimoto M, Ohno H, Yoshida E, Hori M, Sano H, Kaga M et al. Resin-enamel bonds made with self-etching primers on ground enamel. *Eur J Oral Sci.* 2003 Oct., 111(5): 447-53.
- 49 Hassan R, Caputo AA, Bunshah RF. Fracture toughness of human enamel. *J Dent Res.* 1981 Apr., 60(4): 820-7.
- 50 Hayakawa T, Kikutake K, Nemoto K. Influence of self-etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel. *Dent Mater.* 1998 Mar., 14(2): 99-105.
- 51 Holtan JR, Nystrom GP, Phelps RA, Anderson TB, Becker WS. Influence of different etchants and etching times on shear bond strength. *Oper Dent.* 1995 May-June, 20(3): 94-9.
- 52 Hoss JC. Clinical findings using a self-etching primer. *Dent Today.* 1999 Sept., 18(9): 102-3.
- 53 International Organization for Standardization. ISO/TS 11405: Dental Materials - Testing of adhesion to tooth structure. 2.ed. Geneva; 2003.
- 54 Irie M, Suzuki K, Watts DC. Immediate performance of self-etching versus system adhesives with multiple light-activated restoratives. *Dent Mater.* 2004 Nov., 20(9): 873-80.
- 55 Ivoclar Vivadent. AdheSE/AdheSE Activator: Scientific Documentation. Schaan, 2004. 20p.
- 56 Iwami Y, Yamamoto H, Kawai K, Ebisu S. Effect of enamel and dentin surface wetness on shear bond strength of composites. *J Prosthet Dent.* 1998 July, 80(1): 20-6.
- 57 Jain P, Stewart GP. Effect of dentin primer on shear bond strength of composite resin to moist and dry enamel. *Oper Dent.* 2000 Jan./Feb., 25(1): 51-8.
- 58 Kaaden C, Powers JM, Friedl KH, Schmalz G. Bond strength of self-etching adhesives to dental hard tissues. *Clin Oral Investig.* 2002 Sept., 6(3):155-60.

- 59 Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent.* 1999 Sept., 27(7): 523-30.
- 60 Kitasako Y, Nakajima M, Pereira PNR, Okuda M, Sonoda H, Otsuki M et al. Monkey pulpal response and microtensile bond strength beneath a one-application resin bonding system *in vivo*. *J Dent.* 2000 Mar., 28(3): 193-8.
- 61 Kugel G, Habib C, Zammitti S. Enamel and dentin surfaces after treatment with adhesion conditioners using environmental SEM [abstract 2260]. *J Dent Res.* 1993, 72(sp.iss.): 386.
- 62 Kuraray. Clearfil SE Bond Resin-Based Dental Adhesive System: Technical information. Osaka; 1999. 16p.
- 63 Lopes GC, Baratieri LN, Andrada MAC, Vieira LCC. Dental adhesion: present state of the art and future perspectives. *Quintessence Int.* 2002 Mar., 33(3): 213-24.
- 64 Lopes MB, Sinhoreti MAC, Sobrinho LC, Consani S. Comparative study of the dental substrate used in shear bond strength tests. *Pesq Odontol Bras.* 2003 abr./jun., 17(2): 171-5.
- 65 Li HP, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of long term storage on nanoleakage. *Oper Dent.* 2001 Nov./Dec., 26(6): 609-16.
- 66 Miller RA. Laboratory and clinical evaluation of a self-etching primer. *J Clin Orthod.* 2001 Jan., 35(1): 42-5.
- 67 Miyazaki M, Hinoura K, Honjo G, Onose H. Effect of self-etching primer application method on enamel bond strength. *Am J Dent.* 2002 Dec., 15(6): 412-6.
- 68 Miyazaki M, Hirohata N, Takagaki K, Onose H, Moore K. Influence of self-etching primer drying time on enamel bond strength of resin composites. *J Dent.* 1999 Mar., 27(3): 203-7.
- 69 Miyazaki M, Iwasaki K, Onose H, Moore K. Enamel and dentin bond strengths of single application bonding systems. *Am J Dent.* 2001 Dec., 14(6): 361-6.

- 70 Moura SK, Pelizzaro A, Dal Bianco K, de Goes MF, Loguercio AD, Reis A et al. Does the acidity of self-etching primers affect bond strength and surface morphology of enamel? *J Adhes Dent*. 2006 Apr., 8(2): 75-83.
- 71 Mussolino ZM, Borsatto MC, Turbino ML. Resistência ao cisalhamento de um selante associado a componentes de um sistema adesivo dental. *Rev Odontol Univ São Paulo*. 1998 out./dez., 12(4): 389-94.
- 72 Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*. 1982 May, 16(3): 265-73.
- 73 Nakabayashi N, Pashley DH. *Hybridization of dental hard tissues*. 2.ed. Chicago: Quintessence Publishing Co.; 1998. 128p.
- 74 Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S et al. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater*. 2002 May, 18(3): 269-75.
- 75 Øilo G. Bond strength testing: what does it mean? *Int Dent J*. 1993 Oct., 43(5): 492-8.
- 76 Oliveira WJ. *Avaliação da resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes [tese]*. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2001.
- 77 Paradella TC. *Resistência ao cisalhamento de diferentes sistemas adesivos no esmalte dental [dissertação]*. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2004.
- 78 Pashley DH, Tay FR. Agressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater*. 2001 Sept., 17(5): 430-44.

- 79 Perdigão J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *J Esthet Restor Dent.* 2003, 15(1): 32-41.
- 80 Perdigão J, Geraldeli S, Hodges JS. Total-etch versus self-etch adhesive: effect on postoperative sensitivity. *J Am Dent Assoc.* 2003 Dec., 134(12): 1621-9.
- 81 Perdigão J, Gomes G, Duarte S Junior, Lopes MM. Enamel bond strengths of pairs of adhesives from the same manufacturer. *Oper Dent.* 2005 July-Aug., 30(4): 492-9.
- 82 Perdigão J, Gomes G, Lopes MM. Influence of conditioning time on enamel adhesion. *Quintessence Int.* 2006 Jan., 37(1): 35-41.
- 83 Perdigão J, Lopes L, Lambrechts P, Leitão J, Van Meerbeek B, Vanherle G. Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. *Am J Dent.* 1997 June, 10(3): 141-6.
- 84 Pucci CR. Estudo comparativo *in vitro* da resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos em dentina humana: uso do hipoclorito de sódio em sistemas convencionais ou *primers* acidificados [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2002.
- 85 Reifeis PE, Cochran MA, Moore BK. An *in vitro* shear bond strength study of enamel/dentin bonding systems on enamel. *Oper Dent.* 1995 Sept./Oct., 20(5): 174-9.
- 86 Rodrigues LE Filho, Lodovici E. Entendendo a utilização de um sistema adesivo autocondicionante. *Rev Assoc Paul Cir Dent.* 2003 jan./fev., 57(1): 53-7.
- 87 Rosa BT, Perdigão J. Bond strengths of nonrinsing adhesives. *Quintessence Int.* 2000 May, 31(5): 353-8.
- 88 Rueggeberg FA. Substrate for adhesion testing to tooth structure – review of the literature. *Dent Mater.* 1991 Jan., 7(1): 2-10.

- 89 Sadr A, Ghasemi A, Shimada Y, Tagami J. Effects of storage time and temperature on the properties of two self-etching systems. *J Dent.* 2007 Mar., 35(3): 218-25.
- 90 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.
- 91 Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent.* 2002 July/Aug., 27(4): 403-9.
- 92 Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater.* 2002 July, 18(5): 380-8.
- 93 Shintome LK, Fava M, Myaki SI. Condicionamento ácido em diferentes regiões do esmalte de molares decíduos. *Pós-Grad Rev Fac Odontol São José dos Campos.* 2001 jan./abr., 4(1): 27-31.
- 94 Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fejerskov O. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. *Caries Res.* 1975, 9(5): 373-87.
- 95 Sinhoreti MAC, Lopes MB, Konno ANK, Sobrinho LC, Consani S. Aspectos morfológicos e resistência ao cisalhamento em função dos condicionantes de esmalte e dentina. *Pós-Grad Rev Fac Odontol São José dos Campos.* 2000 jan./jun., 3(1): 20-8.
- 96 Stanley HR. Guest editorial: an urgent plea for standardized bonding adhesion test. *J Dent Res.* 1993 Oct., 72(10): 1362-3.
- 97 Strukowska A, Wang Y, Sharp L. Shear bond strength of five self-etching adhesive systems on dentin and enamel [abstract 391]. *J Dent Res.* 2002, 81(sp.iss.): 74.
- 98 Swift EJ Junior, Perdigão J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence Int.* 1995 Feb., 26(2): 95-110.



- 99 Swift EJ Junior, Perdigão J, Heymann HO. Enamel bond strengths of “one-bottle” adhesives. *Pediatr Dent*. 1998 July-Aug., 20(4): 259-62.
- 100 Swift EJ Junior, Perdigão J, Heymann HO, Ritter AV. Shear bond strengths of one-bottle adhesives to moist enamel. *J Esthet Dent*. 1999, 11(2): 103-7.
- 101 Toledano M, Osorio R, De Leonardi G, Rosales-Leal JI, Ceballos L, Cabrerizo-Vilchez MA. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent*. 2001 Aug., 14(4): 205-10.
- 102 Torii Y, Itou K, Hikasa R, Iwata S, Nishitani Y. Enamel tensile bond strength and morphology of resin-enamel interface created by acid etching system with or without moisture and self-etching priming system. *J Oral Rehabil*. 2002 June, 29(6): 528-33.
- 103 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.
- 104 Torii Y, Itou K, Nishitani Y, Yoshiyama M, Ishikawa K, Suzuki K. Effect of self-etching primer containing N-acryloyl aspartic acid on enamel adhesion. *Dent Mater*. 2003 June, 19(4): 253-8.
- 105 3M ESPE. Sistema adesivo Adper Single Bond 2: Perfil técnico do produto. St. Paul; 2004. 26p.
- 106 3M ESPE. Adper Prompt Self-Etch Adhesive: A Collection of Scientific Results. St. Paul; 2005. 60p.
- 107 Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. *J Dent*. 2006 Jan., 34(1): 77-85.

- 108 Van Meerbeek B, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt KL, Lambrechts P, Peumans M. A randomized controlled study evaluating the effectiveness of a two-step self-etch adhesive with and without selective phosphoric-acid etching of enamel. *Dent Mater.* 2005 Apr., 21(4): 375-83.
- 109 Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *J Dent.* 1998 Jan., 26(1): 1-20.
- 110 Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent.* 1989 Apr., 17(2): 61-7.
- 111 Velasquez LM, Sergent RS, Burgess JO, Mercante DE. Effect of placement agitation and placement time on the shear bond strength of 3 self-etching adhesives. *Oper Dent.* 2006 July-Aug., 31(4): 426-30.
- 112 Watanabe I, Nakabayashi N. Bonding durability of photocured Phenyl-P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin. *Quintessence Int.* 1993 May, 24(5): 335-42.
- 113 Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a Phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res.* 1994 June, 73(6): 1212-20.
- 114 Weerasinghe DS, Nikaido T, Wettasinghe KA, Abayakoon JB, Tagami J. Micro-shear bond strength and morphological analysis of a self-etching primer adhesive system to fluorosed enamel. *J Dent.* 2005 May, 33(5): 419-26.
- 115 Woronko GA Junior, St Germain HA Junior, Meiers JC. Effect of dentin primer on the shear bond strength between composite resin and enamel. *Oper Dent.* 1996 May-June, 21(3): 116-21.
- 116 Yamamura AL, Lia MS, Torres CRG, Balsamo M, Pucci CR, Borges AB et al. Avaliação da resistência adesiva ao esmalte de sistemas adesivos autocondicionantes de 6ª e 7ª gerações [abstract Ia107]. *Braz Oral Res.* 2005 Sept., 19(suppl.): 58.

- 117 Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley DH. Regional bond strengths of self-etching/self-priming adhesive systems. *J Dent.* 1998 Sept., 26(7): 609-16.
- 118 Zanet CG. Efeito de agentes condicionadores ácidos na superfície do esmalte dental: estudo ao microscópio eletrônico de varredura [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2002.

## APÊNDICE A – Resistência adesiva por grupo experimental

Tabela 4 – Valores de resistência adesiva ao microcisalhamento (MPa) de todos os corpos-de-prova

Corpos-de-prova	Grupos Experimentais				
	<b>SB 2</b>	<b>Clearfil</b>	<b>AdheSE</b>	<b>P L-Pop</b>	<b>Xeno III</b>
1	44,23	37,73	25,05	29,33	23,88
2	36,54	27,28	32,68	15,94	35,27
3	38,91	27,86	39,29	14,97	35,41
4	31,94	31,71	38,34	27,46	35,73
5	34,62	38,27	23,16	18,76	39,94
6	35,05	39,52	36,56	22,94	38,9
7	38,69	38,14	38,43	19,86	33,85
8	35,58	29,33	44,82	19,46	34,88
9	36,74	20,39	41,56	26,04	23,26
10	37,37	23,65	27,93	33,94	33,05
11	34,76	22,17	21,6	14,84	33,82
12	31,89	31,22	26,99	22,45	25,09

## ANEXO A – Certificado do Comitê de Ética em Pesquisa – Local.

  UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS CAMPOS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
Av. Eng. Francisco José Longo, 777 - Rd. São Diniz  
CEP 12201-970 - F. (12) 3947-9028  
Fax (12) 3947-9010 / [msfy@fojcamosp.br](mailto:msfy@fojcamosp.br)



### **CERTIFICADO**

Comitê de Ética em Pesquisa-Local

CERTIFICAMOS, que o protocolo nº 024/2006-PH/CEP, sobre “Resistência ao microcissalhamento de diferentes sistemas adesivos no esmalte dental”, sob a responsabilidade de **MARCOS PAULO NAGAYASSU**, está de acordo com os Princípios Éticos, seguindo diretrizes e normas regulamentadoras de pesquisa, envolvendo seres humanos, conforme Resolução nº 196/96 do Conselho Nacional de Saúde e foi aprovado por este Comitê de Ética em Pesquisa.

São José dos Campos, 20 de abril de 2006.

Profa. Dra. Suely Carvalho Mutti Naressi  
Coordenadora do Comitê de Ética em Pesquisa-Local

Nagayassu MP. *Micro-shear bond strength of different adhesive systems to human enamel* [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2007.

### **ABSTRACT**

*The aim of this in vitro study was to evaluate the micro-shear bond strength of 5 adhesive systems to enamel, one single-bottle acid-etch adhesive (O), two self-etching primers (P) and two all-in-one self-etching adhesives (S). Sixty premolar enamel surfaces (buccal or lingual) were ground flat with 400- and 600-grit SiC papers and randomly divided into 5 groups (n=12), according to adhesive system: SB2 - Single Bond 2 (O); CSE - Clearfil SE Bond (P); ADS - AdheSE (P); PLP - Adper Prompt L-Pop (S); XE3 - Xeno III (S). Tygon tubing (internal diameter of 0,8mm) restricted the bonding area to obtain the resin composite (Z250) cylinders. After storage in distilled water at 37°C for 24h and thermocycling, micro-shear testing was performed (crosshead speed of 0.5mm/min). Data were submitted to one-way ANOVA and Tukey test ( $\alpha=5\%$ ). Mean bond strength values (MPa $\pm$ SD) and the results of Tukey test were: SB2: 36.36( $\pm$ 3.34)a; ADS: 33.03( $\pm$ 7.83)a; XE3: 32.76( $\pm$ 5.61)a; CSE: 30.61( $\pm$ 6.68)a; PLP: 22.17( $\pm$ 6.05)b. Groups with the same letter were not statistically different. It can be concluded that no significant difference was there between SB2, ADS, XE3 and CSE, in spite of different etching patterns of these adhesives. Only PLP presented statistically lower bond strengths compared with others.*

**KEYWORDS:** *bonding agents; dental enamel; shear strength*