



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

MAURICIO YUGO DE SOUZA

**AVALIAÇÃO DA EFICÁCIA DO ETANOL NA RESISTÊNCIA DE
UNIÃO À DENTINA UTILIZANDO ADESIVO CONVENCIONAL E
AUTOCONDICIONANTE SOB ENVELHECIMENTO**

2016

MAURICIO YUGO DE SOUZA

**AVALIAÇÃO DA EFICÁCIA DO ETANOL NA RESISTÊNCIA DE
UNIÃO À DENTINA UTILIZANDO ADESIVO CONVENCIONAL E
AUTOCONDICIONANTE SOB ENVELHECIMENTO**

Dissertação apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, para obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Área de Dentística.

Orientadora: Profa. Adj. Rebeca Di Nicoló

Coorientador: Prof. Adj. Eduardo Bresciani

São José dos Campos

2016

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2016]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Souza, Mauricio Yugo de

Avaliação da eficácia do etanol na resistência de união à dentina utilizando adesivo convencional e autocondicionante sob envelhecimento / Mauricio Yugo de Souza. - São José dos Campos : [s.n.], 2016. 68 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2016.

Orientadora: Rebeca Di Nicolo

Coorientador: Eduardo Bresciani

1. Etanol. 2. Dentina. 3. Envelhecimento. I. Di Nicolo, Rebeca, orient. II. Bresciani, Eduardo, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Adj. Rebeca Di Nicoló (Orientadora)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Adj. Alessandra Bühler Borges

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Levy Anderson César Alves

Universidade de Guarulhos (UnG)

São José dos Campos, 09 de dezembro de 2016.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha mãe Márcia e aos meus irmãos Marcello e Marcel, pelo total apoio e confiança que depositaram em mim nesse último ano, para que eu conseguisse finalizar o meu curso de Mestrado. Muito obrigado, amo vocês!

Agradeço especialmente ao meu pai Mário (in memoriam), pois sempre estive ao meu lado em todas minhas decisões, me apoiou e deu todas as condições necessárias para que este momento se realizasse. TE AMO.

Aos professores da Dentística (Taciana, Alessandra, Sérgio, Clóvis, César e Maria Filomena) e funcionárias (Josiana e Fernanda) do Departamento de Odontologia Restauradora da UNESP Campus de São José dos Campos, pela atenção e companheirismo.

Em especial à minha orientadora Professora Adjunta Rebeca Di Nicoló, que me incentivou e acolheu com grande carinho, sempre muito compreensiva e disposta em me ajudar. Além do meu coorientador Professor Adjunto Eduardo Bresciani, agradeço pelos ensinamentos transmitidos, por ter sido sempre tão próximo, acessível, e generoso em todos os momentos. Nossa convivência fez minha admiração por vocês só aumentar, não só como professores, mas também como pessoas. Muito obrigado!

Aos colegas da pós-graduação pelo companheirismo diário. Em especial aos amigos que levarei para a vida toda, Ana Luiza, Mariane e Rafael, que sempre estavam dispostos, fornecendo muita força para superar com mais facilidade, os dias difíceis e pesados, com muitas conversas e risadas. Admiro a calma de uma, a disposição da outra e do último, mas nem por isso menos importante, a força de vontade.

SUMÁRIO

RESUMO	05
ABSTRACT	06
1 INTRODUÇÃO	07
2 REVISÃO DE LITERATURA	10
2.1 Técnica de adesão com etanol.....	10
2.2 Sistemas adesivos	19
2.3 Envelhecimento Artificial	26
3 PROPOSIÇÃO	31
4 MATERIAL E MÉTODOS	32
4.1 Delineamento Experimental	32
4.2 Preparo dos Espécimes	33
4.3 Divisão dos Grupos Experimentais	35
4.4 Aplicação do Sistema Adesivo	36
4.5 Confecção dos Blocos de Resina	38
4.6 Ciclagem Mecânica.....	39
4.7 Ciclagem Térmica.....	39
4.8 Obtenção dos Palitos.....	40
4.9 Teste de Microtração.....	42
4.10 Análise das Fraturas.....	42
4.11 Planejamento Estatístico.....	44
5 RESULTADO	45
5.1 Análise Ilustrativa da Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV..	48
5.2 Gráfico com a Análise de fraturas.....	50
6 DISCUSSÃO.....	52
6.1 Etanol x Envelhecimento.....	52
6.2 Etanol x Modo de aplicação.....	54
6.3 Envelhecimento x Modo de aplicação.....	57
7 CONCLUSÃO.....	61
REFERENCIAS.....	62
ANEXO.....	68

Souza MY. Avaliação da eficácia do etanol na resistência de união à dentina utilizando adesivo convencional e autocondicionante sob envelhecimento [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2016.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do etanol na longevidade de união de diferentes modos de aplicação do sistema adesivo ao substrato dentinário bovino, através do teste de microtração. Foram utilizados 80 incisivos bovinos, os quais tiveram a superfície dentinária da face vestibular exposta e a padronização da *smear layer*. Após a padronização, os espécimes foram divididos aleatoriamente em 2 grupos, **Grupo Com Etanol (GE)** e **Grupo Sem Etanol (GS)** e após, subdivididos de acordo com a forma de aplicação do sistema adesivo, **Condicionamento Ácido Convencional (GEC, GSC)** e **Autocondicionante (GEA, GSA)**. Sobre a superfície tratada foram confeccionados blocos de resina com auxílio de matriz de silicone e armazenados em água deionizada a 37 °C, por um período de 48 h. Após a cura da resina, metade dos espécimes foi submetida ao envelhecimento termomecânico resultando nos seguintes grupos (n= 10): *GEC sem Envelhecimento (GECSE)*, *GEC Envelhecido (GECE)*, *GSC Sem Envelhecimento (GSCSE)*, *GSC Envelhecido (GSCE)*, *GEA Sem Envelhecimento (GEASE)*, *GEA Envelhecido (GEAE)*, *GSA Sem Envelhecimento (GSASE)* e *GSA Envelhecido (GSAE)*. Foram obtidos palitos resina/dentina com área adesiva medindo aproximadamente 1x1 mm, e submetidos ao teste de microtração em máquina de ensaios Universal DL-200MF (EMIC). Os dados foram analisados pelos testes ANOVA a três fatores e Tukey ($\alpha = 5\%$). Houve interação entre os três fatores ($p = 0,0003$). O modo de aplicação foi semelhante, exceto para o GSAE que foi maior que o GSCE. A utilização do etanol resultou em valores superiores de microtração, exceto para GECSE que foi similar a GSCSE. Para os grupos envelhecidos, os valores foram inferiores, exceto quando da utilização do etanol, no qual os resultados não foram influenciados pelo envelhecimento. Conclui-se que utilização do etanol resultou em valores de microtração superiores, principalmente quando associado ao envelhecimento. O modo de aplicação do adesivo de forma geral não influenciou nos resultados.

Palavras-chave: Etanol. Dentina. Envelhecimento.

Souza MY. *Evaluation of the ethanol effectiveness on bond strength to dentin using etch-and-rinse and self-etching adhesives after aging [dissertation].* São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2016.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of ethanol on the longevity on adhesion by different application ways of adhesive system to bovine dentin substrate, through the microtensile test. Eighty bovine incisors were used, which had buccal dentin exposed and the standardization of smear layer obtained by sandpaper polishing (600 SiC, Fepa-P). After standardization, the specimens were randomly divided into 2 groups, With Ethanol Group (GE) and No Ethanol Group (GS) and further, subdivided according to the application ways into: Conventional Acid conditioning (GEC, GCH) and self-etching (GEA, GSA). Resin blocks were built over the treated surface using a silicon mold and specimens were stored in deionized water at 37°C for 48 hours. After resin lightcuring, half of the specimens was subjected to thermomechanical aging resulting in the following groups (n = 10): GEC No Aging (GECSE), GEC Aged (GECE), GSC No Aging (GSCSE), GSC Aged (GSCE), GEA No Aged (GEASE), GEA Aged (GEAE), GSA No Aging (GSASE) e GSA Aged (GSAE). Resin/Dentin sticks measuring approximately 1x1 mm were obtained and subjected to microtensile test in universal testing machine Universal DL-200MF (EMIC). Data were analyzed by three-way ANOVA and Tukey tests ($\alpha = 5\%$). There was interaction between the three factors ($p = 0.0003$). The application way was similar except for GSAE which was highest than GSCE. The use of ethanol resulted in higher values of microtensile except for GECSE which was similar to GSCSE. For the aged group, the values were below, except when the use of ethanol, in which the results were not affected by aging. It is concluded that use of ethanol resulted in higher microtensile bond strength values, especially when associated with aging. The application way of universal adhesive system did not influence the results.

Keywords: Ethanol. Dentin. Aging.

1 INTRODUÇÃO

Com a constante evolução das pesquisas em relação aos sistemas adesivos e a estrutura dental é possível o aprimoramento de técnicas restauradoras com o objetivo de preservar a estrutura dentária sadia (Bello et al., 2011).

A diferença de composição entre as estruturas do esmalte e dentina promove respostas distintas em relação ao condicionamento ácido, necessário para obtenção da adesão de materiais. No esmalte esta adesão é facilitada devido a maior quantidade de matéria inorgânica, os cristais de hidroxiapatita que permitem a formação de tags resinosos, enquanto que na dentina, devido à sua composição apresentar uma maior quantidade de matéria orgânica como fibras colágenas, prolongamento dos odontoblastos e fluido dentinário, a adesão é mais complexa (Perdigão, Loguercio, 2014a).

Com o objetivo de simplificar a técnica de restaurações diretas, foi proposto o uso dos sistemas adesivos autocondicionantes, que eliminam a necessidade do condicionamento ácido total previamente à aplicação dos sistemas adesivos, característica que aumentou a popularidade e facilitou o seu uso, devido ao menor número de passos clínicos. O mecanismo de ação desses adesivos se dá pela infiltração e desmineralização que ocorrem simultaneamente no substrato, portanto, elimina possíveis danos que a técnica de condicionamento ácido total poderia causar e promove um melhor selamento. Isto resulta em menor ou nenhuma sensibilidade pós-operatória, além de formar uma camada híbrida mais homogênea e conseqüentemente influenciando na longevidade da restauração, pois para esses adesivos o risco de falhas na penetração é baixo ou inexistente (Fecury et al., 2006, Cardoso et al., 2008, Bello et al., 2011, Ahn et al., 2015). Conforme há o aumento da profundidade dentinária, os monômeros ácidos são gradualmente tamponados pelo conteúdo mineral do substrato, perdendo sua capacidade de condicionar a dentina (Van Meerbeek et al., 2011).

Independente do modo de aplicação, para que haja uma união estável entre o material e o substrato dentinário, é necessário que a dentina permaneça úmida, conseqüentemente permitindo a penetração dos sistemas adesivos entre as fibras colágenas, originando a camada híbrida e posterior união.

Uma evolução dos sistemas adesivos são sistemas adesivos universais, que podem ser aplicados ao substrato dentário, através da técnica de condicionamento total ou autocondicionante. Os adesivos universais apresentam em sua composição, além dos monômeros acídicos, o 10 MDP, que é capaz de realizar união química com a dentina por meio da quelação do cálcio, sendo que este tipo de ligação é mais estável, favorecendo assim, a união dos adesivos ao substrato. (Inoue et al., 2005; Perdigão et al., 2014b; Yokota et al., 2016).

Outra alternativa para tentar superar os problemas causados pela incompleta penetração da maioria dos sistemas adesivos e pela alta afinidade por água, foi proposta a técnica de ligação com substratos úmidos por etanol.

O etanol tem maior capacidade solvente e menor capacidade de ligação de hidrogênio do que a água, sendo utilizado para desidratação química da rede de colágeno desmineralizada. A fim de criar uma matriz de colágena relativamente hidrofóbica, através da remoção de água do substrato, dificultando a hidrólise da interface adesiva, permitindo que haja infiltração dos monômeros resinosos e conseqüentemente formação da camada híbrida. Existem duas técnicas de ligação com substratos úmidos por etanol. A substituição progressiva, em que a saturação de etanol é obtida usando concentrações crescentes de etanol, levando cerca de 3-4 min, tornando este procedimento mais demorado e pouco prático para aplicação clínica (Sadek et al., 2010a). A outra técnica consiste no protocolo simplificado, obtendo-se a desidratação, com único passo através da aplicação de etanol a 100% por 1 minuto, sendo um tempo clinicamente aceitável (Sauro et al., 2010). No entanto, devido à alta volatilidade do etanol, a técnica é extremamente sensível, não ocorrendo à substituição completa da água e não podendo ser usado com sucesso com adesivos hidrófobos (Nagpal et al., 2015).

Nesta técnica a camada híbrida é menos hidrofílica e mais resistente à degradação hidrolítica causada por enzimas endógenas como as metaloproteinases (MMPs), proporcionando maior longevidade, devido a uma proteção eficaz do colágeno (Breschi et al., 2008). Ainda não existem estudos relatando a utilização da técnica da dentina úmida em etanol com sistemas adesivos que apresentem alta afinidade pela água.

Com base nos temas abordados, nota-se que ainda há uma

dificuldade em relação à obtenção da união dos sistemas adesivos com o tecido dentinário, o que afeta a longevidade das restaurações. Portanto é necessário avaliar a possibilidade de tratamento do substrato para a obtenção de resultados de excelência no tratamento restaurador.

2 REVISÃO DE LITERATURA

A elaboração desta revisão de literatura tem por objetivo destacar algumas pesquisas que precederam este estudo. Serão apresentadas em três tópicos principais: utilização da técnica de ligação com substratos úmidos por etanol, sistemas adesivos e envelhecimento artificial.

2.1 Técnica de adesão com etanol

Nishitani et al., em 2006 avaliaram a adesão resina-dentina, de 5 adesivos experimentais hidrófobos com graus distintos de hidrofiliidade, aplicados à dentina desmineralizada seca, úmida por água ou úmida por etanol, através do teste de microtração. Os adesivos 1 e 2 foram utilizados de modo similar aos adesivos tradicionais (3 passos e 2 passos autocondicionantes); adesivo 3 – fórmula típica de adesivos *etch-and-rinse*; adesivos 4 e 5 de alta hidrofiliidade similar aos autocondicionantes, porém substituindo o metacrilato em carboxílica ou fosfato, respectivamente. Os dentes foram cortados verticalmente em placas 0,7 mm de espessura e na região central foram obtidos espécimes em forma de ampulheta (0,49 mm² de secção transversal). Os ensaios de microtração foram realizados em um aparelho de teste universal Vitrodyne V-1000, a uma velocidade de 1 mm/min. Ao final da realização dos testes foi utilizado ANOVA dois fatores para analisar os efeitos das condições da superfície da dentina e hidrofiliidade da resina na resistência adesiva (μ TBS). O método de mínimos quadrados (LSM) também foi utilizado, devido às interações significativas entre os fatores. Para este estudo foram observadas diferenças significantes entre os grupos de tratamentos de superfície ($p < 0.001$) e adesivos ($p < 0.001$), além de ter tido uma interação significativa entre elas ($p < 0,01$). Os espécimes do grupo 1 (úmidos por água) obtiveram valores que variaram de 3,1 a 35,5 MPa. Para o grupo 2 (úmidos por etanol), todos os adesivos

apresentaram resistência de união significativamente maior $p < 0,05$ variando de 18,5 a 44,9 MPa. No grupo 3, ligação seca, os resultados foram semelhantes aos do grupo 1. Por fim os pesquisadores puderam concluir que, a técnica úmida por etanol apresentou maior força de adesão com a utilização de adesivos hidrófobos. Este novo conceito de ligação, pode influenciar o sucesso dos monômeros hidrófobos na matriz de dentina, criando assim camadas adesivas e híbridas mais hidrofóbicas que absorvem menos água ao longo do tempo.

Em 2009, Hosaka et al., testaram a durabilidade da adesão de resinas compostas à dentina por meio da dentina saturada por água ou por etanol. Para isso, foram utilizados terceiros molares onde a dentina foi exposta, planificada e polida para padronização da *smear layer*. Foram utilizados 5 adesivos e 5 *primers* com mistura de comonômeros com diferentes características – hidrofílicas e hidrofóbicas – e aplicados na dentina após condicionamento ácido e lavagem com água (grupo 1) ou etanol 100% (grupo 2). Foram confeccionadas restaurações com resina composta e os grupos foram subdivididos de acordo com o tempo de armazenamento (24 h, 3, 6 e 12 meses), para realização do teste. Foi realizado o teste de microtração numa máquina de ensaios universal Vitrodyne a 0,6mm/min. Os dados analisados por ANOVA três fatores ($\alpha = 0,05$). Quando comparado os grupos 1 e 2, o grupo 2 obteve valores de adesão superiores para todos os adesivos, e períodos de armazenamento, sendo significativamente maiores nos adesivos 1-3. A ligação úmida por etanol forneceu ligações duráveis, com a inibição da degradação causada pelas MMPs indicando a ligação dos comonômeros infiltrados.

Cadenaro et al., em 2009, avaliaram a capacidade de misturas de comonômeros (R1-R5) a base de metacrilato com adesivos experimentais contendo etanol, de reduzir a permeabilidade da dentina condicionada. R1 e R2 são semelhantes aos adesivos hidrófobos autocondicionantes de três passos. R3 é representativo de um adesivo de dois passos, R4 e R5 são derivados de metacrilato carboxílico e fosfórico, respectivamente, hidrófilos, semelhantes a um adesivo autocondicionante. Segmentos de coroa com a dentina exposta foram ligados a um sistema para quantificar o fluxo de fluido através da *smear layer* das dentinas condicionadas, por meio do deslocamento de uma bolha de ar. A dentina

condicionada foi saturada com água ou etanol 100% e a taxa de fluxo do fluido foi medida: a) na presença da camada de *smear layer*; b) após condicionamento da dentina com ácido fosfórico a 37% por 15 s; c) após os procedimentos de aplicação dos sistemas adesivos. A aplicação de R1 à dentina saturada por água produziu as menores reduções na permeabilidade (31,9; 44,1 e 61,1%, fotopolimerizando 20, 40 ou 60 s, respectivamente). No entanto, quando R1 foi ligado à dentina saturada por etanol e polimerizada por 20 s, 40 s ou 60 s, a permeabilidade caiu significativamente ($p < 0,05$) para $74,1 \pm 6,2\%$, $78,4 \pm 7,0$ e $81,2 \pm 7,5\%$, respectivamente. A permeabilidade da dentina caiu aproximadamente à mesma quantidade quando utilizado R2. Os autores concluíram que R3 e R4 comportaram-se muito bem na redução da permeabilidade da dentina. Além disso, a resina mais hidrofílica - R5 foi a que mais reduziu a permeabilidade da dentina (86,8; 89,9 e 92,8%), independentemente da dentina saturada com água ou etanol e do tempo de polimerização. Para os autores, uma abordagem alternativa à utilização de sistemas adesivos com elevados níveis de etanol, seria aplicação de etanol 100% na dentina condicionada.

Kim et al., em 2010, estudaram a implicação da técnica do etanol, após o condicionamento convencional, no grau de remineralização das camadas híbridas. Molares humanos foram divididos em G1 - saturado por etanol, o qual teve a superfície lavada com etanol 100% por 1 min, para desmineralizar quimicamente a matriz colágena e sem ser evaporado, a fim de evitar o colapamento da rede de colágeno. Grupo 2 – saturado por água, teor de água ideal recomendado pelo fabricante — Kimwipes (Kimberly Clark, Roswell, GA, USA) e por fim, Grupo 3 - água em excesso. Para todos os grupos restaurações de 2 mm foram realizadas, e 4 palitos de 1mm de cada dente foram obtidos. Os espécimes foram colocados numa solução de remineralização e armazenados em 37°C, por um período de 4 meses. O meio foi alterado mensalmente, e seu pH monitorado semanalmente ($\text{pH} > 9,25$) para facilitar a formação de apatita de fosfato de octacálcio. Espécimes foram avaliados na microscopia eletrônica de transmissão para examinar o status de remineralização da interface resina-dentina. Como resultado, diante da análise da microscopia, no Grupo 1 observaram que houve destruição completa das camadas híbridas, sem a utilização do cimento Portland como a fonte de cálcio. Nos

espécimes que receberam o cimento, 62,5% não mostraram sinais de remineralização da camada híbrida e o restante dos espécimes teve uma remineralização intrafibrilar mínima. Nas amostras do Grupo 2, a remineralização da camada híbrida foi aparente somente após 2 meses, ficando mais evidente aos 3. A remineralização não foi uniforme, sendo mais extensa ao longo da superfície da camada híbrida e em torno da periferia dos túbulos dentinários. Tanto a remineralização intrafibrilar quanto a interfibrilar pôde ser observada. No Grupo 3 cerca de 50% dos espécimes analisados aos 3-4 meses depois da remineralização apresentaram um preenchimento vertical dos canais de água por placas minerais. A outra parte dos espécimes teve somente a remineralização da camada híbrida, além de parcial remineralização da matriz de colágeno. Tanto a remineralização biomimética como a técnica úmida por etanol produziram resultados similares na camada híbrida. Ambos proporcionaram camadas menos porosas pela eliminação da matriz colágena desnuda. Os autores concluíram que essa técnica pode prevenir a degradação do colágeno pelas MMPs prolongando a longevidade da união resina-dentina.

Sadek et al., em 2010a, avaliaram *in vitro* a estabilidade da união entre dentina humana e resina criada por um sistema adesivo hidrófobo experimental de três passos ou por adesivo hidrófilo de três passos, após um ano de envelhecimento em saliva artificial. Três grupos experimentais foram obtidos: adesivo experimental hidrófobo aplicado sobre dentina saturada em etanol (GI) ou água (GII) e GIII - Adper Scotchbond Multi-Purpose aplicado sobre dentina saturada em água. Blocos de resina de até 5 mm de altura foram confeccionados sobre o adesivo e os espécimes foram armazenados em saliva artificial a 37 °C por 24 h, então cortados em palitos, e submetidos ao teste de microtração e à microscopia eletrônica de transmissão, metade imediatamente e metade após 1 ano. O GIII mostrou redução significativa da resistência de união após envelhecimento e houve degradação da camada híbrida em todos os espécimes, analisados pela microscopia. GI manteve a resistência de união (24 h: 43.7 ± 7.4 ; um ano: 39.8 ± 2.7) e a integridade da camada híbrida, demonstrando fibrilas colágenas intactas e largos espaços interfibrilares. Os autores concluíram que a utilização de resina hidrofóbica em dentina após o condicionamento ácido e saturação em etanol

preserva a integridade da interface dentina/resina, sem o uso adjunto de inibidores de MMPs. Trabalhos adicionais são necessários para avaliar a utilização intra-oral do etanol 100% e possíveis efeitos no tecido pulpar.

Pashley et al., em 2011 realizaram uma revisão de literatura sobre a técnica úmida por etanol (EWB). Com relação à técnica convencional, a presença de solvente residual e movimento do fluido nos túbulos dentinários, impede a penetração completa dos adesivos e dificulta a substituição da água, resultando em regiões com pouca quantidade de resina. Para contornar a situação, fabricantes dissolveram seus comonômeros em etanol ou acetona. Entretanto, os autores questionam se as misturas de comonômeros dissolvidas em etanol podem ser utilizadas na técnica EWB, para intensificar a penetração. Então, se após o condicionamento ácido e lavagem, a água for substituída por um *primer* de etanol, que é o mesmo solvente dos comonômeros, não há mudança de fase. Assim a EWB foi desenvolvida para aumentar a durabilidade dos adesivos *etch-and-rinse*. Nesta técnica o etanol é utilizado para desidratar quimicamente matrizes desmineralizadas que resulta no encolhimento das fibras colágenas, consequentemente aumentando a largura dos espaços interfibrilares e reduzindo a hidrofiliidade da matriz colágena. Porém, clinicamente a união dos adesivos *etch-and-rinse* com a dentina saturada por água deixa uma fina camada de água entre o adesivo e as fibrilas de colágeno, a qual proporciona um fluido contínuo de tags de resina para dentro da camada híbrida. Quando utilizada EWB com Scotchbond Multi-Purpose (SMP), Single Bond (SB), e All Bond-2 à dentina condicionada, as forças de ligação frente à microtração aumentaram cerca de 17 %, feitas num estudo de Carrilho et al. Para todos os adesivos, após 18 meses, a adesão em dentina úmida por água diminuiu, 28 % para SMP, 52 % para SB e 35 % para All Bond-2, sendo que para SMP não houve alteração em 6 meses, para a técnica EWB. Portanto EWB parece prevenir a degradação a longo prazo das ligações resina-dentina que é frequentemente observado em adesivos contemporâneos, sem a utilização de qualquer inibidor extrínseco.

Em 2012, Guimarães et al., avaliaram a resistência de união imediata de adesivos de condicionamento total na dentina saturada com água ou etanol absoluto. Utilizaram dois sistemas adesivos, o Adper Scotchbond

Multipurpose (ASMP) de três passos a base de água, e o Adper Single Bond 2 (AS) de dois passos a base de água e etanol. Previamente à aplicação dos adesivos, o etanol foi aplicado de forma ativa por 30 s, considerado um tempo clinicamente aceitável para os autores. Após o armazenamento por 24 h a 37 °C foi realizado o teste de microtração numa máquina de ensaio universal com 0,5 mm/min. Os resultados revelaram não haver diferença estatisticamente significativa na força de adesão para a técnica com água ou etanol para ambos adesivos ($p > 0.05$), nem na interação entre os adesivos e técnica ($p = 0.597$). Valores mais altos foram encontrados para o AS, independente da técnica utilizada. As falhas adesivas foram predominantes e não houve falhas pré-teste.

Ayar em 2014 realizaram um estudo *in vitro* com dezesseis incisivos bovinos a fim de determinar a força de união de adesivos com diferentes solventes em dentina saturada com água (WWB) ou etanol (EWB), após 24 h. Os dentes foram divididos em quatro grupos com relação às técnicas de ligação e adesivos usados, em: G1 – WWB e Single Bond 2 (solventes: água e etanol); G2 – WWB e Prime & Bond NT (solvente: acetona); G3 – EWB e Single Bond 2 e G4 – EWB e Prime & Bond NT. Após a confecção dos blocos de resina, foram obtidos palitos de resina-dentina para a realização do teste de microtração, em seguida realizado o armazenamento em água por 24 h. Os dados obtidos foram analisados pelo teste Tukey dois fatores com $p = 0.05$. Os valores médios de resistência de união em MPa e desvios-padrão às 24 h foram: Grupo 1: $34,41 \pm 12,6$; Grupo 2: $41,62 \pm 11,8$; Grupo 3: $43,52 \pm 13,8$; e Grupo 4: $41,68 \pm 9,1$. Não foi observada diferença significativa na resistência de união entre as diferentes técnicas de ligação para ambos os adesivos ($p > 0.05$). Portanto o autor concluiu que após 24 h, a técnica EWB apresentou valores similares de resistência de união para ambos adesivos, portanto, o solvente pode não interferir na união à dentina saturada por etanol.

Sharma et al., em 2015 avaliaram a capacidade de vedação em dentina utilizando *ethanol-wet-bonding* (EWB) e colágeno de ligação (CCL). As amostras foram divididas aleatoriamente de acordo com as técnicas de adesão utilizando dois adesivos convencionais, Adper Single Bond 2 (ASB) e XP Bond (XPB). Os protocolos foram: ligação úmida com água (WWB); ligação úmida com etanol (EWB); WWB e aplicação de CCL; EWB e aplicação de CCL. Realizadas as

restaurações de resina composta, foi feita avaliação da infiltração de corante e análise microscópica eletrônica de varredura. Para os adesivos ASB e XPB, a penetração do corante foi menor nos grupos EWB, enquanto que valores máximos foram vistos nos grupos WWB, independentemente do adesivo e a aplicação de CCL, portanto EWB apresentou maior capacidade de vedação do que WWB ($p=0,003$ e $p=0,004$). Para os autores, a técnica WWB pode contribuir na sensibilidade técnica de adesivos contemporâneos, pois a maioria é hidrofílica e se aderem a substratos úmidos. Assim, a ligação se deteriora horas depois, devido a uma variedade de fatores físicos e químicos, incluindo a hidrólise e a degradação enzimática por metaloproteinases (MMPs). Portanto, a técnica WWB com adesivos hidrófilos pode não ser capaz de gerar uma adesão duradoura à dentina. Dessa forma, uma técnica *in vitro* na qual é utilizado o etanol como solvente para desidratar e suportar o condicionamento ácido na matriz de colágeno desmineralizada, com a aplicação de adesivo é criada uma camada híbrida mais durável, menos hidrofílica, evitando a separação de fase do monômero adesivo hidrófobo. A adesão dentinária, diante desta técnica, produz alta resistência adesiva quando comparado à técnica WWB ou seca. Assim, os autores concluíram que a utilização de EWB para os adesivos ASB e XPB melhorou significativamente a capacidade de vedação.

Ahn et al., em 2015 avaliaram o efeito do condicionamento ácido e técnica *ethanol wet bonding* (EWB) na resistência de união dos adesivos autocondicionantes: Clearfil SE Bond (SE); G-aenial Bond (GB); Xeno V (XV); BeautiBond (BB); Adper Easy Bond (AE); Single Bond Universal (SU); All Bond Universal (AU), com diferentes composições e pH. Nos grupos com etanol, o excesso foi removido, deixando uma superfície visivelmente úmida, caracterizando a dentina úmida por etanol. A adesão foi avaliada pelo teste de microtração, e o tipo de falha, através de um microscópio óptico (Leica M320, Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha). Os resultados revelaram que nos grupos com condicionamento dentinário, os adesivos GB, XV e SE ($pH \leq 2$), obtiveram menor força de ligação ($p < 0,05$). Para os adesivos BB, AE e SU ($pH 2,4-2,7$) a resistência de união não foi alterada ($p > 0,05$), porém, para o grupo AU ($pH = 3,2$), o condicionamento aumentou a resistência de ligação de forma significativa ($p < 0,05$). Utilizando a

técnica EWB, a resistência de união obtida foi significativamente superior aos grupos WWB, exceto para BB, e a incidência de falha coesiva foi aumentada.

Nagpal et al., em 2015 avaliaram o efeito do etanol na resistência de união à dentina, imediata e a longo prazo utilizando adesivos *etch-and-rinse*. Os grupos foram divididos de acordo com os adesivos utilizados, Tetric N Bond (TN) ou SoloBond M (SB) e técnicas de união, água (WWB) ou etanol por 1 min (EWB), sendo que todas amostras receberam condicionamento ácido por 15 s. Os blocos de resina foram colocados em água destilada à temperatura ambiente durante 24 h, e realizado o teste de cisalhamento em 10 amostras. Outras 12 amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento após o período de 6 meses. Os valores de resistência foram analisados estatisticamente pelo teste Tukey HSD e ANOVA 3 fatores com $p = 0,05$, após o teste imediato, não houve diferença significativa na resistência ao cisalhamento dos grupos, independente da técnica de adesão ou adesivo utilizado. A força de ligação diminuiu substancialmente nos grupos WWB após 6 meses de armazenamento, enquanto a resistência de união de ambos os adesivos foi mantida quando a técnica EWB foi realizada. Os autores concluíram que, a substituição por etanol deve ser realizada cuidadosamente para evitar que haja o colapso da matriz colágena, que impede uma melhor infiltração dos monômeros adesivos, por isso, durante a aplicação do adesivo, a dentina deve estar saturada com etanol.

Kuhn et al., em 2015 realizaram um estudo que relacionaram os achados *in vitro* com a clínica, levando em consideração a microtração (μ TBS) e nanoinfiltração (NL), em interfaces resina/dentina produzidas com protocolos de ligação úmida por etanol e úmida em água. Para este estudo, 40 molares decíduos em processo de esfoliação tiveram cavidades oclusais preparadas, sendo metade realizada previamente à extração (grupo *in vivo*) e a outra metade pós-extração (grupo *in vitro*). No grupo *in vitro* a dentina foi desidratada com soluções de etanol em concentrações crescentes, por 15 s cada (50%, 70%, 80%, 95% e 100% 3 vezes), e o grupo *in vivo* recebeu o protocolo úmido com água e um adesivo *etch-and-rinse* de três passos. Duas camadas de um *primer* hidrófobo experimental foram aplicadas, seguido pela aplicação do adesivo. Blocos de resinas foram preparados e armazenados durante 24 h, em seguida, seccionados em palitos e submetidos à

microtração (0,5 mm/min). A nanoinfiltração foi realizada em todos os grupos, com a imersão dos espécimes em nitrato de prata por 24 h. Os valores de μ TBS e NL foram submetidos a testes de ANOVA 2 fatores e Kruskal-Wallis, com $\alpha = 0,05$. Além disso, os palitos foram avaliados quanto ao tipo de fratura, e classificados em adesiva, coesiva ou mista. Ao final do estudo, os grupos com etanol obtiveram menores valores nas condições clínicas, porém os valores foram maiores na avaliação *in vitro*. O aumento da NL foi observado nos grupos úmidos em água, independentemente do protocolo de união. Portanto para os autores, os benefícios imediatos da técnica úmida por etanol *in vitro*, não foram confirmados quando o mesmo protocolo foi realizado *in vivo*. No entanto, a nanoinfiltração foi mínima nas interfaces adesivas produzidos por esta técnica, sugerindo que a camada híbrida pode ser mais resistente à degradação, devido à redução da deposição de nitrato de prata.

Scheffel et al., em 2015, realizaram um estudo *in vivo* a fim de avaliar a resposta pulpar em dentes humanos, após a confecção de restaurações por meio da técnica *ethanol-wet-bonding* na confecção de restaurações de classe V profundas. Foram utilizados 17 pré-molares, que foram extraídos 48 h após a confecção das restaurações e em seguida divididos em três grupos, sendo G1 – *ethanol-wet-bonding* (EWB – etanol 100%, por 60 s), G2 – *water-wet-bonding* (WWB – água destilada, por 60 s) e G3 – controle (cavidades protegidas com cimento de hidróxido de cálcio), sendo que para todos os grupos houve condicionamento total da cavidade e foi utilizado o sistema adesivo Adper Single Bond 2. Após a realização das restaurações os dentes foram seccionados e corados com hematoxilina e eosina e tricromo de Masson, para avaliar a infiltração de bactérias através de Brown & Brenn. Por fim, foi obtido como resultado que reações pulpares foram similares para os grupos EWB e WWB, havendo a presença de respostas inflamatórias pequenas e rompimento da camada de odontoblastos, além disso, não foram detectadas bactérias nas cavidades. Para o G3 o tecido pulpar apresentou normalidade, com exceção de um espécime. Portanto, os autores concluíram que após 48 h, EWB não é capaz de aumentar o dano pulpar quando comparado com WWB.

Recentemente em 2015, Yesilyurt et al., realizaram um estudo *in vitro* que avaliaram o efeito da técnica úmida por etanol em dentina bovina na

durabilidade de adesivos *etch-and-rinse* (Single Bond 2 – SB ou Prime & Bond NT - PB). Para a realização deste estudo, quatro grupos foram formados de acordo com a técnica utilizada na confecção da restauração e com o sistema adesivo, sendo que todos os espécimes receberam o condicionamento ácido seguido da aplicação do adesivo e jato de ar. Nos grupos úmidos por etanol, este foi esfregado na superfície por 1 minuto, deixando-as úmidas para receber o adesivo. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C durante 24 h antes do teste de resistência de união (RU). Para os grupos com envelhecimento, os espécimes foram mantidos em água por 12 meses para avaliar os efeitos adversos da difusão da água na interface. Palitos de resina-dentina de aproximadamente 0,7 x 0,7 mm de dimensão foram obtidos para teste de RU. Ao final os resultados foram analisados com ANOVA dois fatores e o teste de Tukey. Para os grupos de 24 h, a técnica de ligação com etanol não afetou a resistência da união resina-dentina dos adesivos testados ($p > 0,05$). Aos 12 meses, as forças de união de todos adesivos à dentina foram significativamente menores ($p < 0,05$). O armazenamento em água destilada reduziu a resistência de união dos grupos, sendo 44,32% e 56,94% para Single Bond 2 e Prime & Bond NT, respectivamente. Para os grupos *ethanol-wet-bonding*, as reduções foram de 43,04% e 39,95% para SB e PB, respectivamente. Portanto, após o envelhecimento, a técnica com etanol não alterou a estabilidade da união entre resina-dentina de todos os adesivos testados ($p > 0,05$). Ao final deste estudo os autores concluíram que a técnica com etanol não melhora a resistência de união de adesivos hidrófilos *etch-and-rinse* após 1 ano de armazenamento em água. Além disso, para PB que contém apenas acetona como solvente, houve perda de força de ligação pela técnica do etanol, quando comparado com SB o qual contém água.

2.2 Sistemas adesivos

Tay e Pashley em 2001 avaliaram a agressividade de condicionamento de três adesivos autocondicionantes, através da análise em MET,

na penetração da smear layer dentinária em diferentes profundidades. Foram confeccionados discos de dentina de terceiros molares humanos com espessura aproximada de 1-1,5 mm. Para o grupo controle, foi realizada criofratura nos discos, a fim de criar uma superfície de adesão sem a presença de smear layer. Os grupos experimentais tiveram as superfícies de dentina polidas para produzir uma superfície de adesão com presença de uma smear layer fina. Três adesivos autocondicionantes foram testados: Clearfil Mega Bond (Kuraray), Non-Rinse Conditioner (Dentsply DeTrey) e Prompt L-Pop (3M ESPE). Através da análise em MET observou-se que, o adesivo Clearfil Mega Bond produziu autêntica camada híbrida fina entre 0,4-0,5 μm de espessura, e que smear layer e smear plugs foram incorporados como parte do complexo de hibridização. O adesivo Non-Rinse Conditioner, apresentou formação de autêntica camada híbrida fina entre 1,2-2,2 μm de espessura, e smear layer e smear plugs foram completamente dissolvidos em dentina quando a smear layer foi considerada fina, e parcialmente incorporada como parte do complexo de hibridização quando a smear layer foi considerada espessa. Para o adesivo Prompt L-Pop, autêntica camada híbrida fina foi formada entre 2,5-5,0 μm de espessura, e smear layer e smear plugs foram completamente dissolvidos em dentina, independente da espessura de dentina. O adesivo Prompt L-Pop dissolveu completamente a smear layer e o smear plug, criando um padrão de condicionamento semelhante ao condicionamento com ácido fosfórico, sendo considerado o mais agressivo. Os autores concluíram que os sistemas adesivos autocondicionantes podem ser classificados como suaves, moderados e agressivos, de acordo com a sua capacidade de penetrar na smear layer dentinária e na profundidade de desmineralização da subsuperfície de dentina.

Inoue et al., em 2005 realizaram um estudo in vitro, com 44 terceiros molares humanos, que avaliou através dos valores de microtração a capacidade de ligação de 3 sistemas adesivos autocondicionantes com diferentes monômeros adesivos sendo eles: Clearfil SE Bond que contém 10-MDP, Unifil Bond que contém 4-MET e Clearfil Liner Bond que contém phenyl-P. Foi utilizado substrato dentinário que teve sua smear layer padronizada e em seguida blocos de resina composta foram confeccionados e palitos foram obtidos para então serem submetidos ao envelhecimento térmico, com banhos de 60 s, de 5 e 55 °C com

ciclos de 10.000, 20.000, 30.000, 50.000 e 100.000. Após envelhecimento artificial, os espécimes foram submetidos ao teste de microtração. O adesivo que contém 10-MDP não apresentou, mesmo após 100.000 ciclos (35.3 ± 7.5 MPa), diferença estatística significativa em relação ao grupo controle (40.8 ± 7.9 MPa). Porém para o adesivo com 4-MET houve diferença após os 50.000 ciclos, apresentando valores de união cerca de 41% mais baixos quando 100.000 foram utilizados (22.5 ± 7.7 MPa). Para o adesivo com phenyl-p também houve diminuição, cerca de 48%, para 100.000 ciclos (23.2 ± 7.6 MPa), porém houve redução a partir de 30.000 ciclos. Após análise da interface adesiva por microscopia eletrônica de transmissão, foi possível notar que os três adesivos foram capazes de formar camadas híbridas mais rasas, com cristais de hidroxiapatita ao redor.

Bello et al., em 2011 realizaram uma revisão de literatura sobre os adesivos autocondicionantes, que apresentam um aumento na popularidade de uso, devido ao menor número de passos clínicos, facilidade na aplicação e menor sensibilidade pós-operatória. Nesses adesivos o *primer* funciona como condicionador do esmalte e da dentina, porém a umidade da dentina torna-se um dos requisitos para a penetração do adesivo entre as fibras colágenas, originando a camada híbrida, que proporciona adesão do material ao substrato dental. Para esses adesivos o risco de falhas na penetração é baixo ou inexistente, pois a infiltração do adesivo ocorre simultaneamente ao processo de desmineralização da dentina. Esse processo se deve à presença de monômeros ácidos na composição dos adesivos autocondicionantes, tornando-os capazes de dissolverem e/ou modificarem a *smear layer* e a porção superficial da dentina. Outra vantagem é que o selamento resultaria em menor ou nenhuma sensibilidade pós-operatória. Com relação à durabilidade, estudos *in vitro* e *in vivo* indicam que a resistência de união e a qualidade do selamento produzido ao substrato dentinário, decrescem com o tempo. O principal mecanismo que contribui para a diminuição dos valores de resistência de união está relacionado à degradação hidrolítica dos polímeros. E essa degradação tem aumentado nas técnicas de união simplificadas, nas quais se inserem os adesivos mais hidrófilos. Os adesivos de um passo apresentam menor resistência de união, pois apresentam menos monômeros hidrófobos, conseqüentemente mais água e solventes na superfície dentinária em relação aos

adesivos de dois passos. Portanto, os adesivos autocondicionantes são mais hidrófilos e formam uma camada híbrida mais permeável à água. O aumento da concentração de monômeros hidrófilos na composição dos adesivos autocondicionantes pode prejudicar e comprometer a resistência de união e a durabilidade da interface resina/dentina.

Pashley, em 2003 realizaram uma revisão de literatura sobre os sistemas adesivos de condicionamento ácido total. A evolução da “ligação seca” para condicionamento total das cavidades, especialmente na dentina, foi realizada por Fusayama, que utilizou ácido fosfórico 40%, e revelou que o condicionamento ácido na dentina com mais de 0,5mm de espessura não produzia reações adversas. Porém, a força de união resina-dentina foi muito baixo (cerca de 5 MPa) além de resultar em sensibilidade dentinária, infiltração, cárie secundária e perda de restaurações adesivas. Tais efeitos adversos ocorreram devido à secagem excessiva da cavidade, que levou a dentina condicionada ao colapamento, pois perdeu os espaços interfibrilares. Não há um consenso sobre o conceito de substrato seco ou molhado, tornando os adesivos de condicionamento total sensíveis à técnica. Quando utilizados em laboratório em dentina plana, pode-se obter uma superfície úmida relativamente uniforme. Clinicamente há uma tendência, por exemplo, nas paredes pulpar e axial de haver secagem excessiva e muita água nos ângulos, deixando a superfície dentinária com um grau não uniforme de umidade, resultando numa infiltração desigual de resina. Kanca observou que a água era um excelente agente para reidratação, iniciando o conceito de união úmida com a dentina. Esta técnica aumentou a força de ligação resina-dentina, permitindo uma boa vedação e menor sensibilidade pós-operatória. Na lavagem, cerca de 50% do volume de superfície mineral são solubilizados e substituídos por água, que combina com os 20% já existentes, totalizando 70% que deve ser completamente substituído para originar a camada híbrida. No entanto, devido à presença do solvente residual, e ao movimento do fluido para fora dos túbulos dentinários, a substituição da água pelos comonômeros não é ideal. A água adicional pode penetrar junto com os comonômeros na matriz desmineralizada de túbulos dentinários, levando a formação de pequenas regiões ricas em água e pobres em resina. Além disso, a ação das metaloproteinases (MMPs), que são ativadas pelo

condicionamento, faz com que ocorra a perda do colágeno e descontinuidade entre camada híbrida e ancoragem das fibrilas colágenas mineralizadas, resultando em perda de retenção de resinas compostas à dentina.

Marchesi et al., em 2014 investigaram a estabilidade de adesão através do tempo de um sistema adesivo universal à dentina aplicado sob diferentes formas. Eles avaliaram a resistência de união, a expressão da nanoinfiltração interfacial e a adesão induzida para atividade de MMP endógena. Para tanto foram utilizados 60 molares hígidos, que foram seccionados a fim de expor a dentina média ou profunda. Os espécimes foram divididos em 4 grupos (n = 15): 1) Scotchbond Universal (3M ESPE) - autocondicionante; 2) Scotchbond Universal – condicionamento ácido total em dentina úmida; 3) Scotchbond Universal – condicionamento ácido total em dentina seca; 4) Prime & Bond NT – condicionamento ácido total em dentina úmida (grupo controle). Todos os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Após o procedimento adesivo foram realizadas restaurações em resina composta Filtek Z250 (3M ESPE). Em seguida, palitos de resina – dentina foram obtidos e distribuídos randomicamente em 3 grupos de acordo com o período de armazenamento em saliva artificial a 37 °C: 24 h, 6 meses e 1 ano. Passado o período de armazenamento, os espécimes foram submetidos ao teste de microtração. Adicionalmente, espécimes foram avaliados quanto a expressão da nanoinfiltração e da MMP endógena da dentina. Os resultados mostraram que para o tempo de 24 h não houve diferença entre os grupos testados. Porém após 1 ano de armazenamento, Scotchbond Universal aplicado sob o modo autocondicionante e Prime & Bond NT mostraram altas médias de resistência adesiva quando comparados ao demais grupos. A expressão da nanoinfiltração interfacial foi baixa para Scotchbond Universal aplicado sob modo autocondicionante, para todos os tempos de armazenamento. E a ativação de MMPs foi encontrada após a aplicação de cada sistema adesivo testado. Os autores concluíram que a técnica autocondicionante para o sistema adesivo universal testado aumenta a efetividade adesiva devido à manutenção da estabilidade através do tempo.

Mine et al., em 2014, realizaram um estudo com o objetivo de examinar o efeito de diferentes métodos de preparo de superfície na ultra-estrutura

interfacial de um adesivo autocondicionante ligado à uma superfície de dentina. Terceiros molares hígidos foram armazenados em solução de cloramida 0,5% à 4°C por até 1 mês após sua extração. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 3 grupos, de acordo com o seu preparo com: ponta diamantada, lixa ou através de fratura. Para o primeiro grupo a dentina foi removida no terço médio da coroa com disco de diamante em baixa velocidade (Isomet 1000, Buehler, LakeBluff, IL, USA), após o qual foi produzido uma camada padrão de *smear layer* com uma ponta diamantada (842, Komet, Lemgo, Alemanha), em alta rotação refrigerada com água. O segundo grupo teve o preparo semelhante ao primeiro adicionando o polimento com lixa de granulação 600. Para o grupo fraturado (sem *smear layer*), um sulco de 1-2 mm de profundidade foi feito ao redor do dente no terço médio da coroa, para produzir uma superfície de dentina fraturada livre de esfregaço e detritos. O adesivo autocondicionante Clearfil S3 Bond foi aplicado de acordo com a recomendação do fabricante e após sua fotopolimerização os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por um dia. Secções transversais desmineralizadas e não desmineralizadas da interface dentinária (30-100µm) foram preparadas para a visualização em Microscópio Eletrônico de Transmissão (TEM). Os autores observaram que o adesivo não dissolveu a *smear layer* nos grupos com corte de broca e polimento, mas a impregnou. Dentro deste "complexo adesivo-*smear layer*" a hidroxiapatita foi encontrada abundantemente. Já na dentina fraturada este complexo não estava presente, enquanto que a camada de interação efetiva do adesivo foi limitada a cerca de 100 µm. Assim o método de preparo da superfície de dentina afetou de forma significativa a natureza da *smear layer* e a interação com o adesivo autocondicionante.

Wagner et al., em 2014 compararam a resistência de união à dentina de três adesivos universais, sob dois modos diferentes de aplicação, autocondicionante (*self-etch*) e *etch-and-rinse*, além do efeito da ciclagem térmica. Molares humanos tiveram as superfícies oclusais expostas e foram divididos em 3 grupos de acordo com os adesivos universais (AU), FuturaBond Universal - FBU, ScotchBond Universal Adhesive - SBU e All-Bond Universal - ABU, nos modos *etch-and-rinse* ou *self-etch*. Após a confecção de blocos de resina, os espécimes foram subdivididos de acordo com o armazenamento por 24 h em água destilada a 37 °C

ou submetidos ao envelhecimento (5000 ciclos térmicos). Após esse processo, palitos de resina/dentina com interface adesiva de área aproximada de 1 mm² foram obtidos e o teste de microtração (MTB) realizado. Os dados foram analisados pela análise de variância e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Os resultados revelaram que o modo de condicionamento ácido não alterou os valores de MTB para todos os adesivos utilizados. Além disso, a termociclagem também não afetou significativamente o valor de MTB de nenhum dos AU. No entanto, os grupos *etch-and-rinse* revelaram a presença de *tags* de resina mais longos e camadas híbridas mais espessas. Os autores concluíram que a aplicação de condicionamento ácido melhora a penetração do adesivo na dentina, embora não afetando os valores de resistência de união, portanto os dois modos de aplicação são aceitáveis clinicamente.

Chen et al., em 2015 avaliaram a curto prazo o desempenho *in vitro* de cinco adesivos universais aplicados sobre dentina humana. Duzentos terceiros molares humanos hígidos foram distribuídos em cinco grupos com base no tipo dos adesivos universais (Prime & Bond Elect, Scotchbond Universal, All-Bond Universal, Clearfil Universal Bond e Futurabond U). Dois modos de aplicação (Condicionamento total e Autocondicionante) foram empregados para cada grupo adesivo. Superfícies planas de dentina foram expostas em cada dente através de um equipamento de cortes com um disco de diamante (IsoMet; Buehler Ltd., USA) e irrigação abundante. Em seguida as amostras foram polidas com papel de carboneto de silício de granulação 400 buscando a padronização da *smear layer*. Após a confecção de restaurações em resina composta nas superfícies de dentina tratadas, os espécimes foram armazenados em água deionizada durante 24 h ou foram submetidos a um processo de envelhecimento com 10000 ciclos em termociclagem antes do teste. Secções transversais ao longo eixo do dente foram realizadas para a produção de 4 palitos por dente, que por sua vez, foram submetidos ao teste de microtração (μ TBS). A análise estatística foi realizada utilizando o dente como a unidade estatística; os valores médios dos quatro palitos por dente foram usados para representar a resistência de união. Os dados foram analisados por meio de ANOVA três fatores, para determinar os efeitos do adesivo, o modo de aplicação, a condição do teste (sem ou com ciclagem térmica), e a

interação desses três fatores sobre os resultados de resistência de união. As amostras foram analisadas em microscopia eletrônica de transmissão e de varredura (MET e MEV). Os autores observaram que, ambos os tipos de adesivo e condição de teste têm influências significativas sobre a μ TBS. O uso de cada adesivo tanto no modo autocondicionante quanto no de condicionamento total não mostraram valores significativamente diferentes de μ TBS, apesar das camadas híbridas criadas por esses adesivos terem sido de aproximadamente 0,5 mm e 5 mm de espessura, respectivamente. Desta maneira, os adesivos universais representam uma maneira de facilitar a utilização do sistema adesivo, sem comprometer a resistência de união à dentina.

Ting et al., em 2015, avaliaram a resistência à microtração de quatro adesivos autocondicionantes, com relação à espessura de dentina humana remanescente. Os adesivos Clearfil SE Bond ONE - SE1, G-Bond PLUS - GB, BeautiBond - BB, são de um passo, já Clearfil Mega Bond – MB é de dois passos. Cada adesivo foi aplicado conforme especificações dos fabricantes para posterior confecção dos blocos de resina, que foram armazenados por 24 h a 37 °C, para então ser realizado o teste de resistência de união com velocidade de 1 mm/min. Realizado o teste de microtração, os dados observados para os adesivos SE1, GB e BB mostraram que para a espessura de 1 mm a resistência de microtração foi de 10 MPa, porém conforme a espessura foi aumentada para 4 mm, houve uma força de união maior - 60 MPa. Em contraste, para o adesivo de dois passos, a espessura remanescente de dentina não foi significativa. Para os autores essa diferença se deve à maior umidade presente na dentina profunda que causa degradação da camada híbrida e diminuição das propriedades mecânicas.

2.3 Envelhecimento artificial

Nikaido et al., em 2002 avaliaram o efeito da ciclagem térmica e mecânica na resistência de união de um sistema adesivo autocondicionante, Clearfil

LinerBond 2V. Foram utilizados 24 molares humanos que foram divididos em dois grupos de acordo com a realização dos envelhecimentos, sendo que para o Grupo A, com dentina coronária lixada e padronização da smear layer, os envelhecimentos ocorreram separadamente e para o Grupo B, cavidades de classe I, os envelhecimentos foram simultâneos. Além disso, os grupos foram subdivididos em: A1 – controle; A2 – 2000 ciclos térmicos; A3 – 50000 ciclos mecânicos e A4 – 2000 ciclos térmicos e 50000 ciclos mecânicos; B1 – controle; B2 – 125 ciclos térmicos e 10000 ciclos mecânicos; B3 – 625 ciclos térmicos e 50000 ciclos mecânicos e B4 – 1250 ciclos térmicos e 100000 ciclos mecânicos. Para o Grupo A houve uma média de 40 MPa de força de união, não havendo diferença estatisticamente significativa entre os subgrupos com $p > 0,05$. Para o Grupo B controle e 10000 ciclos mecânicos os valores de união foram 21,1 MPa e 24,1 MPa, respectivamente, sendo que estes valores diminuíram com o aumento da quantidade de ciclos sendo 16,2 MPa para o B3 e 16,6 MPa para o B4 com $p > 0,05$. Portanto os autores concluíram que conforma há o aumento de ambos os estresses (térmico e mecânico), há uma diminuição significativa na força de ligação. Além disso, a preparação da superfície, fator C, profundidade da cavidade, substrato dentinário e característica da smear layer, influenciam os valores de união após as ciclagens térmica e mecânica.

Bedran de Castro et al., em 2004 estudaram a influência da ciclagem mecânica e térmica na microinfiltração nas margens cervicais de restaurações proximais de incisivos bovinos e a resistência ao cisalhamento. Foram realizadas 120 restaurações em 80 incisivos bovinos, que foram divididas aleatoriamente em quatro grupos com $n = 20$ para cada, sendo: G1: controle (sem ciclagem); G2: 2000 ciclos térmicos ($5^{\circ}\text{C} - 55^{\circ}\text{C}$); G3: 50000 ciclos mecânicos com carga de 80N e G4: ciclagem termomecânica. Para quantificar a microinfiltração, foi utilizada uma solução de azul de metileno a 2% durante 4 h, em seguida os espécimes foram seccionados longitudinalmente e avaliados qualitativamente em estereoscópio (45x). Por fim, o teste de resistência ao cisalhamento foi realizado e os dados foram analisados por teste ANOVA ($\alpha = 0.05$). A média foi de 0,83 para a microinfiltração, indicando um bom nível de confiabilidade para os escores, sendo que o escore mais comum para os grupos com $p = 0,52$, foi de 1, o que demonstra um baixo grau de penetração do corante. Com relação ao teste de união com $p = 0,49$, as médias dos

grupos foram G1: $20,76 \pm 3,58$; G2: $19,61 \pm 3,79$, G3: $21,13 \pm 3,60$ e G4: $21,02 \pm 3,54$, portanto não houve diferenças estatisticamente significantes. De acordo com os resultados, pode-se concluir que as ciclagens térmicas e mecânicas não causam nenhum efeito na microinfiltração e ao teste de cisalhamento, de forma independente ou em combinação.

Salz e Bock em 2010 realizaram uma revisão de literatura sobre os métodos para testar adesão entre os materiais e substratos dentários, como esmalte e dentina, além dos parâmetros que influenciam. Além de abordar o preparo das amostras, que para os autores pode causar um grave impacto nos resultados dos ensaios. Os autores elencaram os pontos fortes e fracos de cada método e parâmetro, e revisaram os métodos de envelhecimento que simulam as condições clínicas. Com relação à avaliação da resistência de união, o teste de microtração, tornou-se o método mais aceito cientificamente para avaliar a adesão dos materiais à dentina. Para avaliar a influência do envelhecimento na resistência de união, a termociclagem pode ser utilizada e é composta por banhos de água de 5°C e 55°C . Devido às diferenças nos coeficientes de dilatação térmica do compósito e o substrato dentário, o stress térmico é maior na interface adesiva. Para os autores, dependendo da composição química do adesivo utilizado, a estrutura interfacial foi inalterada até 100.000 ciclos, ou espaços vazios e diminuições do colágeno foram detectadas. Além da absorção de água e degradação da matriz, o stress mecânico proveniente da mastigação é provavelmente o fator mais importante que afeta as interfaces dente-adesivo-resina. Devido a este fator, os autores concluíram que os testes de fadiga têm sido aplicados à dentina, uma vez que a fragilidade do esmalte prejudica a avaliação dos efeitos. Para os autores somente um operador deve preparar as amostras dos grupos, além disso, dados específicos como, por exemplo, adesivo, passo a passo da aplicação, preparo da superfície, qual teste de adesão utilizado, tipo e quantidade de ciclos de envelhecimento e geometria do espécime, devem ser informadas, para que haja reprodutibilidade e possibilidade de comparação entre estudos.

Mair e Padipatvuthikul em 2010 fizeram uma revisão de literatura, sobre envelhecimento artificial dos espécimes (armazenamento em água, termociclagem, ciclagem mecânica). Segundo os autores, o método mais comum é

o armazenamento em água, normalmente em temperatura ambiente ou simulando a temperatura bucal e por períodos variáveis. Com relação aos ciclos térmicos, os autores citam que variações extremas de temperatura na boca, dificilmente ultrapassem o mínimo de 0 °C e o máximo de 65 °C. Foi observado também que para restaurações de resina composta, o efeito da termociclagem é menos deletério do que para restaurações de amálgama, o que sugere que a condutividade térmica do material também tem influência sobre este método de envelhecimento. Quando avaliados os estudos relativos aos ciclos mecânicos, notou-se que os estresses mais comumente encontrados na boca são os de compressão. Diferentes abordagens de testes podem ser utilizadas, em uma delas os espécimes são submetidos a um número de ciclos pré-fixado e depois testados até falhar, chamados testes monotônicos. No outro método, os espécimes são submetidos a uma carga pré-fixada e a ciclos indefinidos, até que a falha ocorra, são conhecidos como testes de fadiga em longo prazo. A ciclagem térmica pode influenciar significativamente na redução da resistência adesiva, devendo ser adotada em testes deste tipo. No que diz respeito à ciclagem mecânica, deve-se levar em consideração que as cargas adotadas em estudos laboratoriais são condizentes com esforços mastigatórios normais o que não esclarece como seria o comportamento destes materiais em pacientes com hábitos parafuncionais.

Chen et al., em 2015, realizaram um estudo *in vitro* em que 200 molares humanos foram divididos em cinco grupos de acordo com o adesivo universal utilizado (Prime & Bond, Scotchbond Universal, All-Bond Universal, Clearfil Universal Bond e Futurabond U), técnica de condicionamento do substrato (condicionamento ácido total e autocondicionante) e envelhecimento térmico de 10000 ciclos. Em seguida, o teste de microtração foi realizado e a interface resina-dentina dos espécimes dos grupos sem ciclagem foi analisada em microscopia eletrônica de transmissão, e MEV nas zonas ricas de água nas camadas híbridas dos espécimes ciclados. Os autores concluíram que o uso de cada adesivo quanto ao modo de aplicação à dentina (condicionamento ácido total ou autocondicionante) não resultaram em valores estatisticamente significantes, com $p = 0,786$. Porém, tanto os adesivos quanto a condição de teste (com/sem ciclagem) possuem influência significativa sobre a microtração, com $p < 0,001$. Independente do modo

de condicionamento todos os sistemas adesivos apresentaram queda nos valores de união (MPa) após a ciclagem térmica. Com relação aos de condicionamento ácido total o adesivo Prime & Bond obteve o maior valor antes e após ciclagem (antes: $57,8 \pm 9,1$ e após: $51,5 \pm 9,7$), entretanto os menos valores foram obtidos pelo adesivo Futurabond U (antes: $46,5 \pm 7,2$ e após: $40,0 \pm 6,2$). Quanto ao modo autocondicionante o adesivo Scotchbond Universal apresentou os maiores valores antes e após a ciclagem (antes: $59,9 \pm 11,8$ e após: $55,8 \pm 11,9$), e Futurabond U continuou apresentando os menores valores antes e após ciclagem (antes: $48,2 \pm 9,7$ e após: $38,4 \pm 10,1$).

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo tem como objetivo avaliar o efeito do etanol na resistência de união à dentina, aplicando o adesivo universal de duas formas distintas: condicionamento ácido total e autocondicionante, sob efeito do envelhecimento artificial.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Delineamento experimental

4.1.1 Unidades experimentais

- 80 superfícies dentinárias de incisivos bovinos.

4.1.2 Fatores em estudo

- a) preparo da superfície dentinária em 2 níveis:
 - aplicação prévia de etanol 100% ao sistema adesivo;
 - sem aplicação prévia de etanol a 100% ao sistema adesivo.
- b) técnica de aplicação do sistema adesivo em 2 níveis:
 - Autocondicionante;
 - Com condicionamento ácido total.
- c) envelhecimento em 2 níveis:
 - sem ciclagem termomecânica;
 - com ciclagem termomecânica.

4.1.3 Variável de resposta

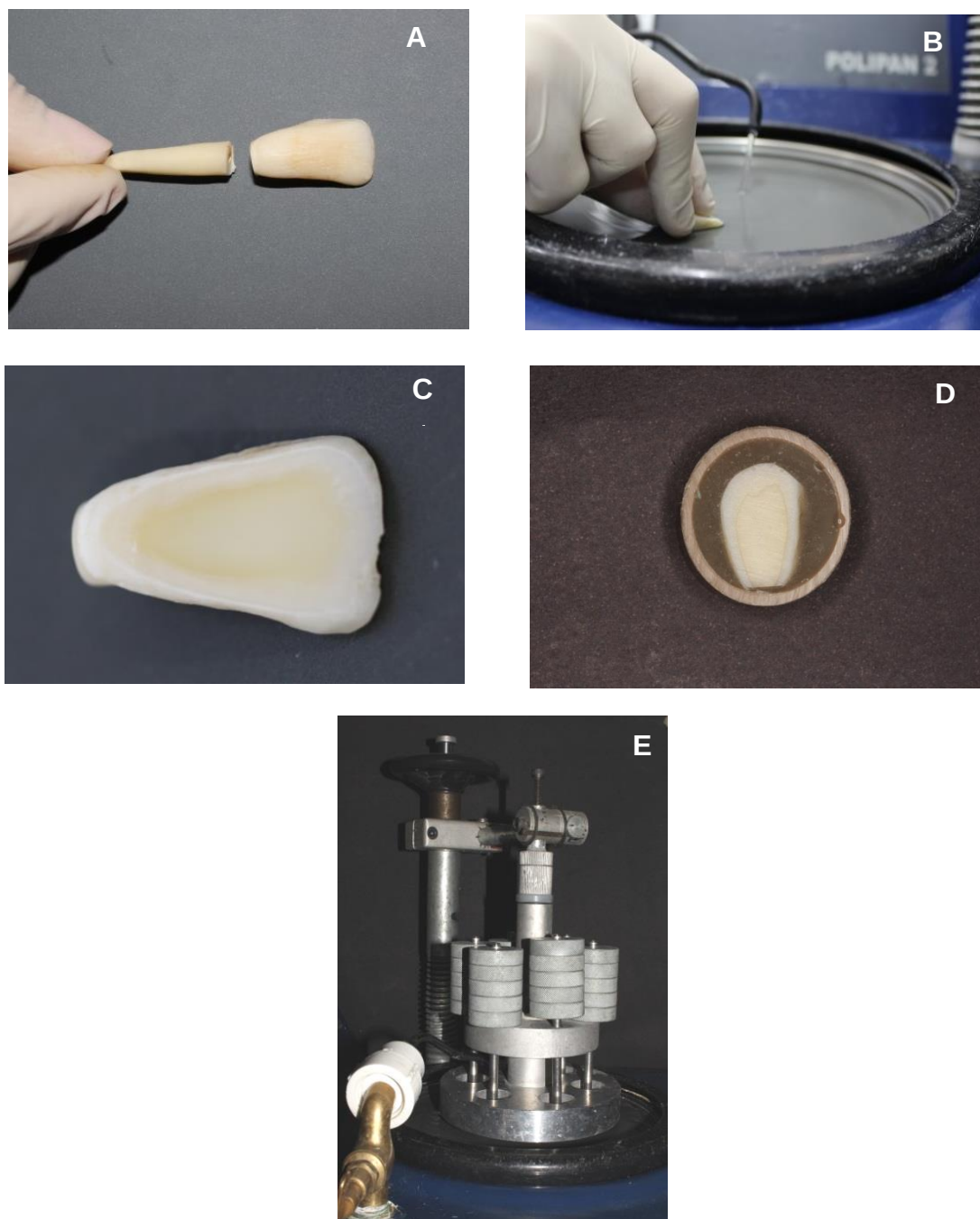
- Resistência adesiva (MPa).

4.2 Preparo dos espécimes

Os espécimes foram obtidos a partir de 80 dentes bovinos hígidos, que permaneceram em água deionizada até o preparo dos mesmos. Todos os dentes foram cortados com discos diamantados (KG Sorensen) em peça de mão de baixa rotação (KAVO Kerr) próximos à junção amelocementária e as raízes descartadas (Figura 1A).

Para expor a porção dentinária, as faces vestibulares foram desgastadas em politriz (Pantec Polipan 2, Panambra, São Paulo, SP, BR) com lixas de carbeto de silício de granulação 600 (Fepa-P), até que se conseguisse uma área mínima de 6 x 6 mm e o aplainamento da dentina superficial (Figura 1B e 1C) (Villela-Rosa et al., 2011; Kumari et al., 2015; Ting et al., 2015). Após este processo os espécimes foram incluídos em resina acrílica autopolimerizável (Jet Clássico, São Paulo, SP, Brasil) com auxílio de uma matriz de silicone (Rodhorsil, Clássico, São Paulo, SP, Brasil) em formato cilíndrico, de modo que a superfície de dentina ficou voltada para baixo. Após a cura total da resina acrílica, as bases dos cilindros de resina foram aplainadas em politriz circular com lixas de granulação 400 (Fepa-P) num dispositivo de polimento automático (Autopol, Panambra, São Paulo, SP, Brasil). Após o aplainamento das bases, foi feita então a padronização da camada de *smear layer*, utilizando o mesmo dispositivo de polimento automático, porém com lixas de granulação 600 (Fepa-P), de acordo com a ISO/TS11405, 2003, utilizando a velocidade de 300 rpm por um período de 30 s (Figura 1D e 1E).

Figura 1 – Sequência do preparo dos espécimes



Legenda: a) Separação das coroas/raízes dos incisivos bovinos; b) Exposição da superfície dentinária; c) Área de dentina exposta; d) Dente incluído em resina acrílica; e) Dispositivo utilizado para polimento automático e padronização da smear layer.
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3 Divisão dos grupos experimentais

Para realização das restaurações os dentes foram divididos em dois grupos de acordo com a aplicação ou não do etanol previamente ao sistema adesivo:

- a) Grupo Sem Etanol (GS);
- b) Grupo Com Etanol (GE).

Cada um desses grupos foi dividido em dois subgrupos, de acordo com a técnica da aplicação do sistema adesivo, sendo elas:

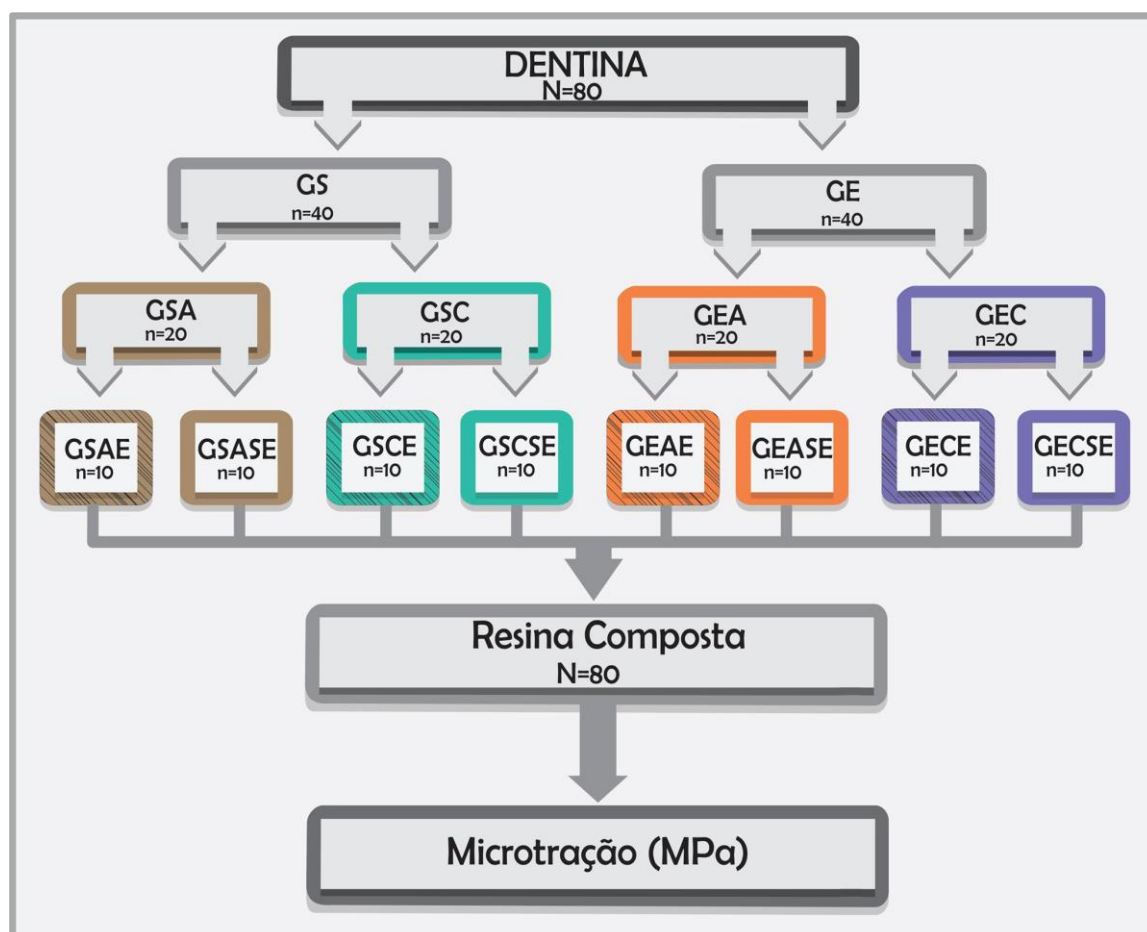
- a) Autocondicionante (A);
- b) Condicionamento ácido total (C).

Estes 04 grupos foram novamente subdivididos de modo que metade dos espécimes foi submetida ao envelhecimento artificial (teste termomecânico):

- a) Envelhecido (E);
- b) Sem envelhecimento (SE).

Na figura 2 mostra-se a divisão dos grupos:

Figura 2 – Delineamento Experimental



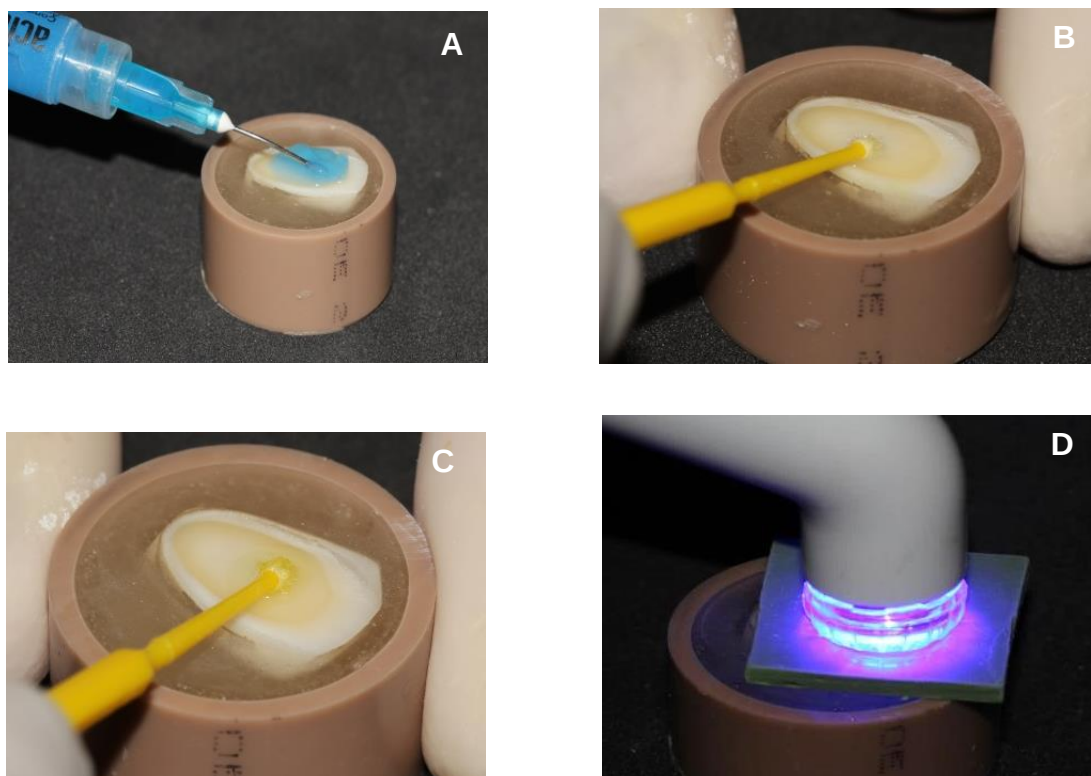
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.4 Aplicação do sistema adesivo

Para aplicação do sistema adesivo foram seguidas as especificações do fabricante, porém realizando a divisão dos grupos em relação ao modo de aplicação na superfície dentinária. Para os grupos de condicionamento total, houve aplicação do gel de ácido fosfórico 37% (Condac 37% - FGM) por 20 s previamente à aplicação do etanol 100% (Figura 3A). Para todos os grupos a superfície de dentina foi levemente seca com bolinhas de algodão, porém nos grupos sem etanol

iniciou-se a aplicação do adesivo com *microbrush* de forma ativa por um período de 20 s (Figura 3C). Em seguida foi aplicado um leve jato de ar com seringa tríplice por 5 s, a uma distância de 10 cm, para evaporação do solvente. Para os grupos com etanol foi realizada a aplicação deste com *microbrush* embebido em etanol a 100 % e também de forma ativa por 60 s (Nagpal et al., 2015) (Figura 3B). Em seguida um leve jato de ar foi utilizado, para remover o excesso de etanol da superfície, tomando o cuidado de não deixar a superfície totalmente seca, para posteriormente, aplicar o sistema adesivo. Em ambas as aplicações, o sistema adesivo recebeu fotoativação com luz azul proveniente de um aparelho de LED (Radii-Cal – SDI), com potência de aproximadamente 900 mW/cm², que foi verificada previamente à utilização, durante 20 s, sendo que a ponta do aparelho ficou em contato com a matriz (Figura 3D).

Figura 3 - Sequência de aplicação do etanol e sistema adesivo

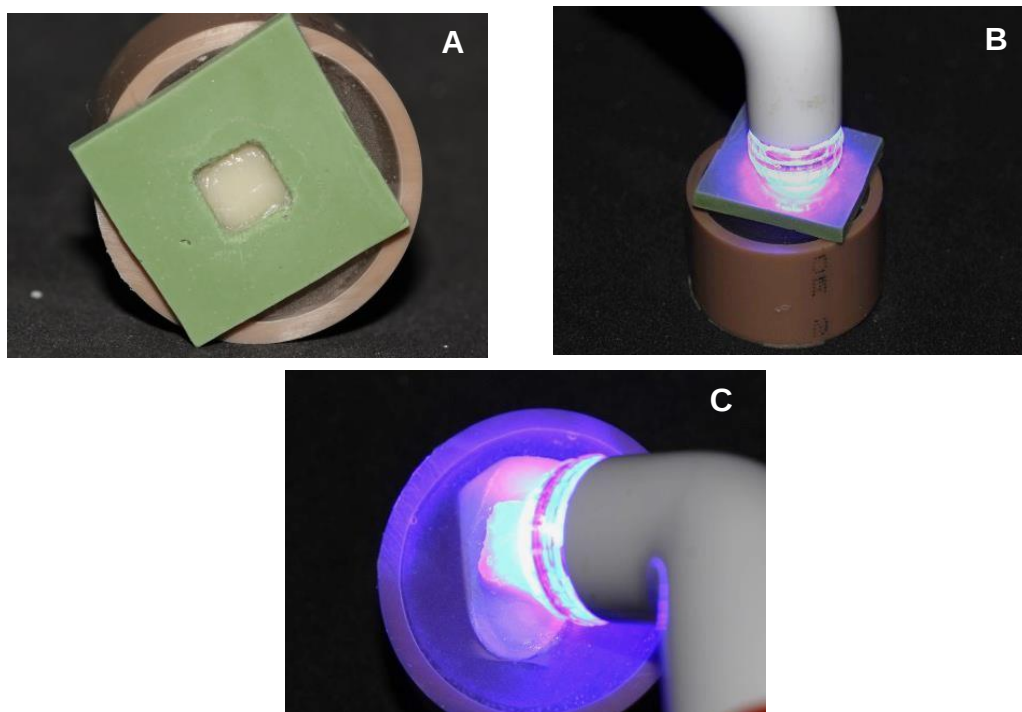


Legenda: a) Condicionamento ácido com ácido fosfórico 37% nos grupos GSC e GEC; b) Aplicação de Etanol 100% de forma ativa com *microbrush* por 1 min, no grupo GE; c) Aplicação do sistema adesivo Single Bond Universal (3M ESPE); d) Fotopolimerização do sistema adesivo por 20 s.
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.5 Confeção do bloco de resina

Para confecção dos blocos de resina foi utilizada uma matriz de silicone fenestrada de formato quadrangular, com dimensões de 5 x 5 x 4 mm. Essa matriz foi posicionada sobre a superfície do espécime, expondo a área onde o adesivo foi previamente aplicado. A seguir a resina foi aplicada em 2 incrementos, com auxílio de um instrumento condensador, sendo o primeiro incremento fotopolimerizado por 20 s (Figura 4A). Após a finalização da inserção do segundo incremento de resina, foi fotopolimerizado por 20 s (Figura 4B). A seguir a matriz foi removida, sendo realizada uma fotopolimerização adicional por 20 s em cada face nas laterais do bloco de resina (Figura 4C). Finalizada a confecção dos blocos, os espécimes permaneceram armazenados em água deionizada em estufa a 37° durante 48 h, a fim de permitir um tempo de pós-cura adequado do adesivo, e minimizar a perda de amostras por falhas pré-teste (Singh et al., 2010).

Figura 4 - Sequência da realização dos blocos de resina



Legenda: a) Início da confecção do bloco de resina – 1º incremento fotopolimerizado; b) Bloco finalizado e fotopolimerização por 20 s; c) Fotopolimerização adicional em cada face lateral do bloco de resina, por 20 s.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.6 Ciclagem Mecânica

Os grupos submetidos ao envelhecimento artificial foram levados ao equipamento de desgaste mecânico ER 3700 (Erios, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 5A). Os espécimes receberam 120.000 ciclos mecânicos com carga de 88,4N (Blatz et al., 2008; Salz e Bock, 2010). A carga foi aplicada sobre o centro da restauração de resina, perpendicularmente à superfície de dentina (Figura 5B).

Figura 5 – Máquina de desgaste Termomecânico

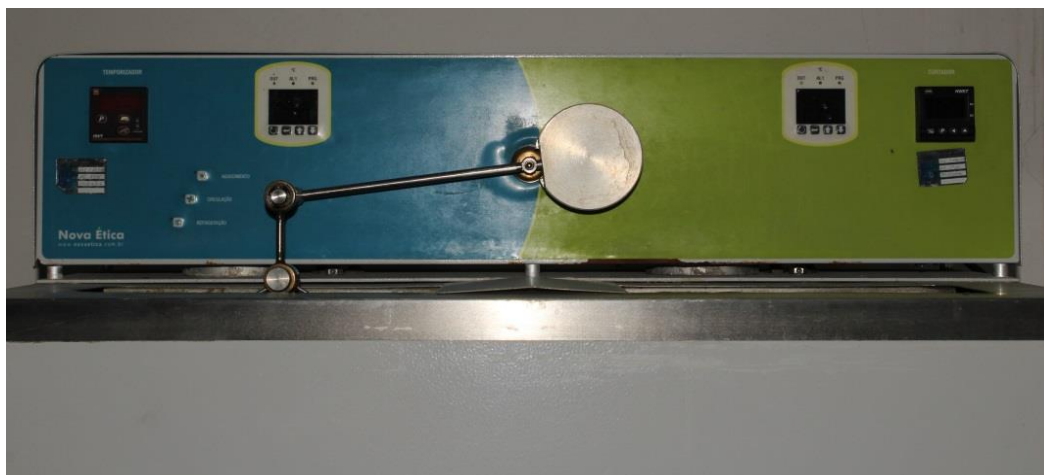


Legenda: a) Máquina de Desgaste Termomecânico ER 37000; b) Carga sendo aplicada no centro do bloco e perpendicularmente à superfície de dentina.
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.7 Ciclagem Térmica

Após a ciclagem mecânica, os espécimes sofreram 500 banhos em água destilada durante 30 s para cada temperatura (5 ± 2 °C, e 55 ± 2 °C), com intervalo de 2 s entre cada banho, na máquina Nova Ética (Figura 6).

Figura 6 – Máquina de desgaste Térmico



Legenda: Máquina de Desgaste Térmico Nova Ética.
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.8 Obtenção dos palitos

Para obtenção dos palitos os espécimes foram fixados em cortadeira de precisão (Labcut, Extec, Enfield, CT, EUA), de forma que o bloco de resina ficou perpendicular ao disco de corte diamantado (Figura 7A). Foram feitos quatro cortes com distância de aproximadamente 1 mm entre eles. Feitos esses cortes, foram feitos outros 4 cortes perpendicularmente a esses, também com distância de 1 mm entre eles (Figura 7B), formando assim palitos resina/dentina, totalizando aproximadamente 9 palitos por dente. Para determinar a área da interface adesiva foi utilizado um paquímetro digital (Mitutoyo) (Figura 7C e 7D), permitindo a determinação da área de adesão e da resistência adesiva em MPa, através da fórmula:

$$RA \text{ (MPa)} = \frac{F \text{ (Kgf)}}{A \text{ (mm}^2\text{)}}$$

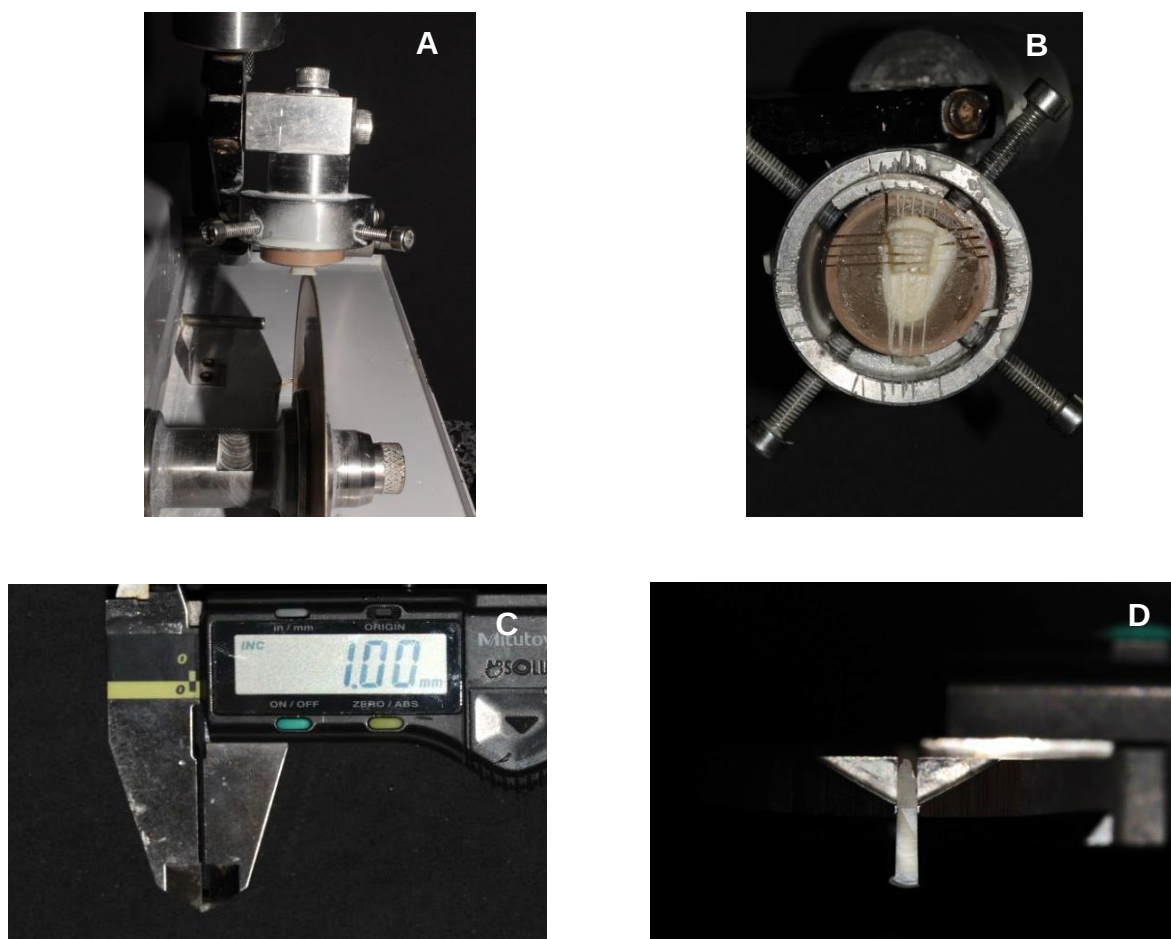
Onde:

RA = Resistência Adesiva em MPa

F = Força aplicada em Kgf

A = Área medida na interface adesiva em mm²

Figura 7 – Sequência para obtenção dos palitos



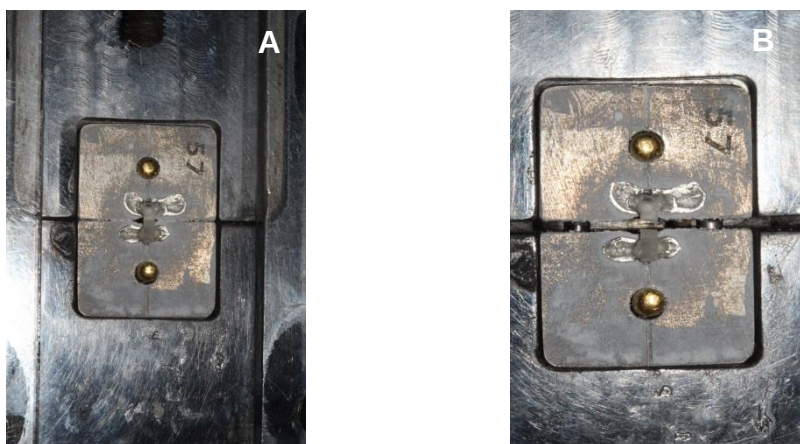
Legenda: a) Posicionamento do espécime na cortadeira Labcut; b) Cortes perpendiculares ao bloco de resina para obtenção dos palitos; c/d) medição da área da interface adesiva.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.9 Teste de microtração

Para realização dos testes de microtração os palitos foram colados nos suportes para espécimes do dispositivo de microtração modelo LA 2500 (Erios, São Paulo, SP, Brasil), empregando cola a base de cianocrilato IC-GEL (Odeme, Luzerna, SC, Brasil) (Figura 8A e 8B). Os ensaios foram realizados em uma máquina de ensaios universais (DL-200MF, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil), com uma célula de carga de 10 Kg, a uma velocidade de 1 mm/min, segundo as normas descritas na ISO/TS11405, 2003. Os valores foram descritos em N e transformados por meio de software acoplado à máquina universal em MPa.

Figura 8 - Posicionamento dos palitos na máquina de ensaio universal



Legenda: a) Palito posicionado no dispositivo para ensaio de Microtração; b) Palito fraturado após o teste de resistência de união.
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.10 Análise das fraturas

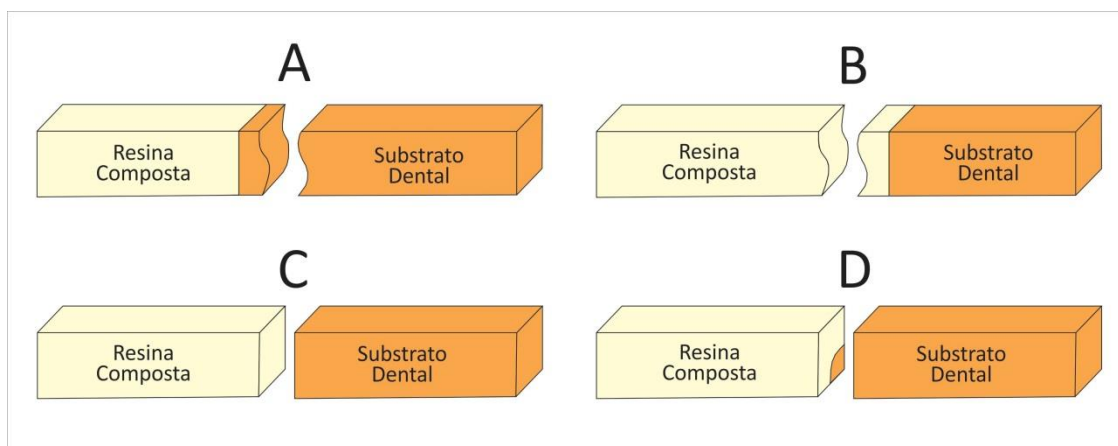
Após a mensuração da resistência adesiva, os palitos fraturados foram

observados em estereomicroscópio (V 20, Karl Zeiss, Alemanha) com aumento de 50x. A análise do tipo de fratura foi feita e classificado em:

- a) coesiva em substrato dental (dentina) – fratura predominantemente (com mais de 75%) no interior da estrutura dental;
- b) coesiva em resina – fratura predominantemente (cerca de 75%) no interior da resina composta;
- c) adesiva – fratura na interface adesivo/estrutura dental ou na interface adesivo/resina composta, em mais de 75% da área analisada;
- d) mista – fraturas sem predominância maior que 75% de qualquer tipo de falha.

O percentual de ocorrência de cada tipo de fratura foi calculado.

Figura 9 – Tipos de Fratura



Legenda: a) Fratura coesiva no substrato dental; b) Fratura coesiva na resina composta; c) Fratura adesiva; d) Fratura mista.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.11 Planejamento estatístico

Segundo a proposta deste estudo, as hipóteses de nulidade avaliadas foram:

- a) H_{0a} O uso da técnica do etanol não influencia de forma significativa a resistência adesiva;
- b) H_{0b} A ciclagem termomecânica não resulta em influência significativa na resistência adesiva;
- c) H_{0c} A técnica de aplicação não influencia de forma significativa a resistência adesiva.

Para análise estatística foi utilizado o teste de análise de variância (ANOVA 3 fatores) e teste Tukey, adotando um nível de significância de 5%.

5 RESULTADO

Na Tabela 1 são apresentados os valores de média e desvio padrão de microtração.

Tabela 1 – Média e Desvio Padrão

Modo aplic	Etanol	Envelhecimento	Média (MPa)	Desvio Padrão
Ácido Total	Sem	Com (GSCE) ^a	9,82729	0,533221
Auto	Sem	Com (GSAE) ^b	14,57765	1,0283
Auto	Sem	Sem (GSASE) ^c	17,33578	1,159834
Ácido Total	Sem	Sem (GSCSE) ^{cd}	19,2295	1,570092
Ácido Total	Com	Com (GECE) ^{de}	20,87997	1,590784
Ácido Total	Com	Sem (GECSE) ^{de}	21,2035	2,52963
Auto	Com	Sem (GEAE) ^e	22,19451	2,122049
Auto	Com	Com (GEASE) ^e	22,91283	1,972665

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Tabela 1 os grupos GSCE e GSAE obtiveram as médias mais baixas de adesão em relação aos outros grupos, e esses valores foram estatisticamente diferentes entre si. Foram observados valores médios sem diferença significativa para os grupos GSASE e GSCSE, sendo que este último ainda foi similar aos grupos GECE e GECSE. Os grupos GEASE e GEAE apresentaram os maiores valores médios de adesão, porém não foram estatisticamente diferentes entre si e entre os grupos GECE e GECSE.

Os resultados do teste ANOVA estão na Tabela 2.

Tabela 2 – Teste ANOVA três fatores

Efeito	SS	GL	Média	F	P
Adesivo	43,72	1	43,72	0,533221	0,00018
Etanol	869,28	1	869,28	1,0283	0
Envelhecimento	175,02	1	175,02	1,159834	0
Adesivo + Etanol	0,04	1	19,2295	1,570092	0,9109
Adesivo + Envelhecimento	74,69	1	20,87997	1,590784	0,000002
Etanol + Envelhecimento	199,3	1	21,2035	2,52963	0
Adesivo + Etanol + Envelhecimento	39,68	1	22,19451	2,122049	0,000338

Fonte: Elaborado pelo autor.

O modo de aplicação do sistema adesivo universal é apresentado na Tabela 3.

Tabela 3 – Modo de Aplicação do sistema adesivo universal

Etanol	Envelhecimento	Modo de aplicação
Com	Sem	Auto = Condicionamento ácido total
	Com	Auto = Condicionamento ácido total
Sem	Sem	Auto = Condicionamento ácido total
	Com	Auto > Condicionamento ácido total

Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com a Tabela 3, o modo de aplicação do sistema adesivo universal apresentou resultados semelhantes para os grupos, exceto para GSAE que foi maior que GSCE. Portanto, rejeitamos H_{0c} .

A influência do Envelhecimento artificial é apresentada na Tabela 4.

Tabela 4 – Envelhecimento Artificial

Etanol	Modo de aplicação	Envelhecimento
Com	Autocondicionante	Com = Sem
	Condicionamento ácido total	Com = Sem
Sem	Autocondicionante	Com < Sem
	Condicionamento ácido total	Com < Sem

Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 4, os grupos que foram submetidos aos processos de envelhecimentos artificiais apresentaram valores inferiores, exceto quando da utilização do etanol previamente ao sistema adesivo, no qual os resultados não foram influenciados pelos envelhecimentos. Com estes resultados podemos rejeitar H_{0b} .

O fator Etanol está exposto na Tabela 5.

Tabela 5 – Pré-tratamento dentinário com Etanol 100%

Envelhecimento	Modo de aplicação	Etanol
Com	Autocondicionante	Com > Sem
	Condicionamento ácido total	Com > Sem
Sem	Autocondicionante	Com > Sem
	Condicionamento ácido total	Com = Sem

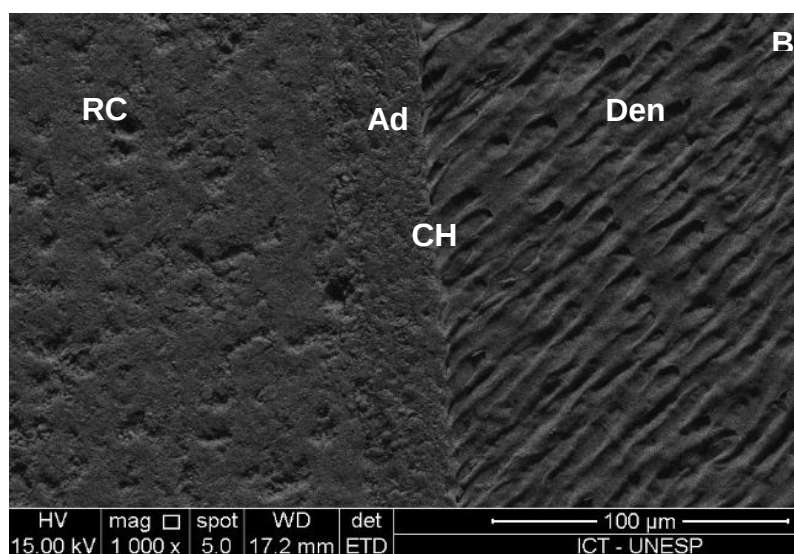
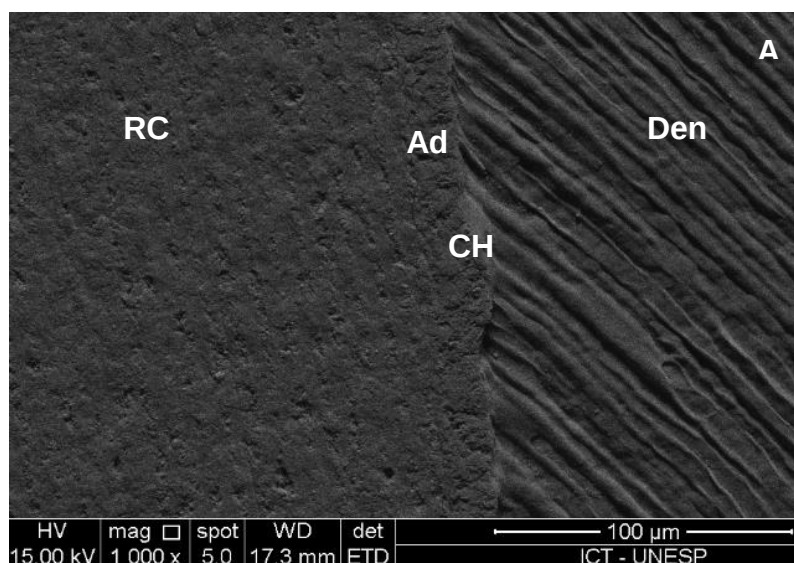
Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com a Tabela 5, o etanol resultou em valores superiores de microtração, exceto para GECSE que foi similar a GSCSE, o que permite rejeitar a primeira hipótese nula (H_{0a}).

5.1 Análise Ilustrativa da Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

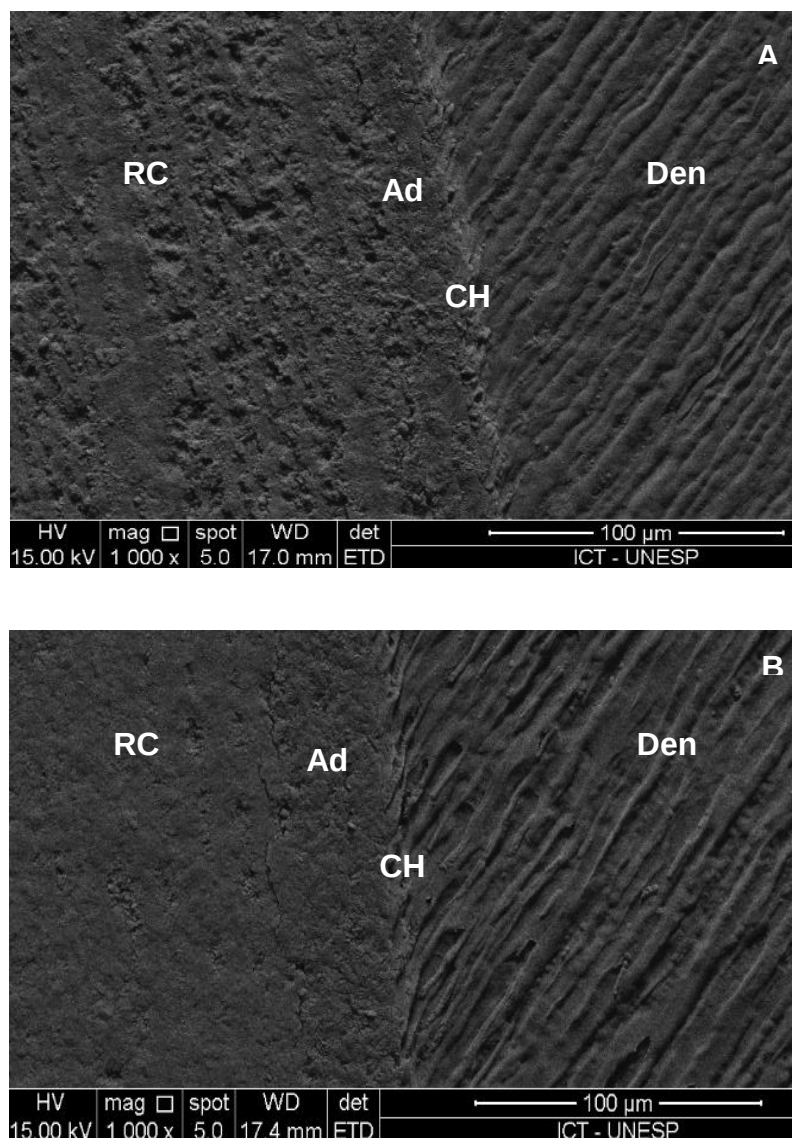
Para ilustrar o estudo foi feita análise da interface adesiva através da MEV. Houve um padrão das imagens de microscopia, não apresentando características visíveis que sugerem diferenças entre os grupos.

Figura 10 - Análise em MEV da interface adesiva



Legenda: RC: Resina Composta; Ad: Adesivo; Den: Dentina; CH: Camada Híbrida. a) As imagens não sugerem alterações com relação à CH para os grupos GEA; b) GSEA.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 11 - Análise em MEV da interface adesiva

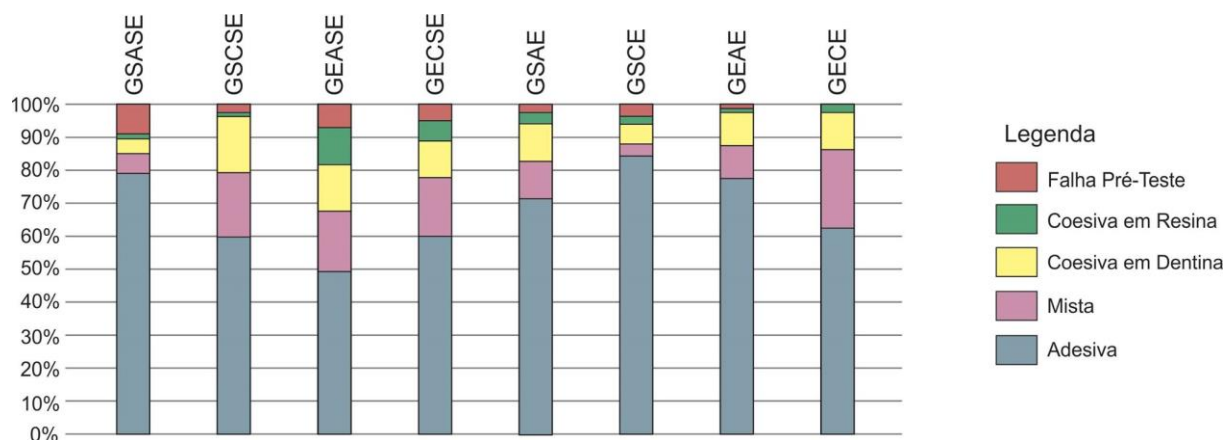


Legenda: RC: Resina Composta; Ad: Adesivo; Den: Dentina; CH: Camada Híbrida. a) É possível observar a formação de CH semelhante para GEC; b) GSEC.
 Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2 Gráfico com a Análise de fraturas

A Figura 12 ilustra as porcentagens dos tipos de fraturas que ocorreram em cada grupo.

Figura 12 – Gráfico de porcentagens dos tipos de fraturas



Fonte: Elaborado pelo autor.

Com base nos dados da Figura 12, pode-se observar que a falha adesiva foi maior para todos os grupos, sendo que a maior porcentagem foi para GSCE com índice de 84,3%. GSASE apresentou 9% de falhas pré-teste, sendo o grupo com maior porcentagem deste tipo de fratura, além de ser o grupo com maior valor para falha coesiva em resina (15%). Com relação à falha coesiva em dentina, o grupo com maior porcentagem foi GSCSE com índice de 17,07%.

6 DISCUSSÃO

Para facilitar o entendimento da discussão deste trabalho optamos por discutir as interações dos fatores de estudo, além disso, elas foram abordadas levando em consideração as associações entre si.

6.1 Etanol x Envelhecimento

Segundo Vanajasan et al., em 2011 alguns estudos afirmam que há diferença na força de ligação entre dentes humanos e bovinos. Esta diferença está ligada ao fato de que túbulos dentinários apresentam maior diâmetro na porção coronária da dentina bovina, porém um estudo realizado por Nakamichi et al., em 1983 mostraram que não há diferença na força de união para dentina bovina e humana quando é utilizado apenas as camadas superficiais e há diminuição da força de ligação conforme há aumento da profundidade dentinária. Para o grupo em que não houve aplicação do etanol, porém houve o envelhecimento artificial, o modo de aplicação autocondicionante (GSAE) obteve valores maiores em relação ao grupo de condicionamento ácido total. Portanto pode-se observar que o sistema adesivo universal quando aplicado ao substrato dentinário no modo autocondicionante simplificado, devido à ausência do passo de condicionamento ácido, que remove smear layer e minerais do substrato dental, é capaz de incorporá-los na camada híbrida. Além disso, de acordo com Inoue et al. (2005), Fecury et al. (2006) e Chen et al. (2015), devido ao processo de infiltração ocorrer simultaneamente ao de desmineralização, a estrutura formada pela impregnação resinosa é mais fina, porém homogênea e compacta. Quando há condicionamento ácido total, há discrepância entre a desmineralização e a infiltração dos monômeros resinosos na interface resina-dentina, o que leva a nanoinfiltração e contribui para a instabilidade ao longo do tempo, resultando na degradação das fibras colágenas desprotegidas no interior da camada híbrida (Ahn et al., 2015). Portanto o modo de aplicação

autocondicionante é capaz de criar ligações eficientes com a rede de colágeno e smear layer presentes na superfície dentinária.

De acordo com estudos realizados por Tay et al. (2007), Hosaka et al. (2009), Kim et al. (2010), Li et al. (2012), Mortazavi et al. (2012), Scheffel et al. (2015), o etanol contrai as fibrilas colágenas em diâmetro, além de diminuir o volume da matriz, fazendo com que haja o aumento dos espaços interfibrilares, indicando que há mais resina rodeando as fibrilas colágenas, que tornaram-se mais rígidas o que permite que elas permaneçam expandidas, preservando a infiltração adesiva, e esta característica pode ser responsável pelo aumento das forças de união da resina com a dentina, além disso, afirmaram que o condicionamento ácido, promove a dissolução dos cristais de apatita das fibrilas colágenas e dos cristais presente entre elas. Além dessa característica, devido o sistema adesivo Single Bond Universal apresentar solvente a base de etanol, a aplicação do etanol 100% previamente facilitou a impregnação dos monômeros resinosos nas fibras colágenas resultando numa união estável (Hosaka et al., 2009, Liu et al., 2011; Scheffel et al., 2015), mesmo após o envelhecimento artificial, que neste estudo não houve diferenças estatisticamente significantes entre os grupos com etanol e envelhecidos ou não. De acordo com um estudo realizado por Kim et al. (2010) a incompleta substituição da água na interface adesiva durante a aplicação dos sistemas adesivos e pela menor impregnação das fibras colágenas pelos monômeros, além de deixar uma matriz colágena hidratada que afeta negativamente a resistência de união entre o compósito e substrato dental nos ciclos de fadiga, também facilita a hidrólise da camada híbrida, que diminui a longevidade da restauração.

Kim et al., em 2010 concluíram que a suspensão de um líquido quimicamente desidratante como etanol, ao ser mais efetivo para remover água dos túbulos dentinários, resulta no aumento da ligação de hidrogênio intramolecular das moléculas de colágeno, que causam a contração das fibrilas pela redução dos espaços laterais dessas moléculas. Além disso, o etanol substitui a água dos compartimentos interfibrilares e remove ligações fracas de água em torno dos orifícios tubulares. Os resultados mostraram que os adesivos contemporâneos não são capazes de remover a água do compartimento intrafibrilar, e isso acarreta na

diluição dos monômeros solúveis em água e subsequente sorção de água durante o envelhecimento (Mortazavi et al., 2012).

Para o estudo de Yesilyurt et al., 2015 em que foi utilizado a técnica úmida por etanol 100% e condicionamento ácido total do substrato dentinário, não houve diferença na força de união, que foi avaliada após 24 h e 12 meses, portanto os autores chegaram à conclusão que a técnica com etanol não foi capaz de melhorar a durabilidade da união dos sistemas adesivos testados. Fato que pode estar ligado à ativação das MMPs pelo condicionamento ácido e aumento do lúmen dos túbulos dentinários com consequente aumento da quantidade de fluido dentinário na interface, que dificulta a impregnação das fibras colágenas pelos monômeros adesivos.

6.2 Etanol x Modo de aplicação

Para a interação dos fatores etanol e modo de aplicação, independente do modo de aplicação do sistema adesivo, os resultados obtidos para os grupos em que houve a aplicação do etanol 100% e foram submetidos ao envelhecimento artificial após as 48 h, apresentaram valores semelhantes aos grupos não envelhecidos, o que sugere que o etanol é capaz de manter as características da união adesiva. Portanto, a ligação úmida por etanol pode ser realizada a fim de aumentar a longevidade da adesão do material ao substrato dentinário, uma vez que para os grupos em que não houve a aplicação do etanol previamente ao sistema adesivo universal, os grupos envelhecidos obtiveram valores de união menores em comparação aos grupos sem envelhecimento artificial. De acordo com Carvalho et al. (2003), Nishitani et al. (2006), Becker et al. (2007) e Kim et al. (2010), este resultado pode estar diretamente ligado ao fato de que a dentina saturada por etanol, diminui o diâmetro das fibrilas de colágeno, aumentando os espaços interfibrilares disponíveis, favorecendo a impregnação dos monômeros resinosos do sistema adesivo que consequentemente aumentando as forças de adesão. Além disso, a matriz dentinária saturada por etanol cria circunstâncias favoráveis para

metacrilatos de se difundirem nos espaços interfibrilares, originando uma camada híbrida e produzindo propriedades mecânicas melhores, pois quanto maior a quantidade de monômero resinoso hidrófobo (BisGMA) infiltrado, maiores são as forças de união resina-dentina. Ao se obter maior quantidade de monômeros hidrófobos na matriz de colágeno saturada por etanol, há uma diminuição do acesso das MMPs, bloqueando a ação de collagenases intrínsecas. Além do que, monômeros hidrófobos na matriz colágena diminuem a sorção de água, plastificação resinosa e clivagem hidrolítica que é catalisada por enzima colágena. (Hosaka et al., 2009; Sadek et al., 2010b; Liu et al., 2011). A técnica utilizando etanol como pré-tratamento é capaz de remover as proteínas ligadas não-colagenosas associadas, tais como MMPs (Sadek et al., 2010b).

Solventes orgânicos como acetona e etanol são considerados melhores quando comparados à água, uma vez que podem promover a infiltração dos monômeros resinosos pelas fibrilas colágenas, resultando num melhor desempenho da união adesiva (Ahn et al., 2015). Além dos solventes orgânicos deslocarem as moléculas de água da matriz colágena desmineralizada, devido a sua alta capacidade de evaporação são facilitadores da difusão dos monômeros pela dentina desmineralizada, dependendo da composição do adesivo (Van Meerbeek et al., 1998; Garcia et al., 2010; Ayar, 2014). Esta característica concorda com um estudo de Salvio et al. (2013), no qual afirma que a presença de solvente residual na interface de união pode acarretar em distúrbios na reação de polimerização o que é extremamente deletério para a adesão, portanto quanto melhor a capacidade de evaporação menor é a chance da manutenção de solvente residual na interface adesiva. De acordo com De Munck et al. (2004); Malacarne et al. (2006) e Mai et al. (2010), a infiltração de monômeros é incompleta, principalmente devido à alta afinidade pela água, o que favorece a formação de uma camada híbrida porosa, que é mais propensa à absorção de água e a solubilidade. Além disso, essas características facilitam que os monômeros atinjam o tecido pulpar através da dentina intertubular e conseqüentemente o potencial tóxico, o que ajuda no comprometimento da longevidade da restauração. No estudo de Liu et al. (2011), os autores sugerem que a técnica do etanol é capaz de aumentar a absorção de monômeros resinosos e produzir uma melhor vedação da matriz de colágeno,

mesmo quando um adesivo hidrófilo é utilizado. A presença de etanol provavelmente aumenta o grau de conversão do adesivo hidrófilo.

Assim como estudos realizados por Nishitani et al. (2006), Sadek et al. (2010b) e Liu et al. (2011), a adição de etanol como solvente mostrou favorecer a infiltração dos monômeros resinosos nas fibrilas colágenas e tornou a matriz dentinária hidrofóbica e mais estável ao longo do tempo, além de diminuir sorção de água e a hidrólise do colágeno. De acordo com Salvio et al., em 2013 adesivos autocondicionantes são compostos por monômeros resinosos ácidos, monômeros hidrófilos como HEMA, de baixo peso molecular, e dimetacrilatos funcionais. A presença de água é importante para a ligação dos adesivos, pois é capaz de ionizar os monômeros ácidos, permitindo que haja a desmineralização e infiltração nos substratos dentários simultaneamente.

Tay et al., 2007 não observaram diferenças na força de união para um sistema adesivo hidrófobo diante da técnica úmida por etanol 100%. Sadek et al., 2010c também não obtiveram resultados tão promissores com a mesma técnica. Estes resultados podem estar relacionados à dificuldade de remoção da água do substrato dentinário em sua totalidade quando é utilizado o etanol 100%, assim não permitindo uma impregnação efetiva dos monômeros hidrófobos e a possibilidade deles sofrerem diluição, resultando em pobre união dos adesivos ao substrato dentinário.

Entretanto, os resultados deste estudo concordam com Pashley et al., 2007, Sauro et al., 2011, Liu et al., 2011 e Nagpal et al., 2015 que observaram a possibilidade da infiltração de monômero resinoso hidrófilo puro, que produziram forças de ligação mais altas e alta resistência ao stress mecânico, na dentina umedecida com etanol e que houve menor colapso da matriz, em comparação com a dentina úmida por água. Portanto, pode-se sugerir a aplicação de um sistema adesivo hidrófilo, o que melhora a interação do material com o fluido dentinário, conseqüentemente oferecendo maior estabilidade de união da interface dentina-sistema adesivo. Dessa maneira, o etanol pode ser utilizado para diminuir a quantidade de água das matrizes condicionadas e permitir uma infiltração de monômeros hidrófobos (Bis-GMA/TEGDMA) para criar uma camada híbrida também hidrofóbica. Além disso, os autores levantam a hipótese que comonômeros

hidrófilos, devido à tendência de absorver água após a polimerização podem plastificar a interface resina-dentina o que tolera ciclos mecânicos sem que haja rompimento da união.

Para Tjäderhane et al., 2013 os adesivos hidrófobos são difíceis de se aplicar na dentina, sendo uma alternativa a aplicação de adesivos hidrófilos em dentina desmineralizada e saturada por etanol, alcançando maior força de união, em comparação quando o substrato está saturado por água. Resultados sugerem que a técnica úmida por etanol é capaz de aumentar a absorção de monômeros resinosos produzindo melhor vedação da matriz colágena mesmo com adesivos hidrófilos, e a presença do etanol aumenta o grau de conversão desses adesivos.

6.3 Envelhecimento x Modo de aplicação

O teste de microtração tornou-se o método mais aceito cientificamente para medir resistência de união à dentina (Salz, Bock, 2010). Com relação aos grupos com envelhecimento, estudos de Oilo e Olsson, em 1990 e Carvalho et al., em 2003 relataram uma diminuição da adesão após a termociclagem. A técnica de condicionamento ácido total além de dissolver os cristais de apatita de dentro e entre as fibrilas de colágeno, que não somente protege o colágeno de agressão química externa, mas também fornece cálcio para a ligação química com o monômero funcional (Van Meerbeek et al., 2011), promove uma diferença de gradiente de desmineralização e origina regiões com maior quantidade de água, concordando com estudos de Salvio et al., 2013 e Mine et al., 2014. Desta maneira não há uma impregnação efetiva da dentina desmineralizada pelos monômeros adesivos, assim não são capazes de preencher completamente os espaços intra e interfibrilares, deixando fibras colágenas não protegidas que são mais fáceis de serem afetadas pela hidrólise, ataque enzimático e stress funcional e térmico (Inoue et al., 2005). A água residual impede o contato íntimo dos monômeros resinosos e fibras colágenas, o que as fazem mais susceptíveis à hidrólise pelas MMPs (Nagpal et al., 2015).

De acordo com a meta-análise de Rosa et al., 2015 a longevidade da ligação dos sistemas adesivos com o substrato dental depende do teor dos monômeros acídicos, que pode afetar a força de união e também a estabilidade de união de adesivo autocondicionante leve, utilizado neste trabalho, que atualmente é recomendado para a adesão à dentina. Além disso, devido à ausência da utilização do ácido fosfórico e interação mais superficial com a dentina, pode haver a redução do risco de sensibilidade pós-operatória e da possibilidade de degradação das fibrilas colágenas, afetando positivamente a estabilidade de união ao longo do tempo. Essas características estão de acordo com os resultados obtidos neste estudo, em que o modo de aplicação autocondicionante do sistema adesivo universal utilizado apresentou resultados semelhantes à técnica de condicionamento ácido total, exceto para GSAE que foi maior que GSCE ($14,57765 > 9,82729$ MPa).

Além disso, segundo Inoue et al., 2005, Mine et al., 2014 e Perdigão et al., 2014b, a utilização de sistema adesivo em que há 10-MDP em sua composição é capaz de interagir quimicamente, dentro de um tempo clinicamente aceitável, com a hidroxiapatita, disponível na camada híbrida. Este monômero funcional, também possui uma ligação hidroliticamente mais estável com o cálcio, quando comparado com 4-MET e P-fenil. A ligação química na interface pode contribuir para a estabilidade da união dos adesivos em longo prazo, o que confirma o *AD-concept*, que significa que quanto menos solúvel é o sal de cálcio da molécula formada, mais intensa e estável é a molécula de adesão com o substrato da hidroxiapatita (HAp). Outra característica que contribui para a manutenção da união do sistema adesivo universal ao substrato dentinário, é a manutenção da HAp ao redor das fibrilas colágenas mesmo após envelhecimento, o que previne que sejam agredidas, protegendo-as da hidrólise e consequente degradação da união adesiva.

Neste estudo, os grupos com aplicação prévia do etanol 100% obtiveram melhores resultados independentes do envelhecimento e do modo de aplicação do sistema adesivo. Este fato pode se dar devido à diminuição da quantidade de água da interface adesiva, tornando-a menos hidrofílica, o que diminui a possibilidade de hidrólise da camada híbrida, aumentando a longevidade da união. Outra alteração que o etanol é capaz de promover é o aumento dos espaços interfibrilares, que permite uma melhor impregnação do sistema adesivo e

dos monômeros hidrófobos, uma vez formada uma camada hidrofóbica, a matriz colágena desmineralizada é mais protegida de ações deletérias da água e das MMPs (Scheffel et al., 2015; Sharma et al., 2015). Além disso, há um aumento da rigidez das fibras colágenas favorecendo uma proteção eficaz das fibrilas após a aplicação do etanol, o que colabora para a formação de uma camada híbrida mais efetiva (Kim et al., 2010; Araújo et al., 2013; Scheffel et al., 2015). A técnica do etanol produz ligações resina-dentina mais estáveis, criando uma camada híbrida mais resistente à sorção de água, sendo capaz de selar a dentina, aumentar forças de união e favorecer a infiltração do BisGMA, atuando também na dentina afetada por cárie (Scheffel et al., 2015; Sharma et al., 2015).

Os grupos que foram submetidos ao envelhecimento apresentaram resultados inferiores quando comparados aos grupos sem envelhecimento, para os dois modos de aplicação do sistema adesivo (autocondicionante e condicionamento ácido total) somente para os grupos sem etanol. Já para os grupos com etanol a força de união não alterou após o envelhecimento, independente do modo de aplicação. Este fato está de acordo com estudo realizado por Marchesi et al. (2014), Perdigão et al. (2014b) e Rosa et al. (2015), pois concluíram que a técnica autocondicionante para o sistema adesivo universal aumenta a efetividade adesiva devido à manutenção da estabilidade através do tempo, o que potencializa as características dos adesivos universais aplicados no modo autocondicionante à dentina, sugerindo que o primer ácido em sua composição é suficiente para promover a desmineralização e infiltração simultânea dos monômeros resinosos, que diminui a possibilidade de nanoinfiltração, consequentemente aumentando a longevidade da interface adesiva. Porém para Muñoz et al., (2013), a performance dos adesivos universais são material-dependente. Outras características que podem ter interferido é que a incorporação dos fosfatos de cálcio não dissolvidos são muito instáveis em meio aquoso, o que enfraquece a integridade interfacial (Van Meerbeek et al., 2011), porém com a utilização do pré-tratamento dentinário com etanol 100% há formação de um meio com menor quantidade de água, favorecendo a ligação com o substrato.

Diante das alterações teciduais desfavoráveis para adesão, que ocorrem após utilização do condicionamento ácido total, e com base nos resultados

deste trabalho pode-se indicar a combinação de um sistema adesivo autocondicionante hidrófilo e pré-tratamento dentinário com etanol 100%. A fim de melhorar a estabilidade da união do material ao substrato e conseqüentemente a longevidade clínica da restauração, evitando que haja recorrência de cárie, fendas marginais, nanoinfiltração, sensibilidade pós-operatória e falhas adesivas precoces do procedimento restaurador.

7 CONCLUSÃO

O pré-tratamento dentinário com etanol 100% resultou em valores médios de microtração (MPa) superiores quando comparados aos grupos de não pré-tratamento. Sendo que foi estatisticamente significativamente maior para os grupos: GECE, GEASE e GEAE.

Com relação ao modo de aplicação, o sistema adesivo universal (Single Bond Universal – 3M ESPE) apresentou resultados semelhantes para todos os grupos, exceto para GSAE que foi significativamente superior que GSCE.

Os processos de envelhecimentos artificiais foram capazes de diminuir os valores união (MPa) para os grupos sem o pré-tratamento dentinário com etanol 100%. Com relação aos grupos com etanol 100%, os valores médios de microtração não foram influenciados pelos envelhecimentos.

REFERÊNCIAS*

- Ahn J, Jung KH, Son SA, Hur B, Kwon YH, Park JK. Effect of additional etching and ethanol-wet bonding on the dentin bond strength of one-step self-etch adhesives. *Restor Dent Endod*. 2015;40(1):68-74. doi:10.5395/rde.2015.40.1.68
- Araujo JF, Barros TAF, Braga EMF, Loretto SC, Silva e Souza PAR, Silva e Souza MH. One-year evaluation of a simplified ethanol-wet bonding technique: a randomized clinical trial. *Braz Dent J*. 2013; 24(3):267-72. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/0103-6440201302128>.
- Ayar MK. Effect of simplified ethanol-wet bonding on microtensile bond strengths of dentin adhesive agents with different solvents. *J Dent Scien*. 2014; 10(3):270-74. doi: 10.1016/j.jds.2014.06.001
- Becker TD, Agee KA, Joyce AP, Rueggeger FA, Borke JL, Waller JL, et al. Infiltration/evaporation-induced shrinkage of demineralized dentin by solvated model adhesives. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2007 Jan;80(1):156-65. doi: 10.1002/jbm.b.30580
- Bedran de Castro AK, Cardoso PE, Ambrosano GM, Pimenta LA. Thermal and mechanical load cycling on microleakage and shear bond strength to dentin. *Oper Dent*. 2004 Jan-Feb;29(1):42-8. PMID: 14753331
- Bello DMA, Fonseca DDD, Silva CHV, Beatrice LCS. Aspectos importantes na escolha dos adesivos autocondicionantes. *Odontol Clín – Cient*. 2011;10(1): 9-11.
- Blatz MB, Oppes S, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of cementation technique on fracture strength and leakage of alumina all-ceramic crowns after cyclic loading. *Quintessence Int*. 2008;39(1):23-32. PMID: 18551213
- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater*. 2008;24(1):90-101. doi: 10.1016/j.dental.2007.02.009
- Cadenaro M, Breschi L, Rueggeberg FA, Agee K, Di Lenarda R, Carrilho M, et al. Effect of adhesive hydrophilicity and curing-time on the permeability of resins bonded to water vs. ethanol-saturated acid-etched dentin. *Dent Mater*. 2009;25(1),39–47. doi: <http://doi.org/10.1016/j.dental.2008.05.004>.
- Cardoso MV, Coutinho E, Emis RB, Poitevin A, Van Landuyt KM, De Munck J, et al. Influence of dentin cavity surface finishing on micro-tensile bond strength of adhesives. *Dent Mater*. 2008 Apr; 24(4):492-501. doi: 10.1016/j.dental.2007.04.011

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 25 jan 2016]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J et al. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust Dent J*. 2011;56(1):31-44. doi: 10.1111/j.1834-7819.2011.01294.x.

Carvalho RM, Mendonça JS, Santiago SL, Silveira RR, Garcia FC, Tay FR, et al. Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin. *J Dent Res*. 2003 Aug;82(8):597–601. PMID: 12885842

Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K, et al. Bonding of universal adhesives to dentine – Old wine in new bottles? *J Dent*. 2015;43(5):525 – 536. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2015.03.004>

De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater*. 2004 Dec;20(10):963-71. doi: 10.1016/j.dental.2004.03.002

Fecury MCV, Belém FV, Tourinho FM, Penido CVSR, Cruz RA. Sistemas adesivos atuais: características físico-químicas e aplicabilidade em odontopediatria. *Arq Bras Odontol*. 2006 Ago-Dez;2(2):144-54.

Garcia G, Fernandes KB, Garcia FC, D'Alpino PH, da Rocha Svizero, Wang L. Solvent retention of contemporary comercial dentin bonding agents in a demineralized dentin matrix. *Eur J Dent*. 2010 Jul;4(3):293-7. PMID: 20613918

Guimarães LA, Almeida JCF, Wang L, D'Alpino PHP, Garcia FCP. Effectiveness of immediate bonding of etch-and-rinse adhesives to simplified ethanol-saturated dentin. *Braz Oral Res*. 2012 Mar-Apr;26(2):177-82. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/S1806-83242012000200015>.

Hosaka K, Nishitani Y, Tagami J, Yoshiyama M, Brackett WW, Agee KA, et al. Durability of resin-dentin bonds to water vs ethanol-saturated dentin. *J Dent Res*. 2009 Feb;88(2):146–51. doi:10.1177/0022034508328910

Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, et al. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*. 2005 Dec;84(12):1160-4. doi:10.1177/154405910508401213.

Kim J, Gu L, Breschi L, Tjäderhane L, Choi KK, Pashley DH, et al. Implication of ethanol wet-bonding in hybrid layer remineralization. *J Dent Res*. 2010 Jun;89(6):575–80. doi:10.1177/0022034510363380

Kuhn E, Farhatb P, Teitelbaum AP, Mena-Serrano A, Loguercio AD, Reis A, et al. Ethanol-wet bonding technique: clinical versus laboratory findings. *Dent Mater*. 2015 Sep;31(9):1030-7. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2015.05.010>

Kumari, RV, Siddaraju, K, Nagaraj, H, Poluri, RK. Evaluation of shear bond strength of newer bonding systems on superficial and deep dentin. *J Int Oral Health*. 2015 Sep;7(9):31-5. PMID: 26435613

Li F, Liu XY, Zhang L, Kang JJ, Chen JH. Ethanol-wet-bonding technique may enhance the bonding performance of contemporary etch-and-rinse dental adhesives. *J Adhes Dent*. 2012 Apr;14(2):113-20. doi: 10.3290/j.ad.a21853.

Liu Y, Tjäderhane L, Breschi L, Mazzoni A, Li N, Mao J, et al. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res*. 2011 Aug;90(8):953-68. doi: 10.1177/0022034510371799.

Mai S, Kim YK, Kim J, Yiu CK, Ling J, Pashley DH, et al. In vitro remineralization of severely compromised bonded dentin. *J Dent Res*. 2010 Apr;89(4):405-10. doi: 10.1177/0022034510363662.

Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater*. 2006 Oct;22(10):973-80. doi: 10.1016/j.dental.2005.11.020.

Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e17-23. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.154.

Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosà M, Cadenaro M, et al. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *J Dent*. 2014 May;42(5):603-12. doi: 10.1016/j.dent.2013.12.008.

Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Van Ende A, et al. Dentin-smear remains at self-etch adhesive interface. *Dent Mater*. 2014 Oct;30(10):1147-53. doi: 10.1016/j.dental.2014.07.006.

Mortazavi V, Samimi P, Rafizadeh M, Kazemi S. A randomized clinical trial evaluating the success rate of ethanol wet bonding technique and two adhesives. *Dent Res J*. 2012 Sep;9(5):588-94. PMID: 23559924

Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent*. 2013 May;41(5):404-11. doi: 10.1016/j.dent.2013.03.001.

Nagpal R, Manuja N, Pandit IK. Effect of ethanol wet bonding technique on the durability of resin-dentin bond with contemporary adhesive systems. *J Clin Pediatr Dent*. 2015;39(2):133-42. PMID: 25823483

Nakamichi J, Iwaku M, Fusayama T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J Dent Res*. 1983 Oct;62(10):1076-81. PMID: 6352757

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;18(3):269-75. PMID: 11823020

Nishitani Y, Yoshiyama M, Donnelly AM, Agee KA, Sword J, Tay FR, et al. Effects of resin hydrophilicity on dentin bond strength. *J Dent Res*. 2006 Nov; 85(11):1016–21. PMID: 17062742

Oilo G, Olsson S. Tensile bond strength of dentin adhesives: A comparison of materials and methods. *Dent Mater*. 1990 Apr;6(2):138–44. PMID: 2127754

Pashley DH. The evolution of dentin bonding. *Dent Today*. 2003 May;22(5):112-4, 116, 118-9; quiz 119. PMID: 12778681

Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM, Rueggeberg FA, Agee KA, Carrilho M, et al. From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. *Am J Dent*. 2007 Feb;20(1):7-20. PMID: 17380802

Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*. 2011 Jan;27(1):1-16. doi:10.1016/j.dental.2010.10.016.

Perdigão J, Loguercio AD. Universal or multi-mode adhesives: why and how? *J Adhes Dent*. 2014a Apr;16(2):193-4. doi:10.3290/j.jad.a31871.

Perdigão J, Kose C, Mena-Serrano AP, De Paulo EA, Tay LY, Reis A, et al. A new universal simplified adhesive: 18-month clinical evaluation. *Oper Dent*. 2014b Mar-Apr;39(2):113-27. doi: 10.2341/13-045-C.

Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. *J Dent*. 2015 Jul;43(7):765-76. doi: 10.1016/j.jdent.2015.04.003.

Sadek FT, Castellan CS, Braga RR, Mai S, Tjäderhane L, Pashley DH, et al. One-year stability of resin-dentin bonds created with a hydrophobic ethanol wet-bonding technique. *Dent Mater*. 2010a Apr;26:380-6. doi: 10.1016/j.dental.2009.12.009

Sadek FT, Braga RR, Muench A, Liu Y, Pashley DH, Tay FR. Ethanol wet-bonding challenges current anti-degradation strategy. *J Dent Res*. 2010b Dec;89(12):1499-504. doi:10.1177/0022034510385240.

Sadek FT, Mazzoni A, Breschi L, Tay FR, Braga RR. Six-month evaluation of adhesives interface created by a hydrophobic adhesive to acid etched ethanol-wet bonded dentine with simplified dehydration protocols. *J Dent*. 2010c ;38:276-83. doi: 10.1016/j.jdent.2009.11.007

Salvio LA, Hipólito VD, Martins AL, de Goes MF. Hybridization quality and bond strength of adhesive systems according to interaction with dentin. *Eur J Dent*. 2013 Jul;7(3):315-26. doi: 10.4103/1305-7456.115416.

Salz U, Bock T. Testing adhesion of direct restoratives to dental hard tissue – a review. *J Adhes Dent*. 2010 Oct;12:343–71. doi:10.3290/j.od.a19741.

Sauro S, Toledano M, Aguilera FS, Mannocci F, Pashley DH, Tay FR, et al. Resin-dentin bonds to EDTA-treated vs. acid-etched dentin using ethanol wet-bonding. *Dent Mater*. 2010 Apr; 26(4):368-79. doi: 10.1016/j.dental.2009.12.008.

Sauro S, Toledano M, Aguilera FS, Mannocci F, Pashley DH, Tay FR, et al. Resin-dentin bonds to EDTA-treated vs. acid-etched dentin using ethanol wet-bonding. Part II: Effects of mechanical cycling load on microtensile bond strengths. *Dent Mater*. 2011 Jun;27(6):563-72. doi: 10.1016/j.dental.2011.02.010

Scheffel DL, Sacono NT, Ribeiro AP, Soares DG, Basso FG, Pashley DH, et al. Immediate human pulp response to ethanol-wet bonding technique. *J Dent*. 2015 May;43(5):537–45. doi: 10.1016/j.jdent.2015.02.014.

Sharma P, Nagpal R, Tyagi SP, Manuja, N. Bonding efficacy of etch-and-rinse adhesives after dentin biomodification using ethanol saturation and collagen cross-linker pretreatment. *J Conserv Dent*. 2015 Jul–Aug;18(4):331–6. doi: 10.4103/0972-0707.159751.

Singh V, Misra A, Marangos O, Park J, Ye Q, Kieweg SL, et al. Viscoelastic and fatigue properties of model methacrylate-based dentin adhesives. *J Biomed Mater*. 2010 Nov;95(2):283-90. doi: 10.1002/jbm.b.31712.

Tay FR, Pashley DH, Kapur RR, Carrilho MR, Hur YB, Garrett LV, et al. Bonding BisGMA to dentin—a proof of concept for hydrophobic dentin bonding. *J Dent Res*. 2007 Nov;86:1034-39. doi: 10.1177/154405910708601103.

Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater*. 2001 Jul;17(4):296-308. PMID: 11356206

Ting S, Chowdhury AA, Pan F, Fu J, Sun J, Kakuda S, et al. Effect of remaining dentin thickness on microtensile bond strength of current adhesive systems. *Dent Mater J*. 2015;34(2):181–8. doi: 10.4012/dmj.2014-130.

Tjäderhane L, Nascimento FD, Breschi L, Mazzoni A, Tersario IL, Geraldeli S, et al. Optimizing dentin bond durability: strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer. *Dent Mater*. 2013;Oct;29(10):999-1011. doi: 10.1016/j.dental.2013.07.016

Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *J Dent*. 1998 Jan;26(1):1-20. doi: 10.1016/S0300-5712(96)00070-X

Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater* 2011 Jan;27:17-28. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.023.

Vanajasan PP, Dhakshinamoorthy M, Rao CS. Factors affecting the bond strength of self-etch adhesives: A meta – analysis of literature. J Conserv Dent. 2011 Jan;14(1):62-7. doi: 10.4103/0972-0707.80746

Villela-Rosa ACM, Gonçalves M, Orsi IA, Miani PK. Shear bond strength of self-etch and total-etch bonding systems at different dentin depths. Braz Oral Res. 2011 25(2):143-9. doi: 10.1590/S1806-83242011005000008

Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. J Dent. 2014 Jul;42(7):800-7. doi: 10.1016/j.jdent.2014.04.012.

Yesilyurt C, Ayar MK, Yildirim T, Akdag MS. Effect of simplified ethanol-wet bonding on dentin bonding durability of etch-and-rinse adhesives. Dent Mater J. 2015;34(4):441-8. doi:10.4012/dmj.2014-335

Yokota Y, Fujita KN, Uchida R, Aida E, Aoki NT, Aida M, et al. Quantitative Evaluation of MDP-Ca Salt and DCPD after application of an MDP-based one-step self-etching adhesive on enamel and dentin. J Adhes Dent. 2016;18(3):205-13. doi: 10.3290/j.ad.a36133.

ANEXO A - Comprovante de submissão à Comissão de Ética no uso de Animais**CEUA - Comissão de Ética no
Uso de Animais**

São José dos Campos, 26 de abril de 2016

Ofício nº 03/2016-CEUA-ICT-SJC-UNESP

Prezado Sr.

Esclarecemos que não há necessidade do projeto intitulado "**Avaliação da eficácia do etanol na resistência de união à dentina utilizando adesivo convencional e autocondicionante**" de sua responsabilidade, tendo como orientadora a **Profa. Dra. REBECA DI NICOLÓ**, ser analisado por este Comitê, porque a pesquisa em tela não envolve a utilização de vertebrados e sim o uso de dentes bovinos, como substrato comercialmente disponível, de acordo com a Lei nº 11.794 de 08/10/2008 – Lei "Arouca".

Atenciosamente



Profa.Dra. CRISTIANE YUMI KOGA ITO
Vice-Coordenadora em exercício

MAURICIO YUGO DE SOUZA
Discente do Programa de Pós-Graduação
Programa de Odontologia Restauradora (Dentística)
ICT-CSJC-UNESP