

**ANA ROSA COSTA**

***DEGRADAÇÃO QUÍMICA DA UNIÃO DE MATERIAIS ADESIVOS  
AO SUBSTRATO DENTINÁRIO – ANÁLISE MECÂNICA E  
MICROMORFOLÓGICA***

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título de Mestre em Materiais Dentários.

Orientadora: Prof. Dra. Regina Maria Puppim Rontani

PIRACICABA

2009

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

Bibliotecária: Marilene Girello – CRB-8<sup>a</sup>. / 6159

C823d	<p>Costa, Ana Rosa. Degradação química da união de materiais adesivos ao substrato dentinário – análise mecânica e micromorfológica. / Ana Rosa Costa. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2009.</p> <p>Orientador: Regina Maria Puppini-Rontani. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p>1. Adesivos dentinários. 2. Resistência à tração. I. Puppini-Rontani, Regina Maria. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.</p> <p>(mg/fop)</p>
-------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Título em Inglês: Chemical degradation of adhesive materials bonded to dentin substrate - mechanical and micromorphologic analysis

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dentin-bonding agents. 2. Tensile strength

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Regina Maria Puppini-Rontani, Manoel Damião de Souza Neto, Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Data da Defesa: 19-02-2009

Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 19 de Fevereiro de 2009, considerou a candidata ANA ROSA COSTA aprovada.

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Regina Maria Puppini Rontani".

PROFa. DRa. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Manoel Damiano de Sousa Neto".

PROF. DR. MANOEL DAMIÃO DE SOUSA NETO

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Mario Alexandre Coelho Sinhoreti".

PROF. DR. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

## DEDICATÓRIA

Aos meus pais **Reynaldo Costa** (*in memorian*) e **Maria Biscalchin Costa** minha eterna gratidão. Não existem palavras para expressar o que representam para mim. Espero um dia poder contribuir de alguma forma por tudo o que fizeram e ainda, fazem por mim. Nada seria sem vocês. Amo muito vocês.

Aos meus irmãos, **Renata, Márcia, Vanda, Augusto, Carla e Estela**, obrigada por terem contribuído para que eu pudesse chegar até aqui. Apesar das diferenças, amo todos vocês.

Aos meus **sobrinhos**, que sem saber não me deixam desistir dos meus objetivos, sendo então, fontes de minha inspiração e fortaleza.

Ao meu namorado, amigo e Prof. Dr. **Lourenço Correr Sobrinho**, pelos ensinamentos, apoio e estímulo, pela amizade, por esse imenso carinho e ainda, por tanta compreensão no segundo momento mais difícil da minha vida. Não sei como te agradecer. Amo demais você.

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha orientadora **Prof. Dra. Regina Maria Puppim Rontani**, Titular da Área de Odontopediatria, Departamento de Odontologia Infantil, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pela amizade, apoio, confiança, paciência, e ainda, pelos ensinamentos e conhecimentos compartilhados durante a orientação da dissertação de Mestrado. Muito Obrigada!

## AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP – nas pessoas do Diretor, **Prof. Dr. Francisco Haiter Neto** e Diretor Associado, **Prof. Dr. Marcelo de Castro Meneghim**, pela oportunidade de realizar este trabalho nesta instituição.

A **CAPES**, pelo apoio financeiro através da concessão da bolsa de estudo.

Ao **Prof. Dr. Simonides Consani**, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pela amizade, incentivo, apoio, disponibilidade constante, e pelos ensinamentos, contribuindo em minha formação.

Ao **Prof. Mário Fernando De Goes**, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pelo ensinamento, enriquecendo a minha formação.

Ao **Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, agradeço mais uma vez, pelo apoio e amizade, e pelos ensinamentos durante a minha formação.

Ao **Prof. Dr. Mário Alexandre Sinhoretti**, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pela análise estatística no estudo piloto, pelo apoio, incentivo, amizade e ensinamentos durante todo esse período.

Aos Professores: **Dr. Simonides Consani, Dr. Rafael Leonardo Xediek Consani, Dra. Roberta Caroline Bruschi Alonso**, por terem participado do meu exame de qualificação e contribuído para a melhora deste trabalho.

Ao engenheiro **Marcos Blanco Cangiani**, técnico do laboratório da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pela ajuda que foi de fundamental importância, pela paciência e constante disponibilidade.

À **Selma Aparecida Barbosa Segalla**, secretária da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pela amizade.

Aos amigos do Programa de Pós-Graduação, desta área, **Ailla, Karlinha, Hilka, Vanessa, Carla, Kiti, Adriana, Paula, Lucas, Rafael**, pela amizade e por tantos momentos maravilhosos compartilhados.

Aos alunos do Doutorado em Materiais Dentários, em especial, **Ian, Veridiana e Lucas**, que partilharam muitos momentos de aprendizado no primeiro ano de Mestrado.

À aluna do Doutorado em Materiais dentários, **Fabíola Galbiatti de Carvalho**, pela imensa ajuda e conhecimento compartilhado, sendo de fundamental importância para o desenvolvimento deste trabalho.

Ao aluno do Doutorado em Materiais Dentários, **Luciano de Souza Gonçalves**, pelo conhecimento compartilhado, sendo fundamental no início do desenvolvimento deste trabalho.

A todas as pessoas que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

## RESUMO

O propósito neste estudo foi avaliar o efeito da ciclagem dinâmica de pH (solução DES/RE) e o tempo de armazenagem na degradação da união resina/dentina, por meio do ensaio de resistência da união à microtração e quantificar os íons flúor liberados do sistema adesivo. A superfície da face oclusal de terceiros molares humanos extraídos foi desgastada com lixa de carbetto de silício de granulação 600. Em seguida, os dentes foram separados em 2 grupos de acordo com o sistema adesivo utilizado (n=4): Clearfil Protect Bond (PB) (Kuraray) e Clearfil SE Bond (SE) (Kuraray). Um bloco de resina composta TPH (Dentsply) de aproximadamente 6 mm de espessura foi unido ao dente com os sistemas adesivos, preparados de acordo com as recomendações do fabricante e cada camada de 2 mm de espessura foi irradiada por 40 segundos. Após 24 horas em umidade relativa à 37° C, as amostras foram seccionadas perpendicularmente à área de união, para obter palitos com área de secção transversal de 1mm<sup>2</sup> e separados em 6 grupos de acordo com o período de armazenagem: G1 – PBI (imediate - controle); G2 – PBC (ciclagem dinâmica de pH); G3 – PBA (armazenagem em água deionizada por 140 dias); G4 – SEI (imediate - controle); G5 – SEC (ciclagem dinâmica de pH); e, G6 – SEA (armazenagem em água deionizada por 140 dias). Em seguida, os palitos foram submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração em máquina de ensaio universal (Instron) a velocidade de 0,5 mm/minuto. Para análise da liberação de flúor, os palitos foram armazenados individualmente em 1 mL de solução DES (n=8), RE (n=8) ou água deionizada (n=23) para o sistema adesivo Clearfil Protect Bond com um eletrodo íon específico conectado a um potenciômetro, usando 0,05 mL do sistema tampão concentrado TISAB III adicionado a 0,5 mL da solução da amostra, por 1 a 4 (DES, RE e água deionizada) e 30 dias (água deionizada). Os dados foram submetidos à Análise de Variância, ao teste de Tukey (5%) e ao teste de Friedman's. Os valores de resistência de união à microtração (MPa) foram: 30,4±11,6 (PBI), 29,5±9,1 (PBC), 27,1±11,6 (PBA), 28,9±11,1 (SEI), 27,1±7,6 (SEC) e 21,3±10,9 (SEA). Nenhuma diferença estatística foi observada entre os dois sistemas adesivos em todas as condições de tratamento (p>0,05). O PBI e o



SEI apresentaram valores de resistência de união à microtração significativamente maiores em relação ao PBA e ao SEA ( $p < 0,05$ ). A ciclagem dinâmica de pH no PB e SE não mostrou diferença significativa nos valores de resistência de união à microtração, quando comparado com o imediato e a armazenagem em água deionizada por 140 dias ( $p > 0,05$ ). A concentração de flúor presente nas soluções DES/RE foi menor que 0,03125 ppm e nenhuma quantidade esteve presente na água, para o sistema adesivo testado (Clearfil Protect Bond). Conclui-se, portanto, que nenhuma diferença significativa foi observada entre os sistemas adesivos. A armazenagem em água deionizada por 140 dias diminuiu os valores de resistência da união à microtração, para os dois sistemas adesivos.

**Descritores:** Adesivos Dentinários; Desmineralização Induzida Quimicamente; Degradação Hidrolítica; Resistência à Tração; Análise Quantitativa de Flúor.

## ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the effect of the dynamic chemical challenge pH (DES/RE solutions) and storage regimen on degradation of resin/dentin-bonding using the microtensile bond strength ( $\mu$ TBS) and quantify fluoride release from the adhesive system. Superficial occlusal dentin of extracted human molars was exposed and wet ground with 600-grit SiC paper. Then, teeth were randomly distributed into 2 groups according to adhesive systems (n=4): Clearfil Protect Bond (PB) (Kuraray) and Clearfil SE Bond (SE) (Kuraray). A block of composite resin TPH (Dentsply) with 6 mm thickness was bonded to the tooth with the adhesive systems according to manufacturer's instructions and each thickness with 2 mm was light cured for 40 seconds. After 24 hours in moist environment at 37°C, the specimens were sectioned perpendicular to the bonding area to obtain 1mm<sup>2</sup> sectional area sticks, which were randomly divided into 6 groups according to storage regimen: G1 – PBI (immediate–control); G2 – PBC (pH cycling model); G3 – PBW (140 days water storage); G4 – SEI (immediate – control); G5 – SEC (pH cycling model); and, G6 – SEW (140 days water storage). After that, the sticks were submitted to microtensile bond strength ( $\mu$ TBS) test in a Universal machine (Instron) at a crosshead speed of 0.5mm/min. Fluoride concentration in demineralization (n=8) / remineralization (n=8) solutions and deionized water (n=23) was obtained by collecting 0,5 mL of these solutions and 0,05 mL of TISAB III, from 1 to 4 days ( De, Re and deionized water) and 30 days (deionized water). Fluoride release was detected using a fluoride-specific electrode connected to a microprocessor ion analyzer. The data were submitted to ANOVA and Tukey's tests ( $p < 0.05$ ) and Friedman's tests. Microtensile bond strength-  $\mu$ TBS (MPa) mean values were 30.4 $\pm$ 11.6 (PBI), 29.5 $\pm$ 9.1 (PBC), 27.1 $\pm$ 11.6 (PBW), 28.9 $\pm$ 11.1 (SEI), 27.1 $\pm$ 7.6 (SEC) and 21.3 $\pm$ 10.9 (SEW). There was no significantly statistical difference between PB and SE in all conditions of treatment ( $p > 0.05$ ). The PBI and SEI showed significantly higher  $\mu$ TBS values compared to PBW and SEW ( $p < 0.05$ ). The pH cycling model in the PB and SE didn't show significantly difference on  $\mu$ TBS values when compared immediate and the deionized water storage for 140 days ( $p > 0.05$ ). Fluoride concentrations present in the DES/RE

were less than 0.03125 ppm and no in deionized water, regardless of the adhesive system tested. No significantly difference was found between adhesive systems in all conditions. The 140-day water storage decreased the  $\mu$ TBS values from two adhesives systems.

**Keywords:** Dentin-Bonding Agents; Desmineralization Chemically Induced; Hidrolytic Degradation; Tensile Strength; Quantitative Analysis of the Fluoride.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b>	01
<b>2. REVISÃO DA LITERATURA</b>	05
<b>3. PROPOSIÇÃO</b>	73
<b>4. MATERIAL E MÉTODOS</b>	75
4.1. Delineamento Experimental	75
4.2. Materiais	78
4.3. Seleção dos dentes e preparo da superfície dentinária	79
4.4. Aplicação dos sistemas adesivos e procedimentos restauradores	82
4.5. Obtenção dos espécimes para o ensaio de microtração e desafio cariogênico	88
4.6. Ciclagem de pH ou desafio químico dinâmico (solução desmineralizante e remineralizante)	92
4.7. Ensaio de resistência de união à microtração	93
4.8. Análise do padrão de fratura (MEV)	94
4.9. Análise quantitativa de flúor liberado nas soluções de armazenagem	95
4.10. Análise estatística	97
<b>5. RESULTADOS</b>	99
<b>6. DISCUSSÃO</b>	111
<b>7. CONCLUSÃO</b>	119
<b>REFERÊNCIAS</b>	121
<b>ANEXOS</b>	133

# 1 – INTRODUÇÃO

A atual tendência minimamente invasiva da Odontologia visa à preservação da maior quantidade possível de estrutura dentária remanescente. Com essa tendência, a utilização de sistemas adesivos adquire extrema importância, podendo-se observar pelo grande número de novos materiais que vêm sendo evoluídos e apresentados no mercado odontológico (Kawai *et al.*, 1997; Ferracane *et al.*, 1998; Itota *et al.*, 2003; Chersoni *et al.*, 2004; Itthagarun *et al.*, 2004; Hara *et al.*, 2005).

Paralelo a essa tendência, a preocupação com a estética tem sido considerada por dentistas e desejada por pacientes. Por tais razões, quando se trata de dentística restauradora, os melhores resultados estéticos são conseguidos através da utilização de restaurações adesivas. (Courson *et al.*, 2005).

As principais preocupações que envolvem as restaurações são o aparecimento de defeitos nas margens e o desenvolvimento de lesões de cárie secundárias, sendo esta última considerada uma das principais causas de falhas, com conseqüente necessidade de substituição das restaurações (Dionysopoulos *et al.*, 2003; Hara *et al.*, 2005; Prati *et al.*, 2005).

A inclusão de fluoretos nos materiais restauradores é ferramenta útil para prevenir a recorrência de cárie (Palma *et al.*, 1996; Kawai *et al.*, 1997; Dionysopoulos *et al.*, 1998; Francci *et al.*, 1999). Esta ferramenta tem sido aplicada tanto na produção de sistemas adesivos quanto de resinas compostas (Itthagarun *et al.*, 2004; Tay *et al.*, 2004), uma vez que o flúor é conhecido pelo seu potencial anti-cariogênico devido à capacidade de inibir a desmineralização e promover a remineralização dos tecidos dentários (Ten Cate, 1990; Francci *et al.*, 1999).

A liberação de íons flúor que antes era propriedade restrita aos cimentos de ionômero de vidro convencionais e aos modificados por resina, agora é encontrada em concentrações razoáveis nos sistemas adesivos e resinas compostas, que conferem aumento da resistência a desmineralização da dentina e do esmalte (Kawai *et al.*, 1997; Francci *et al.*, 1999).

Sistemas adesivos com flúor teriam a capacidade de auxiliar na promoção da remineralização da dentina descalcificada afetada por cárie que foi preservada sob a restauração e contribuir para a durabilidade das restaurações (Itota *et al.*, 2003).

Alguns trabalhos vêm sendo realizados para elucidar as características e propriedades dos sistemas adesivos com flúor, com o objetivo de quantificar a liberação de íons fluoreto, de verificar a capacidade de inibição do desenvolvimento de lesões de cárie e de avaliar a resistência da união dos materiais à dentina e ao esmalte dental (Ferracane *et al.*, 1998; Itota *et al.*, 2003; Hara *et al.*, 2005; Lobo *et al.*, 2005).

Entretanto, a literatura é escassa quando se avalia o comportamento do sistema adesivo autocondicionante que liberaria flúor na resistência da união frente ao desafio químico dinâmico (ciclagem de pH), seja de alto ou baixo desafio.

Estudos *in vitro* têm sido empregados para analisar o comportamento de materiais restauradores frente à dinâmica da cárie dentária (Palma *et al.*, 1996; Kawai *et al.*, 1997; Dionysopoulos *et al.*, 1998; Carvalho e Cury, 1999; Grossman e Matejka, 1999). Os modelos com ciclagens de pH empregados *in vitro* possibilitam a análise do ganho ou da perda de mineral presentes tanto na dentina como no esmalte, com a finalidade de simular o desenvolvimento de lesões de cárie dentária comparáveis às encontradas *in vivo* (Featherstone *et al.*, 1986; White, 1987; Grossman e Matejka, 1999). Há dois tipos de modelos químicos: dinâmico e estático. O modelo dinâmico utiliza ciclos de desmineralização e remineralização (Featherstone *et al.*, 1986; Ten Cate, 2001) e o estático é realizado pela imersão da estrutura dentária em soluções ou géis ácidos (Dionysopoulos *et al.*, 1998). Apesar de nenhum dos modelos reproduzirem exatamente as alterações induzidas na cavidade bucal, o modelo químico dinâmico parece ser o mais próximo em simular o desenvolvimento de lesão de cárie dentária, pois simula o processo de desmineralização e remineralização que acontece durante a formação da lesão (Featherstone *et al.*, 1986; Ten Cate *et al.*, 1990; White, 1995).

Outro fator que deve ser levado em consideração é a durabilidade da união entre a resina composta e a estrutura dentária. Apesar dos avanços e do desenvolvimento dos sistemas adesivos nos últimos anos, falhas podem ocorrer nas restaurações adesivas influenciadas pelo tempo e condições do meio bucal. Além disso, em estudos longitudinais pode ser observada sensibilidade pós-operatória, pigmentação nas margens, infiltração e fratura das margens, evidenciando a fragilidade em função da possível degradação na interface de união entre a estrutura dentária e os sistemas adesivos (Sano *et al.*, 1999; Hashimoto *et al.*, 2000; De Munck *et al.*, 2003). De acordo com Armstrong *et al.* (2003), De Munck *et al.* (2003), Hashimoto *et al.* (2003), Carrilho *et al.* (2005) e Toedano *et al.* (2007) a resistência da união mostrou redução significativa nos valores após longos períodos de armazenagem em água. Segundo Burrow *et al.* (1996) a diminuição nos valores de resistência de união após armazenamento em água ocorre devido à possível degradação das estruturas polimérica e protéica, independente das fibras de colágeno e sistema adesivo.

Dessa maneira, o presente estudo teve como objetivos avaliar a influência de sistemas adesivos com e sem flúor na resistência da união à microtração de restaurações confeccionadas em dentina humana hígida, submetidas à indução química dinâmica e armazenagem em água deionizada por 140 dias, além da quantificação de íons flúor do sistema adesivo nas soluções DES, RE e água deionizada.

A hipótese testada é de que o sistema adesivo contendo flúor produz maior resistência da união à microtração, de acordo com o tempo e meio de armazenagem.

## 2 – REVISÃO DA LITERATURA

Em 1986, FEATHERSTONE *et al.* realizaram um estudo *in vitro* com o objetivo de desenvolver uma metodologia voltada para a ciclagem de desmineralização e remineralização, com a finalidade de simular uma situação *in vivo* analisando o efeito de baixas concentrações de flúor no processo de remineralização das estruturas dentais. Neste estudo foram analisados pacientes em tratamento ortodôntico verificando a ação preventiva na formação de cáries, empregando dentifrícios com flúor em concentração de 1000 ppm F combinado com bochecho de flúor em concentração de 0,05% ou, aplicação tópica de flúor fosfato acidulado. Após 1 mês, o dente foi extraído e a desmineralização foi analisada. De acordo com os resultados obtidos foi possível verificar que o uso diário de dentifrício associado à solução para bochecho com flúor foi capaz de proteger os dentes contra o processo de desmineralização. Os resultados *in vivo* foram reproduzidos *in vitro* através da ciclagem desmineralizadora (6 horas em solução contendo 1 mM de cálcio, 2 mM fosfato e 0,075 M de acetato, com pH=4,3) e remineralizadora (5 minutos em produtos fluoretados). A análise foi realizada durante um período de 14 dias. Após análise dos resultados, os autores concluíram que a presença contínua de flúor em baixas concentrações no meio bucal parece ser efetiva na inibição do processo de desmineralização e no aumento da remineralização.

Em 1987, WHITE verificou *in vitro* o efeito de dentifrícios fluoretados em lesões artificiais de cárie inicial produzidas através da ciclagem dinâmica de pH. A reatividade do flúor foi caracterizada pela elevação do flúor, microdureza da superfície e conteúdo mineral da lesão de cárie, através da análise de microrradiografia. Os dentifrícios com flúor, em particular o sódio e as formulações com amina, foram desenvolvidos por serem extremamente efetivos no aumento da remineralização e também, por serem ácido resistente frente a lesões de cárie inicial. O efeito mais proeminente do flúor tópico, entretanto, foi a remineralização do esmalte dentário. A eficácia dos dentifrícios com flúor foi colocada em ordem



decrecente: NaF (Advanced Formula Crest – Procter & Gamble) = AmF (Elmex – Wybert GmbH) > Monofluorofosfato – MFP (Colgate gel – Colgate-Palmolive Co) ≥ Placebo. O autor concluiu que a remineralização das lesões de cárie inicial está linearmente correlacionada com o aumento da dureza da superfície das amostras.

Em 1989, BELLENGER *et al.* afirmaram que a absorção da água na interface de união dente/resina pode ocorrer de acordo com duas teorias de modo simultâneo: (1) – teoria da interação, onde as moléculas de água se difundem no material e se ligam aos grupamentos hidrófilos; e, (2) – teoria do volume livre, onde as moléculas de água difundem-se através das porosidades do material.

Em 1990, TEN CATE *et al.* revisaram diversos estudos *in vitro* relacionados aos efeitos do flúor no processo de desmineralização (DES) e remineralização (RE) dentário. O flúor em baixas concentrações é efetivo em promover a deposição mineral e inibir a dissolução mineral. Isto pode ser atribuído à precipitação concomitante da fase mineral rica em flúor com as inibições futuras da dissolução. Esse processo resulta em inibição através da desmineralização do esmalte e em melhora da remineralização do esmalte lesionado e pode ser analisado através do sistema de ciclagem de pH, no qual simulam *in vitro* o que ocorre no ambiente bucal.

MELLBERG (1992) relatou que os substratos dentários duros incluem o esmalte bovino e humano e a dentina humana e bovina. Estes substratos têm sido utilizados para estudos *in situ* em condições natural, bem como fatiado ou contendo lesão de cárie artificial *in vitro*. A dentina e o esmalte humano são geralmente os substratos escolhidos para os estudos da cárie na superfície da coroa ou da raiz, respectivamente, mas o esmalte bovino parece oferecer uma alternativa para estudos da cárie no esmalte. O dente bovino apresenta composição química relativamente mais homogênea em relação ao dente humano, o que promoveria menor variação durante a resposta de tratamentos cariogênicos e anti-cariogênicos. Substratos com lesão de cárie responde mais

rapidamente as mudanças no equilíbrio mineral intra bucal, permitindo que a desmineralização e remineralização sejam determinadas. Alguns estudos sugerem que a lesão de cárie pode responder diferentemente, dependendo do grau de mineralização da camada de superfície. Estudos *in vitro* mostraram que a dentina é mais solúvel em ácido do que o esmalte, e o esmalte e a dentina podem ser usados em fatias finas. O substrato de tecido duro pode diferir dependendo da sua localização intra bucal. Locais que acumulam placa bacteriana apresentam comportamento diferente dos livres de placa. Para estudos *in vitro*, o substrato de escolha para determinar a mineralização e desmineralização do esmalte e da dentina humana, deve apresentar lesão de cárie numa superfície mole e coberta com placa natural e uniforme.

Em 1994, SANO *et al.* verificaram se há relação entre a área da superfície de união da dentina e a resistência à tração de materiais adesivos. Com o auxílio de um disco diamantado, o esmalte da superfície oclusal de vinte terceiros molares humanos foi removido, cortando-o perpendicularmente ao longo eixo do dente. Após, a superfície oclusal foi polida com lixas de carbetto de silício de granulação 600 e a superfície foi tratada com os sistemas adesivos: Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE); Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray); e, Vitremer (3M ESPE). Em seguida foi inserido sobre a superfície da dentina, incrementos da resina composta Z100 (3M ESPE) até atingir a altura de 5mm, e o conjunto dente/restauração foi armazenado a 37° C, por 24 horas. Após, a coroa foi cortada na junção amelocementária, e fatias de 0,5 a 3 mm de espessura foram cortadas na direção perpendicular ao longo eixo do dente, na direção do compósito e da dentina. Com auxílio de uma ponta diamantada foi realizado um entalhe na interface de união até obter amostras na forma de ampulheta com dimensões de aproximadamente de 0,5 x 0,5 x 3 mm. A quantidade de remanescente da dentina na superfície da união de cada amostra foi medida com auxílio de um paquímetro digital. Os espécimes foram colados num aparato (Bencor-Multi-T) com adesivo de cianocrilato e submetidos ao ensaio de microtração a velocidade de 1 mm/min até ocorrer a fratura. Após o ensaio, o modo de fratura de cada espécime foi

determinado usando o microscópio (Stereozoom), com x10. Os dados foram submetidos à Análise de Regressão Linear para determinar o melhor coeficiente de correção em intervalo de confiança de (95%). Os valores de resistência de união à microtração foram inversamente proporcionais a área da superfície de união. Na área da superfície de união abaixo de 0,4 mm<sup>2</sup>, a resistência de união à microtração foi de 55 MPa para o Clearfil Liner Bond 2, 38 MPa para o Scotchbond MP e 20 MPa para o Vitremer. O padrão de falha foi adesiva. Os autores concluíram que este novo método permite a medida da resistência de união sem falha do tipo coesiva em dentina, além de permitir a medida múltipla da resistência de união dentro de um mesmo dente.

Em 1995, NAKAJIMA *et al.* verificaram se a união à dentina afetada por cárie é inferior à dentina normal, e ainda, se a qualidade da camada híbrida é mais significativa quando há uma boa adesão. O ensaio de resistência de união à microtração foi usado para comparar à dentina normal x afetada, de três sistemas adesivos: All Bond 2 (Bisco); Scotchbond Multipurpose (3M ESPE); e, Clearfil Liner Bond II (Kuraray). As interfaces entre a união adesiva e a dentina foram submetidas à exposição com ácido fosfórico 10% e hipoclorito de sódio 5% para que a qualidade da camada híbrida fosse observada em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A união à dentina normal com o sistema adesivo All Bond 2 (26,9 MPa) ou com o sistema adesivo Clearfil Liner Bond II (29,5 MPa) apresentou resistência de união superior em relação à dentina afetada por cárie (13,0 MPa e 14,0 MPa, respectivamente). A resistência de união à microtração obtida com o sistema adesivo Scotchbond Multipurpose foi similar na dentina normal e na afetada por cárie (20,3 MPa e 18,5 MPa, respectivamente). A camada híbrida criada pelo All Bond 2 em dentina normal e pelo Clearfil Liner Bond II em dentina normal ou afetada por cárie apresentou resistência ao ácido fosfórico e ao hipoclorito de sódio. Entretanto, a camada híbrida criada pelo All Bond 2 em dentina afetada por cárie e pelo Scotchbond Multipurpose em dentina normal e na afetada por cárie mostrou susceptibilidade parcial ao tratamento com o ácido fosfórico e hipoclorito de sódio. Os resultados mostram que a resistência de

adesão à dentina depende do tipo de sistema adesivo usado e do tipo de dentina. Entretanto, a qualidade da camada híbrida pode nem sempre contribuir significativamente para a resistência de união à microtração.

Em 1995, WHITE descreveu uma revisão de literatura enfocando sobre os diversos modelos *in vitro* utilizados para analisar a indução da cárie, além de suas limitações. O modelo de cárie que emprega a ciclagem de pH permite expor a estrutura do esmalte e a estrutura da dentina em combinação com as soluções remineralizadora e desmineralizadora, tentando simular as variações dinâmicas que ocorrem no processo natural para a formação da lesão de cárie dentária. Entretanto, mesmo promovendo a formação de lesões de cárie semelhantes às naturais, este método apresenta limitações, em função de não simular as condições biológicas da cárie

Em 1996, BURROW *et al.* determinaram a durabilidade da resistência de união à tração na dentina bovina após 3 anos, usando um agente de união de dupla ativação, Clearfil Photobond (Kuraray), com ou sem a aplicação de um primer. A dentina superficial bovina foi condicionada com ácido fosfórico a 37%, por 40 s. Após o condicionamento, aplicou-se o primer (AS primer – Kuraray) por 60 s e um leve jato de ar foi aplicado para remover o solvente. Em seguida, foi aplicado o agente de união Clearfil Photobond (Kuraray) e fotoativado por 20 s. Uma camada de Protect Liner (Kuraray) foi colocada acima do agente de união, fotoativado por 20 s, e coberta com uma camada de resina composta Photo Clearfil Bright (Kuraray), a qual foi fotoativada por 40 s. As amostras do grupo controle foram preparadas de maneira similar, exceto pelo uso do primer. O ensaio de resistência de união à tração foi realizado à velocidade de 2 mm/min no primeiro dia, 3 meses, 6 meses, 1 ano e 3 anos após o preparo das amostras. Dez amostras foram feitas para cada grupo. As médias de resistência de união à tração foram submetidas à Análise de Variância e ao teste Duncan's ( $p < 0,05$ ). O modo de fratura foi analisado usando o teste Mann-Whitney U ( $p < 0,05$ ). Em adição ao teste de resistência de união à tração, duas amostras foram separadas

dos períodos, 1 dia e 3 anos, e de ambos os grupos, com e sem primer, para serem observadas no Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET). O grupo controle (sem primer) mostrou pequena redução na resistência de união após 3 anos, mas no grupo onde o primer foi aplicado, uma redução significativa foi observada ( $p < 0,05$ ). A resistência de união do grupo sem primer (5,2 MPa) foi menor do que a do grupo com primer (10,6 MPa) em 1 dia ( $p < 0,01$ ), mas em 3 dias a resistência de união de ambos os grupos foram similares, 4,3 MPa e 5,5 MPa. A fractografia indicou que somente falhas adesivas ocorreram no grupo controle. No grupo com o primer, a falha foi coesiva em dentina inicialmente, mas alterou para a base ou topo da camada híbrida após 1 ano. A observação no MEV mostrou formação de camada híbrida no grupo com o primer, mas mínima infiltração de resina no grupo controle. Inicialmente foi obtido maior aumento na resistência de união para o grupo com o primer quando comparado ao grupo sem o primer ( $p < 0,01$ ). Entretanto, após 3 anos, a resistência de união diminuiu no grupo com o primer ( $p < 0,01$ ). Os resultados permitiram concluir que o primer foi eficiente em melhorar a resistência de união num curto espaço de tempo. Os resultados obtidos podem ter implicações significativas com a longevidade clínica das restaurações.

Em 1996, GOPFERICH relatou que o mais importante aspecto na degradação e erosão de polímeros *in vitro* são discutíveis. Parâmetros da degradação química da estrutura principal dos polímeros se baseiam no tipo de polímeros, pH e copolímeros. Os resultados na mudança da morfologia, pH, nas propriedades dos monômeros e oligômeros, bem como, a cristalinidade são ilustrados em amostras selecionadas. Os “*water plays*” são importantes no processo quando se analisa a degradação química dos materiais poliméricos. Informações adicionais no processo de erosão são necessárias para entender melhor, o comportamento da degradação dos polímeros. Informações do pH, pressão osmótica, destruição do monômero, mudança na cristalinidade, bem como, a liberação do monômero e oligômero e a solubilidade são vitais para o melhor entendimento da degradação dos polímeros.

Em 1996, PALMA *et al.* avaliaram *in vitro* a capacidade de inibição de lesões de cárie artificiais produzidas por diferentes materiais restauradores. Vinte cavidades Classe V, de incisivos e caninos humanos recentemente extraídos, foram confeccionadas na superfície lingual e vestibular, com as paredes em esmalte e cimento. Os dentes foram separados aleatoriamente em 4 grupos (n=5): Grupo I – Optibond photo (Kerr) + Herculite (Kerr); Grupo II – Optibond dual (Kerr) + Herculite; Grupo III – Optibond photo + Heliomolar (Vivadent); e, Grupo IV – Vitremer (3M ESPE). Todos os materiais foram manipulados de acordo com as recomendações do fabricante. As restaurações foram polidas e submetidas ao acabamento após 48 h. Duas camadas de verniz foram aplicadas em todas as superfícies, exceto a 2 mm de duas janelas, e os dentes foram imersos em gel de ácido láctico (pH=4,5) e armazenados por 14 dias a temperatura ambiente. Após o período de armazenagem, os dentes foram lavados, seccionados, preparados e analisados em microscopia óptica, sendo fotografados em aumento de x100, para medir o grau de desmineralização. As profundidades de desmineralização (em mm) foram em cimento e esmalte, respectivamente: GI –  $0,2650 \pm 0,0165$  e  $0,1880 \pm 0,0454$ ; GII –  $0,2638 \pm 0,0172$  e  $0,1140 \pm 0,0395$ ; GIII -  $0,2530 \pm 0,0286$  e  $0,1060 \pm 0,0261$ ; e, GIV -  $0,1660 \pm 0,0442$  e  $0,0130 \pm 0,0179$ . Os dados obtidos foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey's. Pode-se observar que o cimento apresentou grau de desmineralização superior ao esmalte ( $p < 0,01$ ), os dentes restaurados com Vitremer apresentaram valores de desmineralização estatisticamente inferiores ( $p < 0,01$ ) tanto em esmalte quanto em cimento, os dentes restaurados com a resina Heliomolar apresentaram valores de desmineralização estatisticamente inferiores em relação à combinação Optibond photo/Herculite ( $p < 0,01$ ). Por outro lado, os materiais restauradores utilizados nos grupos I, II e III apresentaram valores de desmineralização semelhantes no cimento.

Em 1997, IMAZATO *et al.* investigaram a atividade antibacteriana na dentina, através da incorporação do MDPB no primer antes da polimerização, a influência da incorporação do MDPB na resistência de união à dentina e o

comportamento de polimerização do sistema adesivo. Primers experimentais foram preparados pela adição do monômero antibacteriano MDPB em concentrações de 2, 4 ou 10% no líquido B do LB primer (Kuraray) , resultando em concentrações finais de 1, 2 ou 5%, após a mistura do líquido A com o líquido B. Os primers dos adesivos Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE) e Tripton (ICI Dental), também foram usados. Para o ensaio de resistência de união, após os primers serem aplicados sobre a superfície da dentina, cilindros de resina (Clearfil AP-X – Kuraray), com 4 mm de diâmetro por 4 mm de altura foram construídos e fotoativados por 60 segundos. Após a armazenagem por 24 horas a 37° C, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência de união a velocidade de 1,0 mm/minuto. Dez amostras foram testadas para cada grupo. Os primers experimentais produziram maior zona de inibição frente ao *Streptococcus mutans*, *Actinomyces viscosus* e *Lactobacillus casei*. A inibição aumentou quando a concentração de MDPB aumentou. A atividade bactericida do primers contendo MDPB frente ao *Streptococcus mutans* foi maior do que aqueles outros três primers. A incorporação de 5% de MDPB eliminou completamente as bactérias após 30 s de contato. Nenhuma redução na resistência de união foi observada para os materiais contendo MDPB. A incorporação de 1 e 2% de MDPB no primer mostrou maior resistência de união do que todos os outros grupos, incluindo o grupo controle. Quando o grau de conversão dos primers e do adesivo foi determinado com espectrofotometria de infravermelho, nenhuma diferença significativa foi observada entre qualquer dos primers experimentais e o controle. Os resultados da zona de inibição, resistência de união e grau de conversão foram analisados pela Análise de Variância e Bonferroni/Dunn (5%). Esses resultados indicaram que a incorporação do MDPB produziu efeito antibacteriano na dentina antes da polimerização, e não teve nenhuma influência na resistência de união à dentina e na polimerização de sistemas adesivos.

Em 1997, KAWAI *et al.* determinaram *in vitro* a concentração de flúor na dentina após sete dias de contato com três compósitos que contém flúor: Flúor Ever (MacroChem), Fluoro-Core (LD Caulk) e, Pertac-Híbrid (Espe Gmbh & Co), e

investigaram a capacidade desses compósitos em resistir ao desafio cariogênico. Foram preparadas três fatias de dentina para cada dente. Em seguida, as fatias de dentina unidas ao compósito foram imersas e suspensas em saliva sintética por uma semana. Após a remoção dos compósitos, as amostras e os controles foram imersos em um meio de cárie artificial (pH 4,5), por cinco dias. Cada fatia foi seccionada e analisada por microrradiografia quantitativa. Os resultados indicaram que a dentina adquiriu quantidades significativamente diferentes de flúor para os três compósitos. A resistência ácida da dentina em contato com os compósitos foi também significativamente diferente entre os compósitos, e seguiu a mesma ordem para a concentração de flúor. Os autores concluíram que a concentração de flúor e a inibição da lesão de cárie artificial foram significativamente maior com o FlúorEver seguido pelo FluoroCore e Pertac-Híbrid.

Em 1997, PASHLEY e CARVALHO realizaram uma revisão de literatura considerando a relação entre estrutura dentinária e procedimentos de união dos sistemas adesivos. Além disso, descreveram a importância da penetração do agente de união nos túbulos dentinários e nos espaços entre as fibras colágenas criados pelo condicionamento ácido durante a união com a resina. Dentro dos aspectos abordados, os autores descreveram sobre dois tipos diferentes de permeabilidade dentinária e sobre o modelo teórico da união à dentina. Além disso, analisaram os aspectos físicos, químicos e a taxa de água no processo de união à dentina. As modificações criadas pelo condicionamento ácido na composição química e nas propriedades físicas da matriz dentinária podem influenciar negativamente na resistência de união dos sistemas adesivos à dentina, assim como na durabilidade dessa união. Segundo os autores, a resistência de união tem aumentado com a melhora na técnica de união e, com a hidrofobicidade dos agentes de união.

Em 1998, DIONYSOPOULOS *et al.* avaliaram *in vitro* a capacidade de dois novos materiais restauradores com flúor de inibir a cárie na margem das restaurações. Uma técnica utilizando gel ácido foi usada para promover a



formação de lesões de cárie artificial ao redor das restaurações. Cavidades Classe V foram preparadas na superfície lingual e vestibular de 20 pré-molares humanos extraídos. A margem cavo-oclusal de cada preparo foi confeccionada em esmalte e a margem cavo-gengival na superfície da raiz. Quatro materiais foram utilizados: cimento de ionômero de vidro (Fuji II – GC); resina composta (Silux Plus – 3M ESPE); cimento de ionômero de vidro fotoativado (Vitremer – 3M ESPE); e, compômero (Dyract – Dentsply). Após 5 semanas imersas em gel ácido para a formação da lesão de cárie artificial, os dentes foram seccionados longitudinalmente e examinados em luz polarizada. Os resultados mostraram que o cimento de ionômero de vidro fotoativado e o compômero apresentaram capacidade de prevenir a cárie secundária ao redor das restaurações e a cárie primária na superfície do esmalte adjacente às restaurações.

Em 1998, FERRACANE *et al.* avaliaram a liberação de flúor e a microinfiltração *in vitro* de um sistema adesivo que contém flúor, e também, evidenciaram a penetração do flúor dentro da dentina e ao redor das restaurações Classe V. Cavidades Classe V com margens em esmalte, com 5,0 mm de comprimento x 2,5 mm de largura x 1,5 mm de profundidade, foram feitas na superfície vestibular e lingual de seis terceiros molares humanos. Metade da margem de cada restauração foi cortada acima da junção amelocementária. Seis cavidades foram restauradas com o sistema adesivo Scotchbond Multipurpose (3M ESPE) / resina composta Z100 (3M ESPE) e, 6 cavidades com um novo sistema adesivo que contém flúor (FB) / resina composta Litefil (Shofu). Após o armazenamento por 30 dias em água a 37°C, os dentes foram corados com nitrato de prata, seccionados e analisados por 2 observadores para determinar a infiltração na margem de esmalte e dentina. As amostras selecionadas do FB foram examinadas com uma microsonda eletrônica de varredura usando WDS para flúor e EDS para cálcio e fósforo. Foram confeccionados discos com 2,0 mm de espessura x 4,0 mm de diâmetro, em um molde de latão e fotoativados por 20 s, para análise da liberação de flúor. Os discos foram armazenados em 10 ml de água deionizada para o sistema adesivo FB e, a liberação de íons flúor foi

avaliada no 1º, 7º, 14º, 21º, 35º, 77º e 112º dias com um eletrodo de íon específico, usando 5,0 mL do sistema tampão concentrado TISAB adicionado à solução da amostra. A taxa de flúor liberada do adesivo diminuiu com o tempo. A taxa final sobre o 112º dia foi de 0,02 ppm/dia (0,2 µg/cm<sup>2</sup>/dia). A infiltração na margem de esmalte e dentina foi similar para ambos os sistemas adesivos (teste Mann-Whitney U - 5%). O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) mostrou a presença de uma camada híbrida descontínua de 2-3 µm. O flúor estava presente dentro da camada híbrida, mas de forma limitada para o sistema adesivo FB. A penetração de flúor pode somente ser confirmada em áreas onde ocorreu a infiltração. O resultado deste estudo confirmou que sistemas adesivos com flúor podem liberar flúor nos sítios de microinfiltração das cavidades restauradas. O benefício clínico pode ser derivado da liberação e reposição do flúor, porém esse mecanismo é atualmente desconhecido.

Em 1998, FERRACANE *et al.* avaliaram o efeito da armazenagem em água ao longo do tempo nas propriedades físicas de compósitos experimentais tendo sistematicamente controlado diferenças no grau de conversão (GC), fração no volume de carga ( $V_f$ ) e porcentagem de cargas tratadas com silano. Os compósitos foram feitos com 50% de Bis-GMA, 50% de TEGDMA e partículas de vidro de estrôncio (1-2 µm). Para os compósitos A-E, o GC variou de 56 a 66% para os tempos de fotoativação; para o D e F-I, o  $V_f$  variou de 28 a 62% em volume, e para o D e J-M, a porcentagem de carga com silano variou de 20-100%. A tenacidade de fratura ( $K_{ic}$ ), resistência flexural (RF), módulo de elasticidade (E) e dureza (KHN) foram analisados após armazenagem em água a 37°C, por 1 dia, 6 meses, 1 e 2 anos. O  $K_{ic}$  reduziu em 20 a 30% para todos os compósitos após 6 meses. A RF reduziu para diversos compósitos após 6 meses, mas somente aqueles com baixa polimerização (A e B) apresentaram redução adicional após 2 anos. O módulo de elasticidade (E) não foi reduzido para a maioria dos compósitos. A dureza Knoop (KHN) reduziu para os compósitos após 6 meses, mas muitos retornaram ao valor original após 2 anos. A armazenagem em água por longo tempo promoveu redução nos valores de  $K_{ic}$ , independente da

composição, mas teve pouco efeito nas outras propriedades, sugerindo limitada degradação do compósito em água. O grau de conversão dos monômeros define a qualidade do polímero e deve ser levado em consideração, para entender o comportamento mecânico dos sistemas adesivos em tempos longos de armazenagem.

Em 1998, PRATI *et al.* avaliaram a morfologia e a espessura da camada de dentina infiltrada por resina (CDIR) e, a resistência de união ao cisalhamento de diversos sistemas adesivos novos e experimentais classificados como: frasco único / condicionamento total, vários passos / condicionamento total e, autocondicionante, em 35 cavidades Classes I e, em 15 cavidades Classes V. Além disso foram preparados 24 discos de dentina em outros 24 molares. Os sistemas adesivos foram usados de acordo com as recomendações do fabricante. Após a aplicação do agente de união, cada preparo cavitário e cada disco de dentina foram restaurados com compósito, fotoativado e armazenado por 1 h em água destilada a temperatura ambiente. Em seguida, foram separados em 2 grupos, denominados de grupo 1 e 2. O grupo 1 foi novamente subdividido em 2 subgrupos: A e B. Cada amostra unida foi seccionada, sendo que uma metade foi completamente desmineralizada, enquanto a outra metade foi polida para permitir a mensuração da espessura da camada de dentina infiltrada por resina (CDIR) dentro da dentina intertubular (iCDIR) e ao redor da parede peritubular (pCDIR), dos tags de resina no MEV. A resistência de união ao cisalhamento foi mensurada para todos os sistemas adesivos 2 minutos após a fotoativação. Os sistemas adesivos/compósito usados nesse experimento foram Clearfil Liner Bond 2V/Lustre (Kuraray) (n=7); Experimental Clearfil KB 1300/Lustre (Kuraray) (n=10); Prime&Bond 2.0/Dyract (Dentsply) (n=5); Prime&Bond 2.0/TPH (Dentsply) (n=5); Prime&Bond 2.0/Dyract (Dentsply) (n=5); Scotchbond MP Plus/Z100 (3M ESPE) (n=7); Single Bond/Z100 (3M) (n=10); Optibond FI/Prodigy (Kerr) (n=5); e, Syntac Single-Component/Tetric (Ivoclar-Vivadent) (n=5). Os autores verificaram que a camada híbrida produzida pelos sistemas adesivos de condicionamento total, independente do número de frascos, era mais espessa que a camada produzida

pelos sistemas adesivos autocondicionantes. Os valores de resistência de união variaram de 12 a 21 MPa. Os maiores valores de resistência de união ao cisalhamento estavam associados aos sistemas adesivos autocondicionantes, o que permitiu concluir que a espessura da camada híbrida não exerce fundamental importância no sucesso do procedimento adesivo.

Em 1999, BURROW *et al.* determinaram no período de um mês, o grau de sorção na água e alterações das dimensões de quatro sistemas adesivos e de uma resina de baixa viscosidade. Seis amostras dos sistemas adesivos (Prisma Universal Bond 3, All-Bond 2, Bondwell LC e LB Bond do sistema Clearfil Liner Bond II) e da resina de baixa viscosidade (Protect Liner F) com 5 mm de comprimento x 5 mm de largura x 3 mm de espessura foram confeccionadas. Cada amostra foi pesada imediatamente após a fotoativação e armazenada em água destilada a 37 °C. Novas pesagens foram feitas após 1, 2, 3 e 7 dias e 2, 3 e 4 semanas. As amostras foram medidas inicialmente e após os períodos acima citados. Após 4 semanas, as amostras foram secas por 2 semanas e novamente o tamanho e o peso foram avaliados. Após, as amostras foram colocadas no vácuo por aproximadamente 4 horas e as dimensões e o peso foram verificadas novamente. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Fisher's (5%). Todos os materiais absorveram mais água na primeira semana. O sistema adesivo Prisma Universal Bond 3 estabilizou-se após 2 dias e o LB Bond após 1 semana. Os outros materiais apresentaram aumento significativo no peso após 2 e 3 semanas. Após 4 semanas, o LB Bond e o All Bond 2 apresentaram aproximadamente 8% de aumento no peso e um aumento de 3% foi observado para o Protect Liner F e o Prisma Universal Bond 3. Após a dissecação, o Protect Liner F e o All Bond 2 voltaram ao seu peso inicial. As alterações dimensionais foram similares na mudança de peso. O LB Bond apresentou alteração dimensional maior após 4 semanas (5%). Assim, uma quantidade significativa de água absorvida pelos sistemas adesivos pode afetar a longevidade e a qualidade marginal das restaurações.

Em 1999, CARVALHO e CURY determinaram o nível de liberação de flúor de diferentes materiais restauradores: cimento de ionômero de vidro, resina modificada por poliácidos e resina composta, em diferentes soluções de armazenagem – água deionizada e saliva artificial, considerando o processo cárie – ciclagem de pH ou modelo dinâmico de formação de cárie. Foram confeccionadas seis amostras cilíndricas com 8,6 mm de diâmetro x 1,65 mm de espessura de cada material: Chelon-Fil (3M ESPE), Dyract (Dentsply), Variglass (Dentsply), Vitremer (3M ESPE) e Tetric (Dentsply). As amostras foram preparadas em um molde de plástico e suspensas individualmente em 2,0 ml de cada solução estudada. Todos os materiais foram fotoativados por 40 segundos, exceto o Chelon-Fil (reação química). As soluções foram trocadas diariamente durante 15 dias. As amostras armazenadas no modelo dinâmico de ciclagem de pH foram submetidas à solução DES (pH: 4,3) por 6h e a solução RE (pH: 7,0) por 18h. A liberação de íon flúor foi determinada após a adição da solução tampão TISAB em igual volume. Os resultados da concentração de flúor nas soluções foram transformados em quantidade de flúor (liberado) por área do material (Mg F/cm<sup>2</sup>). Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey (5%). A liberação de flúor foi maior nas soluções usadas para ciclagem de pH e menor na saliva artificial quando o meio de armazenamento foi considerado. Na saliva artificial e nas soluções DES/RE, a maior taxa de íons flúor liberado foi para Vitremer, seguido do Chelon-Fil, Dyract, Variglass e Tetric. Entretanto, quando os dados em água foram comparados, mudanças na ordem dos vários materiais foram notadas: Chelon-Fil liberou a maior quantidade de íons flúor, seguido do Vitremer, Variglass, Dyract e Tetric. Os dados sugerem que a comparação da liberação de flúor dos materiais restauradores odontológicos é dependente do meio usado para avaliação.

Em 1999, FRANCCI *et al.* realizaram um estudo avaliando a quantidade de flúor liberado de 6 materiais restauradores, a resistência de união à dentina frente o processo de desmineralização e a influência do flúor no metabolismo bacteriano. Na porção coronária de 144 incisivos bovinos foram confeccionadas

duas cavidades e divididas em 6 grupos (n=24): a – Single Bond (3M ESPE) + Z 100 (3M ESPE); b – Single Bond + Tetric Ceram (Dentsply); c – Fuji Bond LC (GC)+ Z 100; d – Fuji Bond LC + Tetric Ceram; e – Fuji II LC (GC); e, f – Fuji IX GP (GC). Em 12 corpos-de-prova de cada grupo foi analisada a liberação de flúor, por 24 horas. A dentina adjacente à restauração foi exposta ao ácido láctico (pH = 4,3) por 3 horas, e a liberação de cálcio foi mensurada. Os outros 12 corpos-de-prova de cada grupo foram armazenados por 24 horas em água deionizada, sendo em seguida, expostos à suspensão de *Streptococcus mutans* por 6 horas. Nestas amostras foi analisada a liberação de flúor e de cálcio do meio. Cilindros dos materiais restauradores foram confeccionados e armazenados em água para análise da liberação de flúor. Os resultados mostraram maior liberação de flúor nos cimentos de ionômero de vidro Fuji Bond LC, Fuji IX GP e Fuji II LC. Assim, houve relação direta entre os materiais que liberaram maior quantidade de flúor e a resistência ao processo de desmineralização da dentina, mostrando que os materiais que liberaram mais flúor apresentaram maior resistência ao processo de desmineralização da dentina.

Em 1999, GROSSMAN e MATEJKA analisaram o padrão de desenvolvimento da lesão de cárie em cavidades restauradas com amálgama de prata submetidas à indução química de cárie *in vitro*. Restaurações Classe I foram confeccionadas em 132 pré-molares humanos, sendo que 12 dentes não foram restaurados e 120 foram restaurados com amálgama de prata. Após o período de armazenagem das amostras em 3 meses e 1 ano, os 12 dentes que não foram restaurados e os 80 dentes restaurados foram submetidos ao desafio bacteriano por 36 dias. Os outros 40 dentes restaurados foram imersos em solução ácida (pH = 4). Após, os dentes foram seccionados no sentido longitudinal e observados através da microscopia de luz polarizada, com a finalidade de avaliar a configuração da lesão de cárie formada nas paredes dos preparos e a extensão das lesões de superfície, de parede e de dentina. Com exceção das lesões em dentina, às restaurações submetidas à imersão em solução ácida e as amostras não restauradas mostraram a formação de lesões de cárie com tamanhos

similares e ocorrência nos dois lados da parede. Os resultados desse estudo mostraram que a indução química de cárie é capaz de promover o desenvolvimento de lesões de cárie num padrão mais regular da interface dente/restauração, ao contrário do procedimento de indução bacteriana, a qual proporciona regiões com diferentes desenvolvimentos da cárie dentária.

Em 1999, PASHLEY *et al.* realizaram uma de revisão de literatura sobre o ensaio de microtração, relatando diversas propostas para modificação do ensaio, tentando mostrar as vantagens e desvantagens de cada tipo de técnica. O ensaio de microtração foi desenvolvido com o intuito de avaliar a resistência da união de materiais odontológicos e, pequenas áreas dos dentes. A análise de áreas pequenas permite avaliar a distribuição das tensões durante a aplicação da força de tração. Além disso, permite análise de várias amostras de um mesmo elemento dental. Outra informação relatada pelos autores foi à possibilidade de analisar diferentes regiões na interface adesiva como: parede interna dos condutos radiculares e margem gengival de restaurações Classe V, além da possibilidade de analisar substratos com diferentes graus de mineralização. Assim, o ensaio de microtração permite uma versatilidade maior, o que normalmente não é possível de ser atribuída aos ensaios convencionais de adesão. Segundo os autores, apesar do ensaio de microtração ser trabalhoso e delicado, permite uma avaliação criteriosa da união de materiais restauradores à estrutura dentária.

Em 1999, SANO *et al.* avaliaram *in vivo* a durabilidade da união resina/dentina na cavidade bucal, em 3 diferentes tempos. Cavidades em dentina foram preparadas em 12 dentes intactos de um macaco e restauradas com o sistema adesivo Clearfil Liner Bond II (Kuraray) e com a resina composta Clearfil Photo Posterior (Kuraray). Após a confecção das restaurações, os dentes foram extraídos em diferentes tempos: imediatamente, 180 dias e 360 dias. Após os períodos de extração, os espécimes dos três períodos de tempo foram submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração a velocidade de 1 mm/min até

ocorrer à fratura. A superfície da união fraturada foi observada em Microscopia Eletrônica de Transmissão. As resistências de união medidas nesse estudo, durante o primeiro ano, permaneceram em aproximadamente 19 MPa. As observações da superfície fraturada em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) revelaram falhas no topo da camada híbrida e no adesivo e, porosidades que aumentaram com o decorrer do tempo. A resistência de união ao longo do tempo pode ser analisada *in vivo* pela combinação da avaliação da resistência de união à microtração e da análise morfológica em MEV da interface adesiva.

Em 1999, SHONO *et al.* determinaram se a durabilidade da união resina/dentina poderia ser avaliada mais rapidamente se as amostras unidas fossem divididas em fatias de 1 mm x 1 mm x 8 mm e armazenadas a 37°C, por um período de 90 dias. Terceiros molares humanos foram preparados para o ensaio de resistência de união à microtração, através da remoção da superfície oclusal próxima a junção cimento-esmalte (grupo de dentina superficial) ou próximo a polpa (grupo de dentina profunda). Sobre a superfície dos dentes foi aplicado os sistemas adesivos MacBond, One Step e Clearfil Liner Bond 2 e camadas finas de resina foram colocadas sobre os sistemas adesivos. Após 24 horas em água, cada dente foi cortado verticalmente para obter amostras em forma de palitos com 1 mm<sup>2</sup> de área e armazenadas por 1 ou 90 dias a 37°C, seguido pela análise da resistência de união à microtração. Os dados foram submetidos à Análise Estatística (5%). O sistema adesivo MacBond obteve alta resistência de união após o primeiro dia em dentina superficial, mas significativamente menor em dentina profunda. Nenhuma diferença estatística foi observada na resistência de união para os sistemas adesivos One Step ou Clearfil Liner Bond 2 para dentina superficial e profunda após um dia. Cilindros pré-polymerizados da resina composta unida com One Step apresentaram pouca variação na resistência de união após 90 dias de armazenagem. A análise em MEV da região fraturada mostrou aumento na porosidade da dentina intertubular, com o tempo de armazenagem. Os resultados indicaram que a divisão das amostras maiores dentro das fatias pequenas aceleraram a deterioração da



resistência de união na dentina profunda para os 3 sistemas de adesivos e em ambas as dentinas, superficial e profunda, para as amostras tratadas com o sistema adesivo MacBond. Além disso, a hidrólise da resina é devido ao grau de converção dos monômeros e das ligações cruzadas, durante o procedimento de polimerização.

Em 1999, Tanaka *et al.* relataram que para entender a relação entre a durabilidade da resistência de união no meio bucal e a sorção de água, uma série de amostras de sistemas de união contendo o MAATY-HEMA foram preparados. A resistência de união à dentina humana foi medida em função do período de armazenagem em água. Uma camada de adesivo fotoativado foi utilizada para medir a quantidade de água absorvida em função do tempo. Todas as amostras absorveram água quando imersas em água. A quantidade de água absorvida foi maior quando o número de carbonos do grupo acyl foi menor ou o número de grupos carboxílicos foi maior. A resistência de união do sistema adesivo MAATY-HEMA em dentina diminuiu significativamente quando absorveu grande quantidade de água. Assim, os autores concluíram que a preparação do MMATY, o qual absorve menos água, pode melhorar a durabilidade de união quando imerso em água.

Em 2000, HASHIMOTO *et al.* avaliaram a degradação da estrutura de união dentina/resina envelhecidas no ambiente bucal por 1, 2 ou 3 anos. Cavidades foram preparadas em molares decíduos, e o sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE) foi aplicado. Após 1 a 3 anos, seguindo a erupção dos dentes permanentes sucessores, os dentes restaurados com resina foram extraídos. Imediatamente após a extração, os dentes foram seccionados perpendicularmente na interface adesiva para produzir espécimes na forma de ampulheta. O ensaio de resistência de união à microtração foi realizado a velocidade de 1 mm/min até ocorrer à fratura. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Fisher's PLSD ( $p < 0,05$ ). Os valores médios de resistência de união à microtração variaram de 28,3 +/- 11,3 MPa (controle), 15,2

+/- 4,4 MPa (1 a 2 anos), e, 9,1 +/- 5,1 MPa (2 a 3 anos), com diferença estatística entre si ( $p < 0,05$ ). Entretanto, a porção de dentina desmineralizada na superfície fraturada das amostras envelhecidas no meio bucal foi maior do que as amostras do grupo controle, em uma análise fractográfica. Além disso, a degradação da resina composta e o do sistema adesivo foram observados em todos os espécimes envelhecidos no ambiente bucal. A análise dos resultados mostrou que a degradação das estruturas de união resina/dentina ocorreu após o envelhecimento na cavidade bucal.

Em 2000, PRATI *et al.* avaliaram a morfologia da camada híbrida marginal ao longo da margem cervical de restaurações Classe V usando diferentes sistemas de união. Cavidades Classe V não retentivas foram preparadas em 30 terceiros molares com 3,0 mm de diâmetro x 2,0 mm de profundidade, acima da junção amelo-cementário (CEJ) na superfície vestibular. Três diferentes sistemas adesivos foram selecionados e usados de acordo com as recomendações do fabricante – Scotchbond 1 (3M ESPE); Scotchbond Multipurpose (3M ESPE); e, Clearfil Liner Bond 2V (Kuraray). Em seguida, a resina composta foi inserida em incremento único e fotoativado por 20 s. Para os espécimes que utilizaram os sistemas adesivos da 3M ESPE, utilizou-se o compósito Z 100 (3M ESPE) e, para os espécimes que utilizou o adesivo da Kuraray, o compósito utilizado foi o Clearfil PhotoPosterior (Kuraray). Após, cada restauração foi imediatamente polida com lixa de carbeto de silício de granulação 600, 800, 1000 e 1200 e com pasta de polimento por 60 s. Metade da margem da restauração foi tratada com ácido fosfórico 10% por 5 s, lavadas em água deionizada e armazenadas em água por 24 h, antes da análise em MEV. A outra metade da margem da restauração foi tratada com ácido fosfórico 10% por 5 s, gel de hipoclorito de sódio (NaOCl) 1,5% por 2 minutos para remover o colágeno não infiltrado, lavadas e armazenadas em água por 24 h. Cada dente foi imerso em solução de glutaraldeído 2% (pH 7.4) por 24 h, seco a temperatura ambiente, metalizado e analisado em MEV. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey (5%). A espessura da camada híbrida variou entre

1,5 e 2,5  $\mu\text{m}$  para os sistemas adesivos Scotchbond 1 e Scotchbond MP e entre 0 e 12,0  $\mu\text{m}$  para o sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2V, quando observado após os procedimentos com o NaOCl. Porosidades foram observadas na margem da camada híbrida do sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2V. Margens em esmalte estavam livres da camada híbrida em ambos os grupos. Esse estudo mostrou que as fibras colágenas não foram completamente infiltradas pelo adesivo na CEJ ao redor da margem cavosuperficial das restaurações. A presença do colágeno não infiltrado ao redor da margem externa pode reduzir a capacidade de selamento dos sistemas adesivos, podendo gerar espaços abertos e fendas marginais, os quais podem reduzir a durabilidade da união com o passar do tempo.

Em 2001, TEN CATE analisou a possibilidade da remineralização de lesões de cárie no esmalte estendendo até a dentina. A porção coronária de incisivos bovinos foi incluída em araldite, com a superfície do esmalte removida até 200  $\mu\text{m}$  da junção dentina/esmalte. A superfície dessa região foi exposta à solução desmineralizadora até a formação de lesão na dentina a profundidade de 200  $\mu\text{m}$ . As lesões receberam quatro tratamentos de superfície por 105 a 203 dias; controle, imersão por 5 minutos semanais em solução de fluoreto de sódio 1000 ppm; adição de 1 ppm de flúor na solução remineralizadora; e, tratamento da superfície com *disodium methanelhydroxy bisphosphonate*. A análise da desmineralização e remineralização foi acompanhada com microrradiografias. Assim, após a análise dos resultados, o autor concluiu que é possível remineralizar a lesão de cárie em dentina e esmalte, contudo esse processo é muito lento, principalmente na dentina.

Em 2001, TORII *et al.* verificaram a quantidade de flúor liberado dos materiais restauradores: resina composta, cimentos de ionômero de vidro modificado por resina (CIVR) e compômeros. Além disso, analisaram o efeito dos materiais na inibição da cárie secundária produzidas por bactérias cariogênicas. A quantidade de flúor liberado dos materiais foi medida em água deionizada diariamente, por 10 dias. Cavidades Classe V foram confeccionadas na margem

gingival de pré-molares superiores humanos e restauradas com os materiais restauradores. Os dentes restaurados foram incubados em meio contendo bactérias cariogênicas. As lesões de cárie foram analisadas através de microrradiografias. Após análise dos resultados, os autores observaram que os cimentos de ionômero de vidro modificado por resina liberaram maior quantidade de flúor, promovendo a formação de uma camada espessa radiopaca – zona de inibição, na margem das restaurações. O efeito no CIVR é mais pronunciado quando comparados com os compômeros e a resina composta.

Em 2002, HAN *et al.* verificaram a quantidade de flúor liberado de sistemas adesivos e a presença do íon flúor na dentina e no esmalte adjacentes à restauração, além da formação da camada ácido-resistente após o processo de desmineralização. Neste estudo foram utilizados quatro sistemas adesivos, sendo um sem flúor e três com flúor, além de um cimento resinoso fluoretado. Cilindros com 9 mm de diâmetro x 1 mm de espessura foram utilizados para quantificar o flúor liberado dos materiais. Os materiais foram armazenados em água deionizada, por 56 dias. A análise da quantidade de flúor liberado foi realizada com eletrodo específico nos períodos de armazenagem de 1, 2, 3, 7, 28 e 56 dias. Cavidades Classe V foram confeccionadas e restauradas com os sistemas adesivos e cimentos utilizados na quantificação de flúor, associados ao compósito APX (Kuraray), para verificar a quantidade de íon flúor na dentina e no esmalte. Após o procedimento restaurador, as amostras foram seccionadas e armazenadas em água deionizada, durante 60 dias. Decorrido o período de armazenagem foi realizado a microanálise para identificar a distribuição de flúor no esmalte ou dentina/interface. Já, para identificar a camada ácido-resistente foram confeccionadas restaurações Classe V e imersas em solução ácida de pH = 4,5, por 12 horas e armazenadas por um período de 60 dias. Após análise dos resultados, os autores concluíram que houve liberação de flúor dos sistemas adesivos e do cimento resinoso. A presença do flúor na região de esmalte e dentina/interface aumentou com o aumento da espessura da camada ácido-

resistente. Além disso, os materiais utilizados neste estudo são capazes de prevenir a formação da cárie secundária.

Em 2002, HASHIMOTO *et al.* avaliaram a resistência de união de dois sistemas adesivos em dentina condicionada com ácido fosfórico em diferentes tempos e a relação entre a resistência de união e o modo de falha, para esclarecer o efeito da dentina desmineralizada. Vinte e quatro pré-molares humanos foram seccionados na porção média da coroa para expor a superfície de dentina planificada. Em seguida, a superfície foi desgastada com lixas de granulação 600, com a finalidade de criar uma camada de *smear layer* uniforme. A superfície da dentina foi separada em oito grupos e condicionada com ácido fosfórico por 15, 60, 120 e 180 segundos, lavadas e o excesso de umidade foi removida com bolinha de algodão. Duas camadas dos sistemas adesivos One-Step (Bisco) e OptiBond Solo (Kerr) foram aplicadas consecutivamente e fotoativadas por 10 s com o aparelho XL 3000. Após, quatro incrementos da resina composta Aelitefil ou Prodigy foram colocadas sobre a dentina e, cada incremento foi fotoativado por 60 s, obtendo-se um bloco de resina composta com 4 mm de altura, armazenado a 37° C por 24 h. Cada amostra foi seccionada perpendicularmente na interface adesiva para obtenção de quatro palitos por dente, com área de 0,9 mm<sup>2</sup>. Os palitos foram colados no dispositivo e submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração a velocidade de 1,0 mm/minuto. Doze palitos foram obtidos por grupo. Após os ensaios de resistência de união à microtração, a superfície foi examinada no MEV para determinar o padrão de falha: no adesivo ou na resina composta (I), na camada híbrida (II) e na zona de dentina desmineralizada (III). Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Duncan's (5%). A resistência de união para o adesivo One-Step diminuiu com o aumento no tempo de condicionamento (15 s: 50,7 MPa; 60 s: 40,8 MPa; 120 s: 23,6 MPa; e, 180 s: 12,1 MPa). Já, para o sistema adesivo OptiBond Solo, a resistência de união para o tempo de condicionamento de 15 s (42,6 MPa) foi significativamente maior do que os outros tempos de condicionamento (60 s: 31,9 MPa; 120 s: 31,8 MPa; e, 180 s: 31,8 MPa). A fractografia mostrou que a porcentagem de área da camada

híbrida aumentou com o aumento do tempo de condicionamento para os dois sistemas adesivos. Os autores concluíram que a presença de uma zona de dentina desmineralizada teve pouco efeito adverso na resistência de união.

Em 2002, ITOTA *et al.* avaliaram *in vitro* o efeito de sistemas adesivos que liberam flúor na inibição de cáries secundárias nas paredes ou ao redor das lesões. Foram utilizados três sistemas adesivos, sendo dois com flúor, Reactmer Bond (RB) – Shofu e One-Up Bond F (OB) – Tokuyama, e um sem flúor, Mac-Bond II (MB) – Tokuyama, antes da inserção do material restaurador Reactmer pasta (RP) – Shofu (com flúor), Lite-fil II A (LF) – Shofu e Estelite (EL) – Tokuyama, ambos sem flúor. Cavidades Classe V, com profundidade padronizada em 1,5-2,0 mm, foram preparadas em 12 pré-molares humanos hígidos na junção cimento-esmalte da superfície vestibular e palatal de cada dente. Seis cavidades de cada grupo foram tratadas com os sistemas adesivos, aplicados de acordo com as recomendações do fabricante e restaurados com o material restaurador, seguido da fotoativação por 40s, através de várias combinações de materiais: OB/EL, RB/LF, MB/EL e RB/RP. As amostras foram polidas com ponta de carborundum após armazenamento a 37°C em 100% de umidade relativa, por 24 h. Em seguida, os espécimes foram colocados individualmente em tubos plásticos e armazenados, por 14 dias, a 37°C em 100% de umidade relativa. Após o armazenamento, a superfície de cada dente foi coberta com verniz ácido resistente, exceto 0,5 mm ao redor da zona periférica da restauração. As restaurações foram incubadas em meio contendo sacarose e *Streptococcus mutans*, por 14 dias. Após a incubação, as amostras foram removidas do tubo e embutidas em resina epóxica. As restaurações foram cortadas e secções axiais de aproximadamente 80 µm em espessura foram obtidas. Microrradiografias foram obtidas em raio X (Softex CMR a 15 KVp e 3mA), e a lesão de cárie secundária artificial na margem gengival da raiz foi observada em microscópio com x100. Para a avaliação do efeito inibitório de restaurações na cárie secundária artificial, a espessura da camada ácido-resistente em raiz foi mensurada a profundidade de 250 µm a partir da superfície da restauração, e a profundidade de outra lesão em

raiz foi mensurada a distância de 100  $\mu\text{m}$  da margem da restauração usando um microscópio acoplado a um micrômetro. Para a mensuração da liberação de flúor foram preparados cinco discos ( $n=5$ ) dos quatro grupos. A parede cavitária do molde de teflon de 6,0 mm de diâmetro x 2,5 mm de profundidade foi coberta com cada sistema adesivo, de acordo com as instruções do fabricante. Em seguida, a restauração foi inserida em cada cavidade, pressionada no topo usando uma placa de vidro e imediatamente fotoativada por 40 s. O material restaurador foi coberto com o adesivo, exceto no topo da superfície, a qual foi coberta com verniz de unha para prevenir a liberação de flúor. Após o armazenamento a 37°C em 100% de umidade relativa por 24 h, as amostras foram imersas individualmente em 5 ml de água destilada e armazenadas a 37°C. A quantidade de flúor liberado foi mensurada uma vez por semana, durante 10 semanas. A água destilada foi trocada semanalmente. A quantificação de íons flúor foi feita através da adição de 0,5 ml de cada solução de armazenagem (água destilada) com 0,05 ml de TISAB III, usando um eletrodo específico para flúor e expressos por  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ . As microrradiografias das amostras demonstraram presença de lesões de cárie e uma zona ácido resistente adjacente às restaurações. Os grupos OB/EL, RB/LF e RB/RP mostraram camada mais espessa que o grupo MB/EL. O grupo RB/RP apresentou menor profundidade de lesão de todos os grupos. Os resultados deste estudo mostraram que os sistemas adesivos que liberam flúor são efetivos na prevenção da lesão na parede cavitária, entretanto, não são capazes de reduzir a profundidade da lesão. As restaurações combinadas, usando sistema adesivo e material restaurador com flúor, mostraram ser efetivas na inibição de cárie secundária.

Em 2003, ARMSTRONG *et al.* avaliaram a durabilidade da resistência de união à microtração em dentina de quatro sistemas adesivos nos períodos de armazenagem de 1, 6 e 15 meses. Quarenta e quatro molares humanos tiveram a superfície oclusal desgastada e polida com lixa de carbeto de silício de granulação 600 até expor uma área plana em dentina e, separados em 4 grupos ( $n=11$ ) de acordo com o sistema adesivo: Scotchbond Multi-purpose (3M ESPE) (TE 3),

Single Bond (3M) (TE 2), Clearfil SE Bond (Kuraray) (SE 2) e Prompt L-Pop (3M ESPE) (SE 1). Todos os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes e fotoativados por 10 s, exceto o Prompt L-Pop. A resina composta Pertac II Aplítip (3M ESPE) foi aplicada sobre a coroa, em incrementos de aproximadamente 6 mm de altura e, fotoativada por 20 s, cada incremento. Após armazenagem por 24 h a 37° C, as amostras foram cortadas em forma de palitos até obter-se amostras com 0,54 mm<sup>2</sup> de área por 2 mm de altura e armazenadas em água destilada com cloramina 0,5%, por 1, 6 e 15 meses. Após os períodos de armazenamento, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência de união à microtração à velocidade de 1 mm/min, até ocorrer à fratura. O padrão de fratura foi analisado em microscopia eletrônica de varredura, sendo classificado em: dentina, compósito, interface de união e mista. O software SAS foi utilizado para analisar os parâmetros e distribuição de Weibull. Teste de Wilcoxon foi utilizado para comparar a curva de sobrevivência em cada tempo de armazenamento para cada sistema adesivo e entre os sistemas adesivos. Os resultados mostraram que TE 2 apresentou significativamente menor resistência de união que o TE 3 e SE 2 após 1 e 6 meses de armazenamento, porém todos foram semelhantes após 15 meses de armazenamento. O sistema adesivo SE 1 não pôde ser avaliado em função de 58 de 65 amostras terem falhado durante o preparo. Os padrões de falha são dependentes de cada sistema adesivo, somente com o sistema de 2 passos TE 2, mostrando aumento envolvendo a interface adesiva com o tempo. Os autores concluíram que embora diferenças na resistência de união à dentina tenham sido observadas para os sistemas adesivos após 6 meses de armazenamento, nenhuma diferença estatística foi observada após 15 meses. Isto pode representar um mecanismo comum de degradação.

Em 2003, DE MUNCK *et al.* compararam a resistência de união à microtração de 2 sistemas adesivos autocondicionantes de 2 passos com 2 sistemas adesivos convencionais de 3 passos, após 4 anos de armazenamento em água. A análise quantitativa e qualitativa de falhas foi conduzida correlacionando o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e o Microscópio



Eletrônico de Transmissão (TEM). Foram utilizados 28 terceiros molares humanos hígidos. A superfície oclusal foi removida e a camada de *smear layer* foi padronizada com lixa SiC de granulação 600 por 60 s. Os espécimes foram separados aleatoriamente em 4 grupos (n=7) de acordo com o sistema adesivo utilizado: Optibond Solo (Kerr) e Scotchbond 1 (3M ESPE) – ambos, autocondicionantes de 2 passos; e os precursores de 3 passos, Optibond Dual-Cure (Kerr); e, Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE). Três a quatro incrementos da resina composta Z100 (3M ESPE) foram colocados sobre a superfície de dentina até se obter uma altura de 5 a 6 mm. Para cada grupo, 3 dentes (n=3) foram submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração, após 24 h de armazenamento em água (exposição indireta da interface dentina/resina, 24 h – IE) a 37°C. Os outros 4 dentes (n=4) remanescentes foram armazenados em água a 37°C por 4 anos, contendo 0,5% de cloramina, para prevenir o crescimento bacteriano. Antes do armazenamento, 2 destes dentes foram seccionados pela metade para expor diretamente à interface dentina/resina (4 anos – DE). Após o armazenamento, os dentes foram seccionados perpendicularmente a interface resina/dentina, obtendo-se palitos retangulares com 2 x 2 mm de largura e 8 a 9 mm de comprimento. Em seguida, a região central foi torneada com broca diamantada cilíndrica, com a finalidade de se obter palitos em forma de ampulheta, com diâmetro de aproximadamente 1,2 mm. Em seguida, os espécimes foram submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração à velocidade de 1 mm/minuto. As médias foram avaliadas através da Análise de Variância e ao teste Tukey-Kramer (5%). A exposição indireta da interface dentina/resina por 4 anos (4 anos – IE) não diminuiu significativamente a resistência de união dos 4 sistemas adesivos. Após 24h – IE, a resistência de união do sistema adesivo Optibond Dual-Cure (53,6 MPa) foi significativamente maior do que o sucessor de 2 passos OptiBond Solo (34,8 MPa). Não houve diferença estatisticamente significante na resistência de união à microtração, 24h – IE, do sistema adesivo Scotchbond 1 (52,2 MPa) e do seu precursor de 3 passos Scotchbond Multi-Purpose (45,6 MPa). A exposição direta (DE) não afetou significativamente a resistência de união do sistema adesivo OptiBond Dual Cure,

entretanto, reduziu a do sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose. A resistência de união de ambos os sistemas adesivos autocondicionantes de 2 passos armazenados por (4 anos – DE) reduziu significativamente. A baixa resistência de união estava associada com a maior porcentagem de falhas adesivas. O número de falhas adesivas aumentou significativamente com o aumento da exposição em água, sugerindo que a interface da mesma degradou com o tempo. Somente para o sistema adesivo OptiBond Dual Cure, a interface de união exposta diretamente ou indiretamente na água por 4 anos, alterou a proporção de falhas adesivas na resistência de união. Os autores concluíram que: a união dentina/resina formada pelos adesivos autocondicionantes é susceptível a degradação em água; os sistemas adesivos autocondicionantes de 2 passos são mais susceptíveis à degradação hidrolítica que os sistemas adesivos convencionais de 3 passos; e, a união periférica entre resina/esmalte protege a interface dentina/resina da degradação em água.

Em 2003, DE MUNCK *et al.* avaliaram a efetividade de união de sistemas adesivos autocondicionantes de 2 e de 1 passo, comparando-os com os sistemas adesivos convencionais. Foram utilizados 55 terceiros molares humanos hígidos e separados aleatoriamente em 8 grupos: 6 grupos experimentais - 4 sistemas adesivos autocondicionantes de 1 passo (AQ Bond – AQ; Reactemer – Rep; Reactemer – RE; e, Xeno CF Bond – XE) e 2 sistemas adesivos autocondicionantes de 2 passos (ABF – ABF experimental e Clearfil SE Bond – CSE), e 2 grupos controle (Prime & Bond NT – P&B e OptiBond FL – OF), os quais utilizaram 1 sistema adesivo convencional de 2 passos e 1 convencional de 3 passos, respectivamente. A resistência de união à microtração à dentina e ao esmalte foi determinada usando o protocolo descrito por Pashley *et al.* A superfície oclusal foi removida e a dentina foi desgastada até a remoção completa do esmalte. A camada de *smear layer* foi criada removendo-se uma fina camada da superfície com ponta diamantada (#842) em alta rotação, sob refrigeração constante. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante e, 3 a 4 camadas da resina composta Z100 (3M

ESPE) foram aplicadas na superfície do dente até formar um bloco com 5 a 6 mm de altura e fotoativada por 40 s com o aparelho Optilux 500. A preparação das amostras em esmalte lingual e/ou vestibular foi feita de maneira semelhante à dentina. Após o armazenamento em água a 37°C por 24 h, os blocos de dente/resina foram seccionados em palitos retangulares de aproximadamente 2,0 x 2,0 mm de largura e 8,0 a 9,0 mm de comprimento. Em seguida, os espécimes foram desgastados com ponta diamantada na região central para obtenção de uma área de interface de aproximadamente 1,2 mm<sup>2</sup> (formato de ampulheta), e submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração a velocidade de 1 mm/minuto até ocorrer a falha. As diferenças na resistência de união à microtração para o esmalte e para a dentina foram determinadas usando o teste Kruskal-Wallis (5%). A resistência de união à microtração no esmalte variou de 10,3 MPa para o sistema adesivo autocondicionante de 1 passo AQ bond para 49,5 MPa para o sistema adesivo convencional Prime & Bond NT. Na dentina, a resistência de união à microtração variou de 15,5 MPa para o sistema adesivo autocondicionante de 1 passo Reactemer para 59,6 MPa para o sistema adesivo convencional de 3 passos OptiBond FL. A resistência de união à microtração no esmalte para os sistemas adesivos com condicionamento ácido total foi significativamente maior em relação aos sistemas adesivos autocondicionantes de 1 passo. Comparando resistência de união à microtração da dentina, somente o sistema adesivo OptiBond FL teve performance significativamente melhor do que os sistemas adesivos autocondicionantes de 1 passo. Falhas nos espécimes ocorreram durante o preparo com sistemas adesivos de 1 passo, mas com frequência menor no esmalte do que na dentina. Para os sistemas adesivos autocondicionantes de 1 passo, as falhas foram predominantemente adesivas entre a estrutura do dente e a camada híbrida. Em contraste com sistemas adesivos de 2 e 3 passos, que apresentaram falhas mistas, adesivas / coesivas.

Em 2003, DIONYSOPOULOS *et al.* avaliaram *in vitro* a capacidade de materiais restauradores com flúor de resistir à cárie quando usados em raízes. Cavidades Classe V foram preparadas na superfície vestibular e lingual de 30 pré-

molares extraídos e restaurados com: resinas compostas modificadas por poliácidos (F-2000 – 3M ESPE; Hytac – 3M ESPE; e, Compoglass F – Vivadent), cimento de ionômero de vidro modificado por resina (Fuji II LC – GC), cimento de ionômero de vidro convencional (Ketac-Fill – 3M ESPE) e, resina composta (Z 100 – 3M ESPE). Após 5 semanas imersas em gel ácido para formação de lesão de cárie artificial, os dentes foram seccionados longitudinalmente e examinados com luz polarizada. Os resultados mostraram que as restaurações confeccionadas com a resina composta modificada por poliácidos e com o cimento de ionômero de vidro modificado por resina são importantes na prevenção da cárie secundária ao redor das restaurações em raízes. Após análise dos resultados, os autores concluíram que a progressão da cárie secundária pode ser reduzida significativamente em dentina quando o cimento de ionômero de vidro, o cimento de ionômero de vidro modificado por resina (Fuji II LC) e a resina composta modificada por poliácido (Compoglass F, F-2000 e Hytac) são usados como material restaurador em raiz.

Em 2003, HASHIMOTO *et al.* avaliaram a durabilidade da resistência de união de dois sistemas adesivos e o procedimento de união, através do ensaio de resistência de união à microtração. Pré-molares humanos foram seccionados na porção média da coroa, para expor a superfície de dentina planificada. Cada superfície foi desgastada com lixa de carbetto de silício de granulação 600 por 30 s. O sistema adesivo One-Up Bond F (Tokuyama) foi aplicado na superfície da dentina e fotoativado com o aparelho XL 3000, por 20 s. Cinco incrementos de 1 mm de espessura da resina composta Plafique Eastelite (Tokuyama) foram colocados sobre a dentina, onde cada incremento foi fotoativado por 40 s. Para o sistema adesivo One Bond (Heraeus Kulzer) (seco e úmido) a superfície da dentina foi condicionada por 15 s, lavadas e o excesso de água foi removido com algodão. Duas camadas do sistema adesivo foram aplicadas na dentina e fotoativados por 10 s. A resina composta Z 100 (3M ESPE) foi colocada sobre a dentina e fotoativada por 10 s, como previamente descrito. Já, para a superfície da dentina seca, após o condicionamento com ácido, a superfície foi seca com jatos

de ar por 5 s à distância de 10 cm da superfície da dentina. A aplicação do sistema adesivo e da resina composta foi similar a da união em dentina úmida. As amostras foram armazenadas a 37° C, por 24 horas. Cada amostra foi seccionada perpendicularmente à interface adesiva, para obtenção de quatro palitos por dente, com área de 0,9 mm<sup>2</sup> e armazenados em água destilada por 24 horas, 6 e 12 meses. Após, os palitos foram colados no dispositivo e submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração a velocidade de 1,0 mm/minuto. Dezesesseis palitos foram obtidos por grupo. Após os ensaios de resistência à microtração, a superfície foi examinada em MEV para determinar o padrão de falha: (1) falha coesiva na resina composta, adesivo ou dentina; (2) – falha na camada híbrida; e, (3) - na zona de dentina desmineralizada. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Fisher's (5%) e mostraram que a resistência de união reduziu significativamente (22– 48%) após 12 meses de armazenagem em relação ao grupo controle (24 horas). Alterações micromorfológicas foram encontradas devido à hidrólise das fibras colágenas com o sistema adesivo autocondicionante para a superfície de união seca. Os autores concluíram que a hidrólise das fibras colágenas influenciou na redução da resistência de união para superfície de união seca.

Em 2003, IMAZATO *et al.* investigaram *in vitro* a atividade antibacteriana de sistemas adesivos que incorporaram o monômero MDPB após a polimerização e a resistência de união à dentina, e compararam a habilidade de polimerização de sistemas adesivos experimentais sem MDPB. O sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray) serviu como controle. Adesivos experimentais foram preparados pela adição de 2,5% em peso do monômero antibacteriano MDPB dentro do LB Bond, e o efeito inibitório na superfície foram determinados. Para o teste de resistência de união e para a mensuração do grau de conversão, primers experimentais incorporando 1, 2 ou 5% de MDPB foram usados em combinação com cada sistema adesivo. Os adesivos experimentais polimerizados exibiram um efeito inibitório no crescimento do *Streptococcus mutans*, reduzindo em aproximadamente 3% o número de bactérias do adesivo controle sem MDPB.

A resistência de união do sistema adesivo experimental não apresentou diferença significativa em relação ao grupo controle e o uso combinado com o primer contendo MDPB não mostrou nenhuma influência adversa na resistência de união. O grau de conversão não foi estatisticamente diferente entre os adesivos do grupo controle e do experimental pela adição do MDPB no primer. Os resultados deste estudo indicaram que um sistema adesivo com atividade bacteriana após polimerização pode ser produzido pela incorporação de MDPB, porém sem influenciar na resistência de união ou desempenho de polimerização. Assim, os autores sugeriram que os sistemas adesivos com MDPB no primer e no sistema adesivo poderia ter efeito antibacteriano mais efetivo antes e após a polimerização.

Em 2003, ITOTA *et al.* avaliaram *in vitro* o efeito da liberação de flúor de sistemas adesivos na dentina humana descalcificada. Foram utilizados 2 sistemas adesivos com flúor: Reactmer Bond (Shofu) e ABF (Kuraray), experimental, e um sistema adesivo sem flúor, SE Bond (Kuraray). A quantidade de flúor liberada do sistema adesivo em água deionizada foi mensurada toda semana, durante 10 semanas. Cavidades Classe V foram preparadas em pré-molares humanos extraídos e a dentina descalcificada foi induzida pelo uso de um sistema de indução de cárie bacteriano no assoalho da cavidade. As cavidades preservando a dentina descalcificada foram restauradas com a resina composta AP-X (Kuraray), após aplicação do sistema adesivo. Os espécimes não restaurados foram usados como controle. As amostras restauradas foram armazenadas por 4 semanas a 37°C em 100% de umidade relativa. As microrradiografias das amostras mostraram que a radiopacidade da camada de dentina descalcificada dos grupos Reactmer Bond e ABF com liberação de flúor foram significativamente superiores ao grupo controle SE Bond, sem flúor. Assim, o resultado desse estudo permitiu concluir que os sistemas adesivos com flúor promoveram a mineralização da dentina descalcificada.

Em 2003, NAKAJIMA *et al.* avaliaram a durabilidade por 6 meses dos sistemas adesivos autocondicionantes sem flúor Clearfil SE Bond (Kuraray) e com flúor KBF (sistema adesivo experimental - Kuraray), através da mensuração da resistência de união à microtração à dentina humana. Foram utilizados 20 terceiros molares humanos. O esmalte oclusal foi removido e polido com lixa de carbetto de silício de granulação 600 sob refrigeração constante. As superfícies dentinárias foram tratadas com o primer autocondicionante ABF (Primer experimental – Kuraray) por 20 s, seguido de jato de ar. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 2 grupos (n=10) de acordo com o sistema adesivo utilizado: KBF - sistema adesivo experimental com flúor (Kuraray) e Clearfil SE Bond, sem flúor (Kuraray). Após a polimerização dos sistemas adesivos por 10 s, incrementos da resina composta Clearfil AP-X (Kuraray) foram colocados sobre a superfície do dente, até formar um bloco. O conjunto dente / restauração foi armazenado a 37°C por 24 h e, seccionado perpendicularmente à interface de união até a obtenção de ampulhetas com aproximadamente 1 mm<sup>2</sup> de área. Após o polimento, todas as ampulhetas de cada sistema adesivo foram separadas aleatoriamente em 3 grupos de acordo com o período de armazenamento: 1 dia, 3 meses e 6 meses. Os espécimes dos grupos 3 e 6 meses foram separados em 2 subgrupos: em um subgrupo, todas as superfícies expostas dos espécimes foram cobertas com verniz para unha e não foi aplicado o verniz nas amostras do outro subgrupo. Os espécimes dos grupos de 3 e 6 meses foram imersos em tubos individuais contendo água a 37°C. Após o período de armazenamento, os espécimes foram submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração a velocidade de 1 mm/minuto. Os dados de resistência de união foram submetidos à Análise de Variância e ao teste Scheffe's (5%). Os dados do padrão de fratura foram submetidos ao teste do Kruskal-Wallis. O padrão de fratura foi classificado em 4 escores: 1 - 90-100% de fratura na interface de união; 2 - fratura mista; 3 - falha coesiva no adesivo; e, 4 - falha coesiva na dentina. Os valores de resistência de união à microtração das amostras após 1 dia foi de 44,6 MPa para o SE Bond e 39,8 MPa para KBF. As amostras não cobertas com verniz e armazenadas em água por 3 meses e por 6 meses apresentaram valores de resistência de união à

microtração de 26,3 MPa e 23,6 MPa para SE Bond, respectivamente. Para as amostras cobertas com verniz, não houve mudança desses valores (41,9 MPa e 41,8 MPa). Por outro lado, os espécimes unidos com KBF e não recobertos com verniz, não alteraram no período de 3 e 6 meses, com valores de 32,4 MPa e 36,8 MPa. As amostras do grupo KBF protegidas com verniz também não alteraram nos tempos de 3 e 6 meses (39,3 MPa e 40,9 MPa). Os resultados mostraram que a redução nos valores de resistência de união no período de 6 meses de armazenamento em água, pode ser prevenida pelo uso de sistemas adesivos contendo flúor.

Em 2003, TOBA *et al.* realizaram um estudo verificando o efeito da aplicação tópica de flúor na forma de gel para simular a formação de cárie secundária ao redor de restaurações. Cavidades foram preparadas na superfície vestibular e lingual de raízes bovinas e restauradas com um sistema adesivo sem flúor (Clearfil SE Bond) e outro experimental com flúor (ABF). Na margem das restaurações foi aplicado topicamente o flúor gel acidulado pH 4,2: 0 (sem aplicação do gel); 1, 2 e 4 minutos, antes de imergir a restauração em solução desmineralizante (pH 4,5). Cortes foram feitos ao longo eixo do dente para verificar a profundidade da lesão da cárie secundária e avaliar a espessura da zona de inibição em Microscopia Confocal à Laser. Os valores obtidos foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Fisher's ( $p < 0,05$ ). Os autores observaram que a presença da zona de inibição foi observada somente para o adesivo ABF, com ou sem a aplicação tópica de flúor. A aplicação tópica de flúor por 2 e 4 minutos diminuiu significativamente a profundidade da lesão de cárie, para os dois sistemas adesivos. Os autores concluíram que a formação da zona de inibição ocorre somente para o sistema adesivo com flúor. A aplicação tópica de flúor por 2 minutos reduziu a profundidade da lesão de cárie. O flúor presente no sistema adesivo apresenta-se rodeado pela matriz resinosa, encontrando dificuldade para entrar em contato com a água, em função de ter o livre movimento limitado pela matriz resinosa polimerizada.



Em 2004, CARRILHO *et al.* avaliaram o efeito do armazenamento em água e em óleo mineral (3 e 6 meses) nas propriedades mecânicas de 3 sistemas adesivos: Single Bond (3M ESPE); One-Step (Bisco); e, Clearfil Liner Bond 2V (Kuraray). Os sistemas adesivos foram dispensados dentro de um molde com 15 x 15 x 0,8 mm e após a evaporação do solvente e fotoativação, obteve-se 3 amostras de cada sistema adesivo. Cada uma foi seccionada em 2 metades e cada metade foi desgastada com ponta diamantada, a fim de se obter amostras em forma de ampulheta, as quais foram usadas para determinar a tensão (TS) e o módulo de elasticidade (E). Como controle, amostras dos sistemas adesivos foram submetidas ao teste de tração a velocidade de 0,6 mm/min após armazenagem por 24 h em água destilada. Amostras experimentais foram armazenadas a 37°C em água destilada ou em óleo mineral e testadas após 3 e 6 meses. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste Tukey's. O armazenamento em água reduziu significativamente a tensão (TS) e o módulo de elasticidade (E) das amostras dos sistemas adesivos Single Bond e One-Step após 3 e 6 meses ( $p < 0,05$ ), mas não causou alteração significativa em nenhuma das amostras do sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2V no mesmo período ( $p > 0,05$ ). O armazenamento em óleo mineral aumentou significativamente a TS dos três sistemas adesivos após 3 e 6 meses ( $p < 0,05$ ), e o mesmo foi observado para o valor do módulo de elasticidade (E) da amostra do sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2V. A exposição dos sistemas adesivos imersos em água destilada a longo tempo causou redução em suas propriedades mecânicas, podendo comprometer a união resina/dentina e a longevidade das restaurações adesivas.

Em 2004, CHERSONI *et al.* verificaram se os sistemas adesivos autocondicionantes de um passo são efetivos em reduzir a permeabilidade dentinária sob condições *in vivo* e *in vitro*. Os preparos de coroa em dentes vitais humanos foram selados com Adper Prompt (3M ESPE), Xeno III (Dentsply), One-Up Bond F (Tokuyama) e, iBond (Kulzer). Os sistemas adesivos foram utilizados de acordo com as recomendações do fabricante. O sistema adesivo autocondicionante de dois passos UniFil Bond (GC) foi usado como controle. Para

o estudo *in vivo*, réplicas de resina epóxica foram produzidas pelas moldagens de 4 preparos para coroa total com polivinil siloxano, os quais foram cobertos com ouro/paládio e examinados em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Para o estudo *in vitro*, superfícies de dentina de dentes humanos extraídos foram unidas com os sistemas adesivos e conectados a um modelo de fluido-transporte para mensurar a permeabilidade e examinar a superfície em Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). Gotas do fluido dentinário foram observadas na superfície do adesivo nas réplicas de resina das amostras *in vivo*. *In vitro*, a condutância do fluido na dentina unida com sistemas adesivos autocondicionantes de um passo foi similar ou superior em relação à camada de *smear layer* da dentina. A MET mostrou “*water tree*”, para os adesivos altamente permeáveis. Para ambos os estudos *in vitro* e *in vivo*, os resultados não deram suporte a hipótese proposta.

Em 2004, ITTHAGARUN *et al.* avaliaram a formação de áreas de inibição em lesões de cárie artificiais induzidas por restaurações adesivas e, sua relação com a permeabilidade dos sistemas adesivos autocondicionantes. A condutância do fluido de 4 sistemas adesivos autocondicionantes de um passo Prompt L-Pop (3M ESPE), Etch & Prime 3.0 (Dentsply), One-Up Bond F (Tokuyama), Reactmer Bond (Shofu) e, um de dois passos como controle, UniFil Bond (GC) foi medido após o tratamento da superfície da dentina: 1 – condicionamento ácido; 2 – polimento para formar uma camada de *smear layer*; 3 – união com o adesivo a cada 20 cm de pressão hidrostática. A condutância do fluido osmótico foi também determinada para união à dentina após a imersão em 4,8 M CaCl<sub>2</sub> a 0 cm de pressão hidrostática. Para inibição da lesão de cárie artificial, o sistema adesivo de dois passos (UniFil Bond) sem liberação de flúor e um que libera flúor (Reactmer Bond) foram usados em combinação com o compósito (Metafil CX – Sun Medical) ou com o material restaurador (Reactmer Paste – Shofu). A lesão de cárie artificial foi induzida nessas restaurações a 120 µm e o efeito da inibição da lesão de cárie foram analisadas quantitativamente em Microscopia de Luz Polarizada e análise das imagens. Os sistemas adesivos testados quando em meio hipertônico funcionaram como membranas semi-

permeáveis permitindo o movimento da água do meio mais concentrado (polpa) para o meio menos concentrado (superfície hipertônica do adesivo). A osmose relatada sugere que os adesivos autocondicionantes de um passo (frasco único), por causa da sua relativa permeabilidade, não podem selar a dentina efetivamente, mesmo quando a dentina intertubular apresenta-se hibridizada e os túbulos dentinários estão preenchidos com resina. A inibição de cárie foi um meio indireto de demonstrar a permeabilidade dos adesivos à água que pode ser explicada usando-se os dados dos adesivos autocondicionantes. O adesivo autocondicionante de dois passos, que não libera flúor, produziu a maior lesão em tamanho, não dependendo do compósito utilizado - com liberação ou sem liberação de flúor. Já, o Reactmer Bond produziu menores lesões significativas com um compósito sem liberação de flúor e exibiu áreas de inibição nas paredes de dentina. A redução das lesões foi ainda mais significativa quando foi utilizado um compósito com liberação de flúor. Os resultados deste estudo mostraram que os sistemas adesivos autocondicionantes de um passo após a polimerização agem como membranas permeáveis. Essa permeabilidade aumenta o potencial inibidor de cárie dos sistemas adesivos e materiais restauradores que liberam flúor.

Em 2004, PASHLEY *et al.* determinaram se as matrizes de dentina condicionadas por ácido podem ser degradadas pelas enzimas proteolíticas derivadas da dentina, na ausência de colonização bacteriana ao longo do tempo. A superfície oclusal e a raiz de vinte e sete molares foram removidas com disco diamantado e a superfície dentinária exposta foi polida com lixa de carbetto de silício de granulação 180. Em função da dificuldade de promover a formação de zonas com incompleta infiltração de resina com dimensão consistente da camada híbrida, criou-se uma matriz de colágeno desmineralizada com espessura de camada de 5-6  $\mu\text{m}$  (Ferrari e Tay, 2003), através do condicionamento ácido de cada superfície dentinária com gel de ácido fosfórico 32% (Bisco) por 15 s, mas sem a aplicação de um adesivo na dentina. Esse modelo serviu de observação para verificar a degradação de fibrilas colágenas condicionadas, mas não

infiltradas por resina ao longo do tempo. Foram utilizados 27 terceiros molares humanos hígidos, separados aleatoriamente em 3 grupos (n=9), de acordo com o tipo de armazenamento usado. Os dentes do grupo experimental foram armazenados em 5 ml de saliva artificial contendo azido de sódio para prevenir o crescimento bacteriano. No primeiro grupo controle, cada dente foi armazenado em 5 ml de óleo puro mineral e no segundo grupo controle, armazenou-se o dente em 5 ml de saliva artificial contendo inibidores de enzima proteolítica. Em seguida foram redistribuídos em três períodos de armazenamento: 24 h, 90 dias e 250 dias, para examinar a extensão da degradação da matriz de colágeno desmineralizada parcialmente (DCMs). No grupo experimental 24 h, controle 90 e 250 dias foram observados uma camada de 5-6  $\mu\text{m}$  de DCM contendo colunas de fibrilas de colágenos. A (DCMs) foram quase que totalmente destruídas nas amostras do grupo experimental armazenados em 250 dias, porém não quando incubada com inibidores de enzima ou óleo mineral. A análise da enzima funcional do pó de dentina mostrou baixo nível de atividade colagenólica que era inibida pelos inibidores de protease ou 0,2% de clorexidina. Os autores formularam a hipótese de que a degradação de colágeno ocorreu ao longo do tempo via matriz de metaloproteínas, as quais são liberadas vagarosamente ao longo do tempo.

Em 2004, SIDERIDOU *et al.* estudaram as características da água das resinas e compósitos baseados no Bis-EMA e no PCDMA. As resinas à base de polidimetacrilato foram confeccionadas com monômeros em diferentes proporção de peso, usando a conforoquinona/N,N-dimetilaminoetil metacrilato como sistemas iniciadores, enquanto amostras dos compósitos (Scupt-It e Alert) foram obtidos após a fotoativação. A sorção e a não sorção de água foi analisada para as condições de equilíbrio e dinâmico em dois ciclos adjacentes. O equilíbrio da água para todas as resinas foi muito pequeno e o aumento na quantidade do PCDMA foi maior. O efeito inverso foi observado nos valores de solubilidade. Os compósitos apresentaram baixos valores de liberação de água em relação aos outros compósitos citados na literatura. Os valores do coeficiente de difusão para ambas as resinas e compósito foram o mesmo em relação aos valores

correspondentes aos materiais citados na literatura. A quantidade de ligações cruzadas dentro do polímero e a solubilidade em água definem a qualidade do polímero e deve ser levada em consideração para entender o comportamento mecânicos dos sistemas adesivos em tempos longos de armazenagem.

Em 2004, TAY *et al.* verificaram se os sistemas adesivos autocondicionantes de frasco único são efetivos em reduzir a permeabilidade dentinária sob condições *in vivo*. Preparos para coroa em dentes humanos vitais foram feitos com anestesia local, como parte de um plano de tratamento para reabilitação protética. Após o condicionamento ácido, 4 sistemas adesivos Single Bond (3M ESPE); Excite DSC (Ivoclar); Prime & Bond NT Dual-Cure (Dentsply); e, One-Step (Bisco) foram aplicados sobre a dentina. Impressões com polívil siloxano foram feitas, usando um material de viscosidade ultra-baixa. Impressões adicionais foram feitas da dentina selada com o adesivo, após 7-10 dias da remoção da prótese provisória. Foram feitas réplicas de resina epóxica dos preparos para coroa e examinadas no MEV para avaliar a extensão da transudação do fluido dentinário nos períodos da pré-união, imediatamente a união e pós-união. A transudação do fluido dentinário localizado em áreas que estavam dentro da polpa dental foi observada em todas as réplicas de resina epóxica, para os sistemas adesivos utilizados. Além disso, a transudação do fluido dentinário da camada de *smear layer* da dentina (controle) de cada preparo de coroa foi comparativa à observada após o condicionamento ácido total e aplicação do sistema adesivo Single Bond. O fluido dentinário estava localizado sobre a superfície da camada do sistema adesivo. A transudação contínua do fluido dentinário ocorreu após a remoção provisória das próteses e foi consideravelmente mais profusa quando se optou para o ajuste permanente das próteses sem o uso de uma solução anestésica local. Assim, os sistemas adesivos de frasco único, por apresentarem comparativamente uma camada mais hidrofóbica do que a camada de resina de união, se comportou como uma membrana permeável após a polimerização. Eles permitiram a transudação contínua do fluido dentinário e não melhoraram o selamento hermético da dentina

vital e dentina profunda. Embora, uma taxa relativamente pequena de difusão do fluido dentinário é necessária para resultar em uma sensibilidade pós-operatória ao frio, ela pode interferir com a ótima polimerização de compósitos de dupla ativação ou autopolimerizáveis ou de cimentos resinosos em ambas as restaurações, diretas ou indiretas.

Em 2004, TOLEDANO *et al.* avaliaram a resistência de união à microtração usando um primer autocondicionante, Clearfil SE Bond (CSEB) (Kuraray), sob 2 diferentes sítios de hidratação. A rugosidade de superfície e a molhabilidade (mensuração do ângulo de contato) da água e do primer CSEB também foram avaliados nesse substrato. O ângulo de contato (CA) mensurado foi realizado em quatro terceiros molares humanos hígidos. As amostras foram seccionadas paralelamente à superfície oclusal para expor moderadamente a profundidade da dentina e abrasionada com lixa de carbeto de silício de granulação 180 sob irrigação para planificar a superfície. Em duas amostras, a camada de *smear layer* foi seca completamente; nas outras duas, a camada de *smear layer* foi seca levemente. As medidas do ângulo de contato foram realizadas com a finalidade de verificar a capacidade de molhamento da água e do primer CSEB usando a técnica de Análise da Forma de Gota Axisimétrica. A rugosidade de superfície (SR) foi determinada com um perfilômetro de contato. Após o preparo da superfície da dentina de quatro molares adicionais, o CSEB foi aplicado sobre a camada de *smear layer* com diferentes estados de hidratação. Em seguida, incrementos de 1,5 mm da resina composta Tetric Ceram (Ivoclar-Vivadent) foram colocados sobre a superfície da dentina preparada até a altura de 6,0 mm. Cada camada de resina foi fotoativada por 40 s. Em seguida, o conjunto foi armazenado em água a 37°C por 24 h. Após, os dentes foram seccionados com a finalidade de se obter palitos com área de secção de 1 mm<sup>2</sup>. Os palitos foram fixados em um dispositivo e submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração na Instron a velocidade de 0,5 mm/minuto. Os dados foram submetidos ao teste t Student e ao Kolmogorov-Smirnov a um nível de significância de 95%. O ângulo de contato da água observado foi menor na

camada de *smear layer* hidratada, mas diferenças não foram encontradas entre o ângulo de contato da *smear layer* seca completamente e seca levemente quando o primer foi usado para medir o ângulo de contato. A rugosidade de superfície foi similar para ambos os substratos e a resistência de união à microtração foi maior quando o sistema adesivo foi aplicado na camada de *smear layer* seca completamente.

Em 2005, CARRILHO *et al.* avaliaram o efeito do condicionamento ácido, o sistema adesivo e a condição de armazenamento na resistência de união à microtração à dentina de sistemas adesivos com condicionamento total e autocondicionante. A superfície oclusal de 25 terceiros molares hígidos foi removida usando um disco diamantado em baixa rotação sob refrigeração constante. Os dentes foram separados aleatoriamente em 5 grupos (n=5): G1 – Single Bond (3M ESPE), 15 s de condicionamento (SB15); G2 – Single Bond (3M), 30 s de condicionamento (SB30); G3 – One-Step (Bisco), 15 s de condicionamento (OS15); G4 – One-Step (Bisco), 30 s de condicionamento (OS30); e, G5 – Clearfil Liner Bond 2V (Kuraray) (CL). Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante e a resina composta Z250 (3M ESPE) foi aplicada incrementalmente, com cada camada fotoativada por 40 s. Em seguida, foram armazenadas em água destilada por 24 h a 37°C. Após, os dentes foram seccionados para obter palitos com área de união de aproximadamente 0,8 mm<sup>2</sup>. Os palitos foram submetidos ao teste de resistência de união à microtração à velocidade de 0,6 mm/minuto imediatamente (controle), após armazenamento por 6 meses e 1 ano, em água destilada e em óleo mineral. As fraturas foram classificadas em falha mista, fratura de interface e fratura do substrato. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste Tukey (5%). Reduções significantes na resistência de união foram observadas após os períodos de armazenamento (6 meses e 1 ano) em água para todos os grupos, exceto para SB 30. A resistência de união foi preservada ou aumentada nas amostras armazenadas em óleo.

Em 2005, COURSON *et al.* compararam a resistência de união ao cisalhamento de nove sistemas adesivos à dentina humana decídua e permanente. As superfícies dentinárias de 200 dentes humanos (100 molares decíduos e 100 molares permanentes) foram expostas e abrasionadas com a lixa de carbetto de silício de granulação 800. Os dentes decíduos e permanentes foram separados aleatoriamente em 10 grupos de 10 amostras cada para um total de 20 grupos experimentais. Os sistemas adesivos utilizados foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante: Scotchbond Multi-purpose Plus (3M ESPE); Prime & Bond 2.1 (Dentsply); One Step (Bisco); Scotchbond 1 (3M ESPE); OptibondSolo Plus (Kerr); Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray); Clearfil SE Bond (Kuraray); Prime & Bond NT com NRC (Dentsply); e, Prompt L-Pop (3M ESPE). Cilindros com 2 mm diâmetro x 3 mm altura de resina composta Z 100 (3M ESPE) foram polimerizados sobre a superfície dentinária tratada. Os espécimes foram armazenados a 37°C por 24 h, antes de iniciar o teste. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste Fisher PLSD ( $p < 0,05$ ). Os sistemas adesivos One Step e Prime & Bond NT apresentam resistência de união significativamente maior sobre a dentina permanente quando comparada à dentina decídua. O uso de sistemas adesivos simplificados não resultou necessariamente em redução da resistência de união à dentina primária ou à dentina permanente.

Em 2005, DE MUNCK *et al.* realizaram uma revisão crítica para discutir o processo da degradação *in vivo vis'ando* assegurar se esse fenômeno, e os eventualmente encontrados, podem prever a durabilidade da união *in vivo*, através de estudos laboratoriais. Ao longo do tempo, a efetividade de união de alguns sistemas adesivos pode cair drasticamente, enquanto a resistência de união de outros é mais estável. Esta revisão focou o processo que analisa a degradação ao longo do tempo, da adesão de biomateriais ao esmalte e à dentina. Portanto, diversos protocolos de ensaios laboratoriais foram desenvolvidos para prever a durabilidade da união. Este artigo faz críticas às metodologias que focam os padrões da degradação química da hidrólise e a saída de componentes da interface, bem como os testes de fadiga e tenacidade à fratura. A correlação dos



dados *in vivo* e *in vitro* revelaram que, usualmente, o método mais validado para assegurar a durabilidade da adesão envolve a armazenagem de micro-amostras de biomaterias unidos ao esmalte e à dentina. Após três meses, todas as classes de sistemas adesivos, mostraram evidências de degradação mecânica e morfológica, que se assemelham aos efeitos do tempo *in vivo*. A comparação dos sistemas adesivos contemporâneos revelou que os sistemas adesivos convencionais de três passos apresentaram bom padrão de durabilidade. Qualquer tipo de simplificação no procedimento de aplicação clínica proporcionou perda na efetividade da união. Somente o sistema adesivo autocondicionante de dois passos aproximou-se do sistema adesivo convencional de três passos, e teve alguns benefícios clínicos adicionais.

Em 2005, DONMEZ *et al.* avaliaram *in vitro* e *in vivo*, em um estudo longitudinal, a durabilidade da união de dois sistemas adesivos autocondicionantes e caracterizaram morfológicamente as mudanças ao longo do tempo na estrutura da união resina/dentina. Vinte e quatro cavidades Classe I com 3 mm x 3 mm x 4 mm foram confeccionadas em molares hígidos *in vivo*. As cavidades foram restauradas com uma camada da resina composta Protect Liner F (Kuraray) e duas camadas de resina composta híbrida Clearfil AP-X (Kuraray) e divididas em 2 grupos (n=12) de acordo com o sistema adesivo utilizado: Clearfil SE Bond (Kuraray) e Clearfil Protect Bond (Kuraray). Cada grupo de adesivo foi dividido em 2 subgrupos (n=6) de acordo com o período de extração: 24 horas e 1 ano, sendo que quatro dentes foram utilizados para o ensaio de microtração. Foram selecionados 5 palitos (n=5) 0,9 x 0,9 mm por dente, resultando em 20 palitos por subgrupo. O ensaio de resistência de união à microtração foi realizado em uma máquina de ensaio universal à velocidade de 1 mm/minuto até ocorrer à fratura. Após os ensaios de resistência à microtração, a superfície foi examinada em Microscópio Estereoscópico com x20, para determinar o padrão de falha em adesiva, coesiva no compósito ou dentina e mista e, para comparar a degradação de união sob as condições de armazenamento *in vivo* e *in vitro*. Experimentos *in vivo* foram repetidos usando 24 terceiros molares hígidos extraídos. Os dentes

restaurados foram armazenados à 37<sup>o</sup> C em saliva artificial. O mesmo protocolo foi repetido para o teste de resistência de união à microtração e tipo de falha para o experimento *in vitro*. Dois dentes de cada subgrupo de adesivo *in vivo* e *in vitro* foram analisados em Microscopia Eletrônica de Transmissão. Os dados de resistência de união à microtração foram submetidos à Análise de Variância de dois fatores e ao teste de Tukey (5%). Os autores concluíram que a resistência de união *in vivo* e *in vitro* diminuiu com o tempo para o sistema adesivo Clearfil SE Bond, mas não para o adesivo Clearfil Protect Bond. A árvore de água se mostrou mais evidente no adesivo com flúor, sob ambas as condições de envelhecimento. Não houve diferença estatística entre o mecanismo de degradação dos adesivos autocondicionantes *in vivo* e *in vitro*.

Em 2005, HARA *et al.* avaliaram *in vitro* a taxa de liberação de flúor e o potencial de inibição de cárie secundária em raízes de sistemas adesivos com flúor. Na primeira parte do estudo foi analisada a capacidade de liberação de flúor de 4 sistemas adesivos: Optibond Solo Plus (Kerr); One-up Bond F (Tokuyama); Prime & Bond NT (Dentsply); e, Tenure Quick (Den-Mat) frente ao desafio cariogênico (ciclagem de pH). O cimento de ionômero de vidro Ketac-fil Plus (3M ESPE) foi utilizado como controle positivo e o sistema adesivo sem flúor Single Bond (3M ESPE) como controle negativo. Foram utilizados cinco discos (n=5) com 10 mm de diâmetro x 0,5 mm de espessura de cada material. As amostras foram submetidas à ciclagem de 8 dias. Cada dia ou ciclo, consistiu na imersão individual dos espécimes em 2 ml na solução desmineralizante (pH=5,0) por 8 h e, em 2 ml na solução remineralizante (pH=7,0) por 16 h. Na segunda parte do estudo foi avaliado o efeito cariogênico dos adesivos na dentina radicular, através da utilização de 96 fatias de dentina radicular com 5 mm x 5 mm x 5 mm de espessura divididas aleatoriamente em 6 grupos de materiais (n=16). As amostras foram submetidas à ciclagem térmica ( $5 \pm 1^{\circ}\text{C}$  e  $55 \pm 1^{\circ}\text{C}$ , por 1 min cada, para um total de 1000 ciclos) e à ciclagem química (a mesma utilizada na fase I). Áreas de desmineralização e a presença de lesão em parede e zona de inibição foram determinadas com microscopia de luz polarizada em dentina adjacente à

restauração. Os resultados mostraram que, exceto o sistema adesivo Tenure Quick (Den-Mat), todos liberaram somas detectáveis de flúor durante as ciclagens de pH; e o sistema adesivo Optibond Solo Plus (Kerr) apresentou liberação do fluoreto em quantidades similares ao do cimento de ionômero de vidro (grupo controle positivo). Com relação ao potencial cariogênico, os sistemas adesivos não inibiram a formação de cárie secundária como os cimentos de ionômero de vidro.

Em 2005, LOBO *et al.* avaliaram o efeito cariostático de sistemas adesivos autocondicionantes que contém agentes antibacterianos, tais como MDPB ou flúor na inibição artificial de cárie secundária em esmalte, desenvolvidos por meio de modelos de cárie *in vitro*. Foram utilizados 75 incisivos bovinos. A superfície bucal de cada dente foi seccionada em fatias de 6,0 mm x 6,0 mm x 4,0 mm. Cavidades cilíndricas com 2,0 mm de diâmetro x 2,0 mm de profundidade foram preparadas no centro da superfície da fatia, com ponta diamantada em alta rotação. Os preparos foram separados aleatoriamente em 5 grupos (n=15), de acordo com o procedimento de união: G1 - compósito não unido e não submetido à mudança de cárie artificial (UNB-NC); G2 - compósito não unido e submetido à mudança (UNB-C); G3 - Clearfil SE Bond (Kuraray), sem agente antibacteriano (CSE); G4 - Protect Bond (Kuraray), com MDPB e flúor (PB); e, G5 - Reactmer Bond (Shofu), com flúor (RB). Todas as cavidades foram restauradas com a resina composta Filtek Z250 (3M ESPE), fotoativadas por 40 s e armazenadas a 37°C por 24 h. Em seguida, as restaurações foram polidas com discos abrasivos de óxido de alumínio de granulação média, fina e super-fina (Sof-Lex/3M) e cobertas com duas camadas de verniz ácido resistente na superfície lateral das fatias, deixando uma área total de 36,0 mm<sup>2</sup> de restauração exposta. Todos os dentes foram esterilizados com irradiação gama. Os grupos UNB-C, CSE, PB e RB foram submetidos ao modelo de cárie contendo *Streptococcus mutans* (ATCC-25175) por 5 dias, e o grupo UNB-NC foi mantido em meio estéril a 37°C e 10% de CO<sub>2</sub>. Polissacarídeos insolúveis presentes nos biofilmes dentais foram quantificados e a dureza Knoop foi mensurada (KHN) no esmalte adjacente às restaurações, com

carga de 25 g por 5 s. Fotomicrografias de luz polarizada (LEICA, MLST) foram obtidas com padrão de 35 mm. Os resultados de polissacarídeos e KHN foram submetidos à Análise de Variância e ao teste Tukey (5%). Exceto para o grupo 1 (UNB-NC), todos os grupos mostraram formação de cárie similar. O grupo 3 (CSE) demonstrou altas concentrações de polissacarídeos insolúveis extra-celulares na placa dental (20,87 µg/mg), diferindo dos outros grupos. Os grupos 2 (UNB-C) e 5 (RB) apresentaram valores similares e o grupo 4 (PB) mostrou a menor concentração (14,37 µg/mg). Todos os sistemas adesivos autocondicionantes foram incapazes de inibir a cárie secundária em um modelo bacteriano, simulando alta atividade cariogênica. Houve redução na síntese de *glucan* promovida pelos sistemas adesivos contendo MDPB e flúor. Os autores concluíram que o sistema adesivo Protect Bond (PB) com MDPB e flúor foi capaz de reduzir a síntese de polissacarídeos alcalinos solúveis e, nenhum sistema adesivo autocondicionante foi capaz de inibir a formação de cárie secundária artificial em um modelo de cárie bacteriano *in vitro*.

Em 2005, NAKAJIMA *et al.* avaliaram a resistência de união à microtração e a distribuição dos elementos Ca, P, Mg e N na interface resina/dentina da dentina normal e afetada por cárie, pelo sistema adesivo autocondicionante Clearfil Protect Bond (CPB) (Kuraray). O esmalte oclusal foi removido e desgastado com lixa de carbetto de silício 600 com a finalidade de obter dentina afetada por cárie e normal. Neste estudo foram utilizados 11 molares humanos com lesão de cárie coronária. O sistema adesivo CPB foi aplicado na superfície dentinária normal e afetada por cárie de acordo com as recomendações do fabricante. Para o ensaio de microtração, foram utilizados 7 molares. Incrementos de 1-1,5 mm da resina composta Clearfil AP-X (Kuraray) foi inserido na superfície até obter 4-5,0 mm de altura, onde cada incremento foi ativado por 20 s. Após 24 h de armazenamento em água, as amostras foram seccionadas em palitos com formato de ampulheta (n=26), com área de aproximadamente 1 mm<sup>2</sup>, isolando a dentina normal da afetada. Após, as ampulhetas foram fixadas na máquina de ensaio Instron e submetidas ao ensaio de resistência à microtração à

velocidade de 1,0 mm/min., até ocorrer à falha. Os dados de resistência de união foram analisados estatisticamente pelo teste Student t (5%). Para o teste EPMA, utilizou-se 6 ampulhetas, as quais foram polidas com pasta diamantada com partículas de tamanho 0,25  $\mu\text{m}$ . Após o recobrimento com ouro, as amostras foram analisadas para detectar os elementos Ca, P, Mg e N na interface resina/dentina usando um eletrodo de microanálise WDS com método de correção ZAF (EPMA 1610, Shimadzu). Ainda, verificou-se a distribuição dos elementos na superfície dentinária após tratamento com PB primer. A resistência de união à microtração da dentina afetada por cárie foi menor que da dentina normal. A zona desmineralizada da interface resina/dentina afetada por cárie (8  $\mu\text{m}$ ) foi maior em espessura que a da dentina normal (3  $\mu\text{m}$ ). Os elementos Ca e P aumentaram gradualmente, em ambos os tipos de dentina, na interface acima da dentina. A dentina afetada por cárie teve menor conteúdo de Mg. A distribuição dos elementos Ca, P e Mg na interface adesiva da dentina afetada por cárie foram diferentes da dentina normal. Além disso, o pico de N, o qual foi considerado ser uma zona rica em colágeno, resultante da incompleta infiltração de resina do colágeno exposto, observou-se ser mais espessa dentro da zona de desmineralização da dentina afetada por cárie quando comparada à dentina normal. Os autores concluíram que a zona rica em colágeno poderia afetar a durabilidade da resistência de união, bem como, a resistência de união inicial da dentina afetada por cárie.

Em 2005, OZER *et al.* avaliaram o efeito do armazenamento na resistência de união à microtração na dentina e no esmalte de 2 materiais – Reactmer Bond, RB (adesivo autocondicionante de 1 passo – Shofu) e ABF Bond, ABF (primer autocondicionante de 2 passos – Kuraray). Foram utilizados 24 primeiros ou segundos molares humanos e separados em 3 grupos (n=8) de acordo com a idade (20 a 25, 35 a 40 e 50 a 55 anos), sendo quatro dentes para cada sistema de união. O esmalte da superfície oclusal foi removido, e a superfície oclusal dentinária e o esmalte circunferencial foram desgastados com lixas de carbetto de silício 600, por 10 s. Os sistemas de união foram aplicados de acordo

com as recomendações do fabricante. Na superfície dentinária planificada foram aplicados dois incrementos de 2 mm cada, da resina composta Reactmer Bond (Pasta-Shofu, Clearfil AP-X Kuraray) e fotoativado por 20 s, formando um bloco com 4 mm de altura. Em seguida, as amostras foram armazenadas a 37°C por 24h. Decorrido o período de armazenagem, as amostras foram seccionadas paralelamente ao longo eixo axial do dente em secções retangulares de  $0,87 \pm 0,03 \text{ mm}^2$ , obtendo-se entre 6 e 7 amostras de esmalte e 10 e 15 amostras da dentina por dente. Posteriormente, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à microtração a velocidade de 1 mm/min, até ocorrer à falha. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey HSD (5%), além da Análise de Regressão. A resistência de união do ABF, no esmalte e na dentina, foi maior que a do RB. A resistência de união do ABF na dentina foi significativamente maior que no esmalte. O grupo do ABF com dentes com idade entre 35 e 40 anos apresentou maior resistência de união entre todos os grupos estudados. No grupo da dentina RB, 34% das amostras apresentaram falha coesiva na resina composta. Assim, os autores concluíram que os valores de resistência de união ao esmalte não foram afetados pela idade em nenhum dos sistemas de união. A resistência de união em dentina usando o ABF alterou de acordo com a idade dos dentes. A idade dos dentes não afetou os valores de resistência de união do RB. Entretanto, o maior número de falhas coesivas na pasta Reactmer indicou menor resistência de união ao material.

Em 2005, PRATI *et al.* testaram *in vitro* se o armazenamento em água e em solução ácida é capaz de alterar a interface resina/dentina, aumentando a permeabilidade da camada híbrida marginal. Os espécimes foram armazenados em água por 1 semana e por 3 dias na solução de ácido láctico. Moldagens com polivinil siloxano das margens das restaurações foram feitas antes e após o armazenamento em água e na solução de ácido láctico. Réplicas de poliéter foram obtidas usando as moldagens de silicone como molde. As amostras foram observadas em Microscopia Eletrônica de Varredura. Linhas de gotas de água foram detectadas na camada híbrida marginal e acima do adesivo, somente após

o armazenamento. As réplicas obtidas do armazenamento na solução ácida mostraram grande número de irregularidades tais como, fendas, vazios, e degradação da superfície marginal da interface dente/restauração, mas também um grande número de gotas de água. A interface dentina/resina absorveu água e são danosas quando armazenada em ácido láctico diluído. A presença de gotas de água provavelmente indicou a saída de água da interface durante o tempo de presa do material de moldagem e representa o índice da permeabilidade da água na camada híbrida marginal.

Em 2005, REIS avaliou a resistência de união de diferentes substratos dentais; a importância dos solventes orgânicos na união produzida por adesivos que utilizam o condicionamento ácido prévio; a habilidade de diferentes adesivos em evitar a nanoinfiltração na interface resina-dentina; a sorção de água e solubilidade, a resistência à tração, o módulo de elasticidade e características ultraestruturais dos adesivos. Foram utilizados sistemas que empregam diferentes estratégias para o condicionamento e infiltração no substrato dental: adesivos que utilizam condicionamento ácido prévio, adesivos de dois passos que empregam *primers* autocondicionantes e adesivos autocondicionantes de passo único. Os testes foram realizados após 24 horas ou até o período de 12 meses de armazenagem em água e /ou óleo mineral. A resistência de união realizada através do ensaio de resistência à microtração. Para avaliação da nanoinfiltração foi utilizado  $\text{AgNO}_3$  amoniacal como agente traçador, para evidenciar espaços nanométricos e sinais de degradação nas interfaces. Os espécimes foram preparados para observação em Microscopia Eletrônica de Transmissão e/ou Varredura. Para avaliação da sorção de água e solubilidade, a variação de massa dos espécimes foi aferida. A resistência de união, a resistência máxima de tração e o módulo de elasticidade foram avaliados em máquina de ensaio universal. Os resultados mostraram que nenhum adesivo foi capaz de evitar a nanoinfiltração. A maioria dos materiais mostrou-se eficiente logo após a sua aplicação; no entanto, o comportamento da união ao longo do tempo frente a presença de água variou consideravelmente. Os adesivos autocondicionantes de passo único foram os

mais susceptíveis à degradação após armazenagem em água. De acordo com as propriedades estudadas, concluiu-se que: dentes bovinos são os melhores substitutos para os dentes humanos em testes de união; a presença de solventes orgânicos é essencial na adesão à dentina; a degradação da união está relacionada à hidrofília dos materiais testados; e, as características da solubilidade e da sorção de água dos sistemas adesivos são importantes para determinar a longevidade e qualidade das restaurações.

Em 2005, SADEK *et al.* compararam a resistência de união à microtração imediata de 4 diferentes tipos de adesivos à dentina (3 passos, 2 passos e autocondicionantes de 2 passos e 1 passo). Foram utilizados 33 molares humanos hígidos. A superfície oclusal de cada dente foi removida, polida manualmente com lixa de carbetto de silício de granulação 180 com refrigeração constante por 20 s, para criar uma espessura clinicamente relevante de camada híbrida. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em 11 grupos (n=3) de acordo com o sistema adesivo utilizado: Adper Scotchbond MP (3M ESPE) (convencional de 3 passos); Adper Scotchbond 1 (3M) e Optibond Solo Plus (Sybron Kerr) (convencional de 2 passos); Clearfil SE Bond (Kuraray), AdheSE Ivoclar-Vivadent), Tyrian SPE + One Step Plus (Bisco) e Optibond Solo Plus autocondicionante (Sybron Kerr) (autondicionantes de 2 passos); e, One Up Bond F (Tokuyama), iBond (Heraeus Kulzer), Adper Prompt L-Pop (3M) e Xeno III (Dentsply DeTrey) (autocondicionantes de 1 passo). Todos os adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. A resina composta Tetric Ceram (Ivoclar-Vivadent) foi aplicada incrementalmente para formar um bloco com 6 mm de altura, onde cada camada foi fotoativada por 40 s. Os espécimes foram seccionados imediatamente para obtenção de ampulhetas com 0,9 x 0,9 mm. As ampulhetas de cada dente foram divididas em 2 subgrupos. Um grupo foi submetido imediatamente ao ensaio de resistência de união à microtração a velocidade de 1 mm/minuto e o outro grupo após 24 h. Os dados foram submetidos à Análise de Variância (5%) e ao teste LSD (5%). Diferenças significativas não foram encontradas entre a resistência de união imediata e após



24 h. Entretanto, foram encontradas diferenças significativas entre os sistemas adesivos. O sistema adesivo autocondicionante iBond mostrou o menor valor quando comparado aos outros sistemas adesivos. Os adesivos Adper Prompt L-Pop, Xeno III, Tyrian SPE + One Step Plus e One-Up Bond F, todos autocondicionantes, apresentaram significativamente menores valores de resistência de união, que o AdheSE, Optibond Solo Plus, Adper Scotchbond 1, Optibond Solo Plus autocondicionante, Clearfil SE Bond e Adper Scotchbond MP, os quais não diferiram estatisticamente uns dos outros. Assim, a resistência de união à microtração dos sistemas adesivos representativos das 4 categorias de união não foram equivalentes, a qual mostrou o menor valor para o adesivo autocondicionante de 1 passo. Não houve diferença estatística na resistência de união quando mensurada imediatamente e após 24 h.

Em 2005, SOARES *et al.* compararam a resistência de união à microtração de 3 sistemas adesivos a dentina permanente e decídua e, a interação desses materiais por meio da análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Foram utilizados 36 dentes humanos, sendo 18 molares permanentes hígidos e 18 primeiros e segundos molares decíduos. A superfície dentinária oclusal foi exposta e polida com lixa de SiC de granulação 600. Os dentes permanentes e decíduos foram divididos aleatoriamente de acordo com os sistemas adesivos testados em 3 grupos (n=6): 1 – Clearfil SE Bond (SE) (Kuraray); 2 – One Up Bond F (OU) (Tokuyama); e, Single Bond (SB) (3M ESPE). Todos os materiais foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. Blocos com 6,0 mm de altura da resina composta Z 100 (3M) foram construídos em incrementos de 2,0 mm, individualmente e fotoativados por 40 s. Os dentes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h. Para o ensaio de resistência à microtração, cinco dentes por grupo (n=5) foram seccionados longitudinalmente em 2 eixos, obtendo-se amostras em forma de palito. Os palitos foram colocados em um dispositivo especial montado na Instron e submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração a velocidade de 1 mm/minuto, até ocorrer à fratura. As amostras fraturadas foram observadas em

Estereomicroscópio com x25, para análise do padrão de fratura. Somente, os espécimes com fraturas adesivas foram usados para calcular a média de resistência de união à microtração. Para a análise em MEV, um dente de cada grupo experimental foi preparado e observado em microscópio Philips XL 30. Os valores médios da resistência de união à microtração (MPa) da dentina decídua/permanente foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey (5%) e mostraram valores de resistência de união iguais à: (1) SE=60,0/61,4; (2) OU=54,5/53,3; e, (3) SB=70,1/64,9. Nenhuma diferença estatística foi observada entre os valores da resistência de união para os grupos da dentina permanente e decídua, nem entre os grupos SE x SB e SE x OU. As imagens no MEV do SE e SB mostraram camada híbrida bem definida, uniforme e contínua com diferentes espessuras. A camada híbrida contínua, entretanto, não foi encontrada para o OU. Os autores concluíram que a resistência de união à microtração e as micromorfologias dos sistemas adesivos avaliados não foram influenciadas pelo substrato. O sistema adesivo OU mostrou os piores resultados.

Em 2005, SUNDFELD *et al.* mediram a espessura da camada híbrida e o comprimento dos tags de resina de um sistema adesivo autocondicionante na dentina intacta. Cavidades oclusais foram preparadas em 40 pré-molares e molares humanos e separados aleatoriamente em 4 grupos (n=10). O sistema adesivo Adper Prompt L-Pop (3M ESPE) foi aplicado na superfície da dentina, como segue: Grupo 1 – esmalte cavo superficial foi condicionado com ácido fosfórico a 35% por 60 s e a dentina por 20 s, seguido da aplicação do adesivo autocondicionante com pincel tipo microbrush na cavidade por 15 segundos; Grupos 2, 3 e 4 – nenhum pré condicionamento foi realizado na superfície do dente; o adesivo autocondicionante foi aplicado no esmalte e na dentina por 15, 30 e 45 s, respectivamente. As cavidades foram preenchidas com a resina composta Z 250 (3M ESPE). Após, os dentes foram descalcificados e as restaurações foram cuidadosamente removidas para embutimento em parafina. As amostras foram seccionadas com 6 µm de espessura e montadas em lâminas de vidro. As secções foram pintadas e a melhor secção foi analisada posteriormente no

microscópio axiophot (ZEISS DSM – 940 A) com x400. As medidas da camada híbrida e do comprimento dos tags de resina de cada secção foram cuidadosamente analisadas por um examinador devidamente calibrado. Três medidas foram obtidas para cada secção, para cada fator analisado. Os resultados foram submetidos à Análise de Variância ao nível de (5%) e ao teste de Tukey (5%). As amostras condicionadas com ácido fosfórico antes da aplicação do sistema adesivo mostraram camada híbrida mais espessa. Por outro lado, as amostras que receberam somente a aplicação do sistema adesivo na dentina por 15, 30 e 45 s mostraram camada híbrida com espessura similar. Com relação aos tags de resina, nenhuma diferença estatística foi encontrada entre os grupos. Assim, os autores concluíram que o aumento no tempo de aplicação do sistema adesivo não influenciou significativamente na forma e espessura da camada híbrida, bem como na penetração dentro da superfície da dentina.

Em 2006, CAL *et al.* avaliaram o efeito do sistema adesivo Clearfil Protect Bond, o qual contém o monômero antibacteriano MDPB, na resistência de união ao cisalhamento da cerâmica livre de metal IPS Empress 2, cimentada com 3 cimentos de dupla ativação: Variolink 2, RelyX ARC e Panavia F 2.0. Foram fabricados cento e oito disco de cerâmica IPS Empress 2, com 2 mm de diâmetro x 3 mm de altura. Os discos foram jateados com partículas de óxido de alumínio 50 µm e limpos em ultra-som por 10 minutos. A superfície oclusal foi cortada, acabada e polida com lixa de carbetto de silício de granulação 600. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 3 grupos de acordo com o cimento utilizado e separados em grupo teste. Para o grupo teste, o Clearfil Protect Bond foi aplicado somente na superfície de dentina exposta dos dentes preparados. Os grupos controle receberam os procedimentos de união entre os dentes e os discos de cerâmica preconizados pelos fabricantes. Após a cimentação, as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 h e, submetidas a 5000 ciclos térmicos nas temperaturas de 5 e 55°C em água, com 30s em cada banho. A resistência de união ao cisalhamento foi avaliada em uma máquina de ensaio universal Shimadzu a velocidade de 0,5 mm/min, até a fratura. As superfícies de

dentina fraturada foram analisadas em Microscopia Óptica, em aumento entre 10 e 1000 vezes. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste Bonferroni (5%). A média de resistência de união ao cisalhamento (MPa) para o Variolink foi de  $20,45 \pm 4,75$ ; Variolink + CPB:  $29,32 \pm 2,37$ ; RelyX ARC:  $18,82 \pm 3,19$ ; RelyX ARC + CPB:  $25,58 \pm 4,05$ ; Panavia F 2.0:  $17,11 \pm 2,98$  e Panavia F 2.0 + CPB:  $24,40 \pm 7,46$ . Esses dados confirmaram que o adesivo antibacteriano aumentou a resistência de união ao cisalhamento dos 3 cimentos de dupla ativação à dentina. A análise de superfície revelou que a maioria das amostras apresentou falha adesiva entre a dentina e o compósito na interface do agente cimentante. Assim, os autores puderam concluir que o sistema adesivo antibacteriano Clearfil Protect Bond pode ser usado, sem afetar a resistência de união, em restaurações cerâmicas cimentadas com sistemas de polimerização dual.

Em 2006, SHINOHARA *et al.* avaliaram a influência do primer e do agente de união - através da troca do primer do sistema adesivo autocondicionante com propriedades antibacterianas, Clearfil Protect Bond (Kuraray), e do primer que não contém flúor do sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond (Kuraray) - na resistência de união à microtração. Além disso, o efeito inibitório *in vitro* da cárie secundária artificial ao redor de restaurações adesivas foi observado usando o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Foram utilizados 16 terceiros molares humanos hígidos. A porção coronária da superfície dentinária foi desgastada com lixa de carbetto de silício 600, por 60s, com a finalidade de padronizar a camada de *smear layer*. Antes da aplicação do sistema adesivo, os dentes foram separados aleatoriamente em 4 grupos (n=4), de acordo com os procedimentos de união: G1 – Clearfil SE Bond controle (SE); G2 – Clearfil Protect Bond controle (PB); G3 – Primer (SE)/Adesivo (PB); e, G4 – Primer (PB)/Adesivo (SE). Em seguida, a resina composta Clearfil AP-X (Kuraray) foi inserida em incrementos de aproximadamente 1 mm de espessura e fotoativada por 40 s. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 h e, seccionadas perpendicularmente na interface adesiva, para obter

palitos com área de união de aproximadamente 0,8 mm<sup>2</sup>. Os palitos foram fixados a máquina de ensaio e submetidas ao teste de microtração à velocidade de 1 mm/min. Os dados dos valores de resistência de união foram submetidos ao teste Kruskal-Wallis. Para analisar a interface no MEV, dois discos de dentina com aproximadamente 1,5 mm de espessura foram utilizados. Cada superfície do disco de dentina foi desgastada com lixas de carbetto de silício 600, por 60s e o sistema adesivo foi aplicado de acordo com as recomendações do fabricante. Os procedimentos de união foram conduzidos da mesma forma descrita anteriormente. Em seguida, uma camada de resina composta de baixa viscosidade Metafil flo (Sun Medical) foi inserida entre os dois discos de dentina e fotoativada, para confeccionar um disco de dentina em forma de sanduíche e armazenada a 37° por 24 h. Posteriormente, a interface dentina/adesivo foi seccionada verticalmente e, os blocos em forma de sanduíche de dentina foram embutidos em resina epóxica. As amostras foram submetidas à mudança ácida pela imersão na solução desmineralizante (2,2 mmol/L CaCl<sub>2</sub>, 2,2 mmol/L NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> e 50 mmol/L ácido acético), pH 4,5, por 90 minutos. Em seguida, as amostras foram imersas em solução de hipoclorito de sódio 5%, por 20 minutos. Após a lavagem, a resina 4-META/MMA-TBB (Super Bond C&B, Sun Medical, Moriyama, Japão) foi aplicada para proteger a superfície desmineralizada durante o polimento. As amostras foram seccionadas verticalmente na interface dentina/adesivo e polidas com pasta diamantada 0,25 µm. As amostras foram polidas e atacadas com íon de argônio por 7 minutos para distinguir a identificação ultra-estrutural da interface dentina/adesivo, lavadas e cobertas com ouro para serem observadas em MEV. Os dados mostraram que não houve diferença estatística entre os grupos: G1 - 51,3 MPa; G2 - 47,6 MPa; G3 - 55,0 MPa; e, G4 - 53,9 MPa. Uma zona adjacente resistente à mudança ácido-base foi criada somente quando o sistema adesivo que libera flúor foi usado. Os autores concluíram que a presença de flúor no sistema adesivo contribuiu significativamente para prevenir a cárie secundária e não interferir na resistência de união à microtração.

Em 2006, YESILYURT *et al.* avaliaram a resistência de união à microtração de 4 adesivos convencionais – Excite (EB), Prime&Bond NT (PBNT), Single Bond (SB) e One Coat Bond (OCB) comparando com 5 adesivos autocondicionantes – Clearfil SE BOND (CSEB), Xeno III (XIII), Prompt L-Pop (PLP), AQ Bond (AQB) e Tyrian/One Step plus (TOSP) em diferentes áreas dentinárias. Além disso, a interface entre o adesivo e a dentina foi examinada usando Microscopia Eletrônica de Varredura. Todos os sistemas adesivos foram usados de acordo com as recomendações do fabricante. Foram utilizados 72 terceiros molares hígidos, aleatoriamente divididos em 9 grupos de acordo com o sistema adesivo usado. O esmalte oclusal foi removido e o padrão de *smear layer* foi criado usando lixas SiC 200, 400 e 600, consecutivamente, por 10 s cada, e 800 por 60s. A superfície dentinária foi lavada com água e o adesivo aplicado conforme instruções do fabricante. Após o procedimento adesivo, um bloco de resina TPH Spectrum (Dentsply) com 4 mm de altura foi confeccionado. Após o armazenamento em água por 24 h a 37°C, as amostras foram seccionadas em palitos com espessura de 1 mm e divididos em 2 subgrupos de acordo com a relação visual do tecido pulpar: tecido pulpar central e pulpar periférico. Os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de resistência de união à microtração a velocidade de 1 mm/min. Os dados foram submetidos à Análise de Variância. A resistência de união para os nove sistemas adesivos de cada área dentinária foi comparada usando o teste Post-Hoc. A resistência de união dos sistemas adesivos convencionais não foi estatisticamente diferente, mas foi superior aos sistemas adesivos autocondicionantes, exceto para o CSEB. Não houve diferença regional significativa para todos os sistemas adesivos. O maior valor de resistência de união à tração foi para o PBNT e o menor valor foi para o TOSP. O MEV mostrou que não há hibridização padrão para os sistemas adesivos. A presença de tags resinosos e a longevidade foram alteradas devido à localização da dentina e o tipo de material adesivo. Os autores concluíram que diferentes áreas dentinárias podem não influenciar os valores de resistência de união, usando novos sistemas adesivos.

Em 2007, AMARAL *et al.* realizaram uma revisão crítica dos métodos *in vitro* usados para promover a degradação da interface adesiva. Um fator que tem influenciado a performance clínica das restaurações dentais é a sua resistência à degradação. Mudanças morfológicas na estrutura da interface dente/restauração armazenadas no ambiente bucal têm sido reportadas. Entretanto, a performance *in vivo* é um teste imprescindível no comportamento das restaurações em função da complexidade das condições intra-orais. Modelos *in vitro* tais como, termociclagem, ciclagem mecânica, ciclagem de pH, armazenamento dos materiais em água destilada, NaOCl e soluções que simulam a alimentação podem fornecer informações importantes sobre o mecanismo que evolui a degradação da interface dente/resina. Recentemente, o efeito das enzimas host-derived e o armazenamento em soluções desproteinizantes (tais como as soluções de NaOCl) na degradação da união resina-dentina têm sido descritas. Essa revisão considera a importância desses métodos *in vitro* na durabilidade da interface das restaurações de união. A ciclagem térmica e mecânica são fatores importantes no estresse mecânico que afetam a durabilidade da união, mas a padronização desses protocolos *in vitro* é requerida para permitir a comparação entre estudos e para determinar o número de ciclos no qual a interface adesiva começa a degradar. Pesquisas futuras são necessárias para classificar a influência da ciclagem de pH na durabilidade da interface adesiva. Os alimentos simulando soluções em altas concentrações, como etanol 75%, pode afetar a resistência de união do compósito no substrato dental, bem como as propriedades mecânicas dos materiais dentários. Esses protocolos *in vitro* não ocorrem separadamente em condições intrabucal, eles são importantes para fornecer informações sobre o mecanismo da biodegradação em estudo *in vitro*, onde sítios secundários do estudo que foram descritos, influenciam a degradação da interface adesiva. É óbvio que essas metodologias não ocorrem separadamente na cavidade bucal, mas cada uma tem importância específica no mecanismo de degradação da união. O método *in vitro* usado para simular a degradação de união pode descrever pontos importantes relatados para a performance clínica das restaurações. Esse artigo avaliou o mecanismo da biodegradação *in vivo* da

interface adesiva, bem como a influência que esses vários métodos de teste têm sobre a união. Entretanto, futuras pesquisas são requeridas para determinar a durabilidade dos adesivos autocondicionantes, principalmente os sistemas adesivos de passo único.

Em 2007, GARCIA *et al.* avaliaram a resistência de união ao microcissalhamento à dentina de sistemas adesivos autocondicionantes após o armazenamento em água por uma semana e um ano e, compararam com os sistemas adesivos convencionais de um frasco. A superfície vestibular e lingual de 45 incisivos bovinos foi cortada e abrasionada com lixa de carbetto de silício de granulação 200, para remover o esmalte e obter fatias de dentina. As raízes foram removidas e as coroas seccionadas longitudinalmente para obter duas fatias de dentina de tamanho similar com 12,0 mm de comprimento x 5,0 mm de largura x 1,0 mm de espessura. A fatia de dentina da superfície vestibular foi abrasionada com lixa de carbetto de silício de granulação 600 para formar uma camada de *smear layer* padronizada, e os fragmentos de dentina foram separados aleatoriamente em 18 grupos experimentais (n=5), de acordo com os 9 sistemas adesivos testados: Single Bond (3M ESPE); Adper Prompt L-Pop (3M); iBond (Heraeus Kulzer); One-Up Bond F (Tokuyama); Xeno III (Dentsply DeTrey); Clearfil SE Bond (Kuraray); OptiBond Solo Plus SE (Kerr); Tyrian SPE/One-Step Plus (Kerr); e, UniFil Bond (GC) e dois tempos de armazenamento em água (uma semana e um ano). Os espécimes de um mesmo dente não foram usados em um mesmo grupo. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. A metodologia desenvolvida por Shimada *et al.* foi usada para preparar as amostras para o teste de microcissalhamento. Três moldes translúcidos cilíndricos (Tygon tubing, TYG-030) foram posicionados acima da união à dentina de cada fragmento dental, preenchidas com o compósito Z 250 (3M ESPE) e fotoativados por 40 s com o aparelho XL 2500 (3M ESPE). Os moldes dos tubos foram então removidos para expor um cilindro resinoso de 0,7 mm de diâmetro x 1,0 mm de altura/0,38 mm<sup>2</sup> unido à superfície dentinária. A resistência de união ao microcissalhamento foi verificada usando um aparato fixado



à Instron à velocidade de 0,5 mm/minuto. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e o teste de Tukey (5%). A resistência de união de todos os sistemas adesivos reduziu significativamente após um ano de armazenamento em água, exceto para o sistema adesivo One-Up Bond F. Os autores concluíram que o armazenamento em água por um ano diminuiu a resistência de união em aproximadamente 50% para a maioria dos sistemas adesivos testados.

Em 2007, HÜR MÜZLÜ *et al.* compararam a resistência de união à microtração de adesivos convencionais (OptiBond Solo Plus – Kerr), autondicionante de 2 passos (Clearfil SE Bond – Kuraray), e autocondicionante de 1 passo (iBond – Heraeus). Foram utilizados 12 terceiros molares humanos hígidos. O esmalte oclusal foi removido e discos de esmalte/dentina com espessura de 700 a 900 µm foram cortados até o nível médio da coroa do dente. Uma camada padronizada de *smear layer* foi obtida e polida com lixa de carbetto de silício de granulação 600, por 60 s. Os adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. Incrementos de resina composta Esthet X (Dentsply) foram aplicados e fotoativados por 20 s cada, até confeccionar um bloco de resina com 4 mm de espessura. Após, os dentes foram armazenados a 37°C por 24 h. Em seguida, os dentes foram seccionados perpendicularmente a interface adesiva para produzir palitos com área adesiva de aproximadamente 0,9 mm<sup>2</sup>. Quatro palitos (n=4) por dente foram obtidos. Em cada um dos 3 grupos, divididos de acordo com o sistema adesivo utilizado: Clearfil SE Bond, OptiBond Solo Plus e iBond, 14 palitos (n=14) foram obtidos de 4 dentes. Os palitos foram colados no dispositivo para o teste de microtração e submetidos ao ensaio a velocidade de 1 mm/minuto, até a fratura. Os dados de resistência de união à microtração foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey (5%). A média de resistência de união à microtração (MPa) do adesivo Clearfil SE Bond (42,80) foi significativamente maior que a do adesivo OptiBond Solo Plus (28,71) e iBond (22,11). O OptiBond Solo Plus foi significativamente maior que o iBond. Os autores concluíram que o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond de 2 passos apresentou resistência de união superior ao adesivo autocondicionante

iBond de aplicação única (1 passo) e ao sistema adesivo convencional de 2 passos OptiBond Solo Plus. Entretanto, o sistema adesivo OptiBond Solo Plus (Sistema com Condicionamento Total) apresentou maior resistência de união em relação ao sistema adesivo autocondicionante iBond.

Em 2007, IMAZATO *et al.* examinaram *in vivo* a habilidade de união à dentina hígida de sistemas adesivos antibacterianos, incorporando o monômero antibacteriano MDPB, baseado na avaliação morfológica da interface resina/dentina. A resistência de união à microtração dos sistemas adesivos antibacterianos experimentais foi também mensurada em *in vitro*. O sistema adesivo experimental foi preparado pela adição do monômero antibacteriano MDPB a um produto vendido comercialmente, Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray). Para o primer experimental adicionou-se 10% em peso do MDPB ao líquido B do LB primer, para alcançar 5% em peso após a mistura com o líquido A. A resina de união foi preparada através da incorporação de 2,5% em peso de MDPB dentro LB bond e usada em combinação com o MDPB contido no primer. Cavidades Classe V com, 3 mm x 4 mm x 1 mm profundidade, foram preparadas na superfície vestibular de molares, incisivos ou caninos de cachorros e separados em 4 grupos: G1 – a cavidade foi tratada com Clearfil Liner Bond 2, de acordo com as recomendações do fabricante (controle); G2 – Primer experimental (LB primer + 5% MDPB) + LB bond; G3 – LB primer + resina de união experimental (LB bond + 2,5% MDPB); e, G4 – Primer experimental + resina de união experimental. Após 7 dias, as coroas dos dentes restaurados foram cortadas e imersas em solução Karnovsky (pH 7,4) por 5h a 4°C. Em seguida, as amostras foram seccionadas longitudinalmente, polidas com lixas SiC de granulação crescente e jateadas com partículas de óxido de alumínio com 0,3 µm. Após, aplicou-se o ácido fosfórico 50%, por 30s e hipoclorito de sódio 10%, por 2 minutos. As amostras foram desidratadas, cobertas com ouro e a interface resina/dentina examinada em Microscópio Eletrônico de Varredura. A ultraestrutura da interface de união foi examinada em Microscopia Eletrônica de Transmissão. A resistência de união à microtração para cada grupo foi mensurada através da utilização de 10 terceiros

molares humanos hígidos extraídos para cada grupo. O MEV mostrou que todos os grupos formaram uma camada híbrida de 1-2  $\mu\text{m}$  de espessura, com tags de resina em forma de funil, embora o comprimento dos tags fosse menor no grupo G3. A MET mostrou boa adesão para o sistema adesivo com MDPB no primer e na resina de união, mostrando integridade entre a resina e a dentina. Não houve diferença estatística na resistência de união à microtração para todos os grupos testados. Este estudo confirmou que o sistema adesivo antibacteriano experimental empregando MDPB no primer e/ou na resina de união, produziu efetividade na união sob condições *in vivo*.

Em 2007, PERIS *et al.* avaliaram *in vitro* a influência de sistemas adesivos com e sem flúor na resistência de união à microtração de restaurações de compósito em dentina submetidas ou não a ciclagem dinâmica de pH na formação de cárie secundária. Além disso, verificaram a profundidade da lesão cariosa em dentina e quantificaram a liberação de flúor dos sistemas adesivos. Foram utilizados 80 incisivos bovinos, os quais foram separados em 4 grupos (n=20): G1 – Single Bond (3M ESPE); G2 – Optibond Solo Plus (Sybron-Kerr); G3 – Clearfil SE Bond (Kuraray) e G4 – Clearfil Protect Bond (Kuraray). Blocos de resina composta Filtek Z 250 (3M ESPE) com, 3 mm x 3 mm x 8 mm, foram confeccionados sobre a dentina e armazenados a 37 °C, por 24 h. Os quatro grupos foram divididos aleatoriamente em 2 subgrupos (n=10), de acordo com o tratamento químico: grupo tratado – ciclagem de pH; e, grupo controle – sem ciclagem. Os dentes restaurados foram seccionados na interface da união, obtendo-se 6 ampulhetas por dente com área de união com aproximadamente 1mm<sup>2</sup>. Quatro ampulhetas de cada dente foram submetidas ao ensaio de resistência à microtração à velocidade de 0,5 mm/minuto, até ocorrer à falha. As outras duas ampulhetas foram preparadas para avaliar a desmineralização, através da microscopia de luz polarizada. A profundidade de lesão de cárie foi medida a 5, 10 e 25  $\mu\text{m}$  da interface adesiva na dentina, com auxílio do analisador de imagens (Image Tool). Os dados de resistência de união foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey (5%) e mostraram que não houve

diferença estatística entre os sistemas adesivos para as duas condições – tratado e controle. Lesões de cárie secundária reduziram significativamente os valores de resistência de união para todos os adesivos. O Optibond Solo Plus apresentou baixa formação de cárie à profundidade de 5 µm. A concentração de flúor presente nas soluções DES/RE foi menor que 0,03 ppm, para todos os sistemas adesivos testados. Os autores concluíram que os valores de resistência de união diminuíram significativamente após a formação da cárie secundária *in vitro* para todos os grupos. O flúor presente nos sistemas adesivos não foi capaz de inibir a formação de cárie secundária ou manter os valores de resistência de união, após a formação de cárie.

Em 2007, SALVIO *et al.* avaliaram o efeito do tempo de armazenagem em água (24 h e 1 ano) na resistência à tração da união entre cerâmica de infraestrutura IPS Empress 2 e material de fixação Variolink II sob diferentes tratamentos na superfície da cerâmica. Foram confeccionados cento e oitenta discos em cerâmica com 5,5 mm de diâmetro por 2,5 mm de espessura e separados em 6 grupos de 15 pares de discos. Cada grupo foi submetido aos seguintes tratamentos: Grupos 1 e 4 – jateamento com óxido de alumínio 50 µm, por 5 s; Grupos 2 e 5 – jateamento com óxido de alumínio 100 µm, por 5 s; Grupos 3 e 6 – condicionamento com ácido fluorídrico 10%, por 20 s. Após, o silano foi aplicado sobre a superfície da cerâmica tratada e os discos de cerâmica de cada grupo foram unidos em pares com adesivo Heliobond e cimento resinoso Variolink II. Em seguida, os corpos-de-prova dos Grupos 1 a 3 foram armazenados em água destilada a 37°C durante 24 h e os do Grupo 4 a 6 a 37°C durante 1 ano. Após, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em máquina Instron com velocidade de 1 mm/minuto. O tipo de falha foi verificado numa lupa estereoscópica com aumento de 20 vezes. Os resultados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey ( $p < 0,05$ ) e mostraram que as condições de armazenagem diminuíram a resistência de união entre a cerâmica / cimento resinoso, por um período de armazenagem de 1 ano, independente dos tratamentos de superfície. O tratamento superficial da cerâmica com ácido

fluorídrico 10%, proporcionou valores de resistência à tração superiores em relação ao jateamento com óxido de alumínio 50 e 100  $\mu\text{m}$ , para os tempos de armazenagem de 24 h e 1 ano. Os padrões de falhas foram predominantemente mistas para o condicionamento com ácido fluorídrico 10% e, adesiva para jateamento com óxido de alumínio 100 e 50  $\mu\text{m}$ . O aumento da espessura da cerâmica diminuiu significativamente os valores de dureza Knoop. Aumento nos valores de dureza foi obtido após o período de armazenagem de 24 h. O tempo recomendado pelo fabricante não foi suficiente para polimerizar o cimento resinoso.

Em 2007, SILVA *et al.* avaliaram o efeito de soluções desmineralizantes com níveis de variação de pH, na ciclagem de pH sobre a superfície dura, liberação de flúor e característica da superfície de 4 materiais restauradores (Ketac-Fil Plus, Vitremer, Fuji II LC, Freedom e Fluorofil). Foram confeccionadas 30 amostras de cada material, no qual a dureza superficial foi mensurada. As amostras foram separadas aleatoriamente em 5 grupos de acordo com o pH da solução desmineralizadora (4,3; 4,6; 5,0; 5,5; e 6,2). As amostras foram submetidas à ciclagem de pH por 15 dias. Estas foram mantidas na solução desmineralizadora por 6 horas e na remineralizadora por 18 horas. A seguir, a dureza superficial foi mensurada e a característica de superfície foi realizada. A liberação de flúor foi determinada diariamente. Os dados da dureza superficial e a porcentagem de alteração na superfície foram analisados pela Análise de Variância ( $p < 0,05$ ); o teste Kruskal-Wallis foi realizado para os resultados da liberação de flúor. Quando a dureza foi comparada, a variação de pH teve correlação positiva para o cimento de ionômero de vidro e negativa para a liberação de flúor. Para as resinas compostas modificada por poliácidos, a correlação negativa foi encontrada com a liberação de flúor; não sendo observada correlação significativa para a dureza. As características de superfície foram influenciadas: em pH mais ácido, ocorreu maior alteração, exceto para as resinas compostas modificada por poliácidos. O pH da solução desmineralizadora influenciou a liberação de flúor dos materiais testados. A variação no pH alterou a

dureza e as propriedades da superfície do cimento de ionômero de vidro,mas não influenciou na resina composta modificada por poliácido.

Em 2007, TOLEDANO *et al.* avaliaram o efeito do armazenamento nas condições seca, água destilada e óleo mineral na resistência de união à dentina de três sistemas adesivos. A superfície dentinária de 162 terceiros molares humanos hígidos foi planificada com lixa de granulação 180, para promover a formação de *smear layer*. Os sistemas adesivos Single Bond (SB) (3M ESPE), Clearfil SE Bond (SEB) (Kuraray) e One-Up Bond F (OUB) (Tokuyama) foram aplicados sobre a superfície da dentina de acordo com as recomendações do fabricante. Após a aplicação dos sistemas adesivos a resina composta Tetric Ceram (Vivadent) foi aplicada em incrementos de 1,5 mm, até a obtenção de amostras com 6 mm de altura. Cada camada foi fotoativada por 40 s. Metade dos dentes (n=81) foi designada a exposição indireta (IE) e armazenados intactos (sem secção) a 37°C em: (a) água destilada; (b) ar, 40% de umidade relativa e, (c) óleo mineral. Esses dentes foram armazenados por 24 h, 3 meses e 1 ano. A outra metade (n=81) foi destinada à exposição direta (DE), os quais foram verticalmente seccionados em palitos com área de 1 mm<sup>2</sup>. Os palitos foram submetidos aos mesmos períodos e meio de armazenamento descritos anteriormente. Após cada período de armazenamento, os dentes intactos (Grupo IE), de cada meio de armazenamento, foram seccionados de acordo com o método descrito para produzir palitos para o teste de microtração. Os palitos do grupo DE foram tracionados numa máquina de Ensaio Universal (Instron), à velocidade de 0,5 mm/min. Os valores de resistência de união foram expressos em MPa e submetidos a Análise de Variância multifatorial e ao teste de Student-Newman-Keuls (5%), O padrão de fratura foi analisado em microscopia eletrônica de varredura. Após 24 h, o Single Bond e o Clearfil SE Bond apresentaram valores iguais e superiores ao One-Up Bond F. Após 3 meses da exposição direta em água, diminuição na resistência de união foi observada para o Single Bond e o One-UP Bond F. esta redução ocorreu para o Clearfil SE Bond após 12 meses de armazenamento em água. A resistência de união dos espécimes armazenados em

40% de umidade relativa à 37°C não alterou com o tempo. A resistência de união aumentou quando o Single Bond foi armazenado em óleo mineral após 3 e 12 meses. Alterações micromorfológicas foram evidentes após o armazenamento em água. Os autores concluíram que a água desempenhou um importante papel na degradação da união; a presença de resina infiltrada no esmalte exerceu efeito protetor na união dentina-resina, exceto para o One-Up Bond. Quando o sistema adesivo Single Bond foi utilizado, a degradação na interface de união dentina-resina foi postergada.

Em 2007, VAN LANDUYT *et al.* realizaram uma revisão sistemática dos componentes utilizados para fabricação de sistemas adesivos, bem como, as propriedades desses componentes. Os fabricantes normalmente relutam em revelar a composição de alguns sistemas adesivos, com a finalidade de evitar a clonagem de seus componentes, usando frequentemente termos descritivos. Além disso, a composição dos sistemas adesivos é limitada. A formulação química dos sistemas adesivos determina a longevidade de sua performance clínica. Um sistema adesivo contém tipicamente, em sua composição, monômero de resina, iniciador para polimerização, inibidor ou estabilizador, solvente e partículas de carga. Cada um desses componentes tem função específica e por isso, deveriam ser revisados.

Em 2008, HASHIMOTO *et al.* em um estudo prévio determinação da tensão de contração de polimerização de sistemas adesivos unidos à dentina, observou declínio da tensão após o adesivo ter sido aplicado. O declínio da tensão foi causado pela difusão da água dentro da camada do adesivo e/ou solventes, que foi deixado impregnado na superfície da dentina após a secagem e/ou evaporação durante o procedimento de aplicação. O propósito do presente estudo foi testar a hipótese de que a tensão de contração dos sistemas adesivos unidos ao esmalte não sofreriam declínio após a fotoativação, baseando-se que a água ou o solvente são mais facilmente removidos da superfície do esmalte impregnado, durante os passos de secagem e/ou evaporação. A tensão de

contração foi determinada em um tensilômetro para os três sistemas adesivos convencionais (Scotchbond Multi-purpose, Single Bond e One Step Plus) e quatro sistemas adesivos autocondicionantes (Clearfil SE Bond, Clearfil Protect Bond, AdheSE e Xeno III). Os sistemas adesivos foram colocados em camadas finas entre uma lâmina de vidro e uma fatia de dentina ou esmalte pré-tratado com ácido fosfórico ou primer autocondicionante e fotoativado. Os resultados mostraram que todos os sistemas adesivos unidos ao esmalte apresentaram declínio na tensão de contração, mas significativamente menor do que para dentina, exceto para dois sistemas adesivos autocondicionantes. O declínio maior foi encontrado para o sistema adesivo convencional unido a dentina. A presença do monômero hidrófobo nos sistemas adesivos teve influência significativa no declínio da tensão de contração. Este estudo mostrou que os fluídos são removidos da resina impregnada na estrutura dentária, a qual pode resultar em pequenos defeitos na interface dente/resina, causando selamento marginal deficiente e microinfiltração.

Em 2008, POITEVIN *et al.* avaliaram a influência de seis diferentes parâmetros de teste (TP): diferentes modos de fixação dos espécimes (TP1); geometria do espécime (TP2); área de superfície de união (TP3); espessura remanescente de dentina (TP4); procedimento de fixação ao dispositivo (TP5); e velocidade (TP6) no ensaio de resistência de união à microtração. Terceiros molares humanos foram fixados em gesso pedra e o terço oclusal do dente foi removido com disco diamantado. A camada de *smear layer* foi padronizada com ponta diamantada. Os espécimes foram separados aleatoriamente de acordo com o sistema adesivo empregado: OptiBond FI (Kerr); Scotchbond 1 XT (3M ESPE); e, Clearfil SE Bond (Kuraray). Após a aplicação do sistema adesivo na superfície da dentina, incrementos da resina Z 100 (3M ESPE) foram aplicados para obter um bloco com 5 a 6 mm de altura. Cada incremento de resina foi fotoativado por 40 s, com o aparelho Optilux 500 e armazenado por 7 dias a 37° C, em cloramina 0,5%. Cerca de 4 palitos retangulares com 1,85 x 1,85 mm de largura por 8 – 9 mm de comprimento foram preparados por dente e torneados na interface de



união com ponta diamantada, obtendo palitos em forma de ampulheta, com superfície de união de  $1 \text{ mm}^2$  (TP2). Dependendo do teste, palitos em com  $0,65 \times 0,65 \text{ mm}$ ,  $0,85 \times 0,85 \text{ mm}$  e  $1 \times 1 \text{ mm}$  foram preparados (TP3). Para os espécimes com  $1 \times 1 \text{ mm}$ , a espessura do remanescente de dentina (TP4) da união dentina/resina da porção próximo a câmara pulpar foi mensurada com paquímetro digital. As amostras com espessura de dentina remanescente maior do que  $2 \text{ mm}$  foram designadas de grupo de dentina espessa (média de  $2,46 \text{ mm}$ ) e aquelas com espessura de remanescente de dentina menor do que  $2 \text{ mm}$  foram designadas como grupo de dentina delgada (média de  $1,68 \text{ mm}$ ). Os espécimes foram fixados com cianocrilato num dispositivo com superfície plana, num dispositivo com canaleta central ou nos mordentes superior e inferior da máquina de ensaio mecânico. As microamostras foram submetidas ao ensaio de resistência de união à microtração à velocidade de  $1 \text{ mm/min}$  para a maioria dos experimentos e de  $0,01$  ou  $0,1 \text{ mm/min}$  para algumas amostras selecionadas (TP6). A análise do padrão de fratura foi efetuada num estereoscópio ( $\times 50$ ) e classificada em: coesiva em dentina; mista (falhas na interface e parcialmente adesiva entre o dente e a resina e parte coesiva na resina ou no dente); e, coesiva na resina. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey (5%). Os dispositivos influenciaram nos valores de resistência de união e no padrão de falha. Os espécimes fixados nos dispositivos com canaleta apresentarem valores de resistência de união estatisticamente superior em relação às amostras fixadas no dispositivo plano ou nos mordentes da máquina de ensaio (TP1). A alta resistência de união, baixo desvio padrão e coeficiente de variação foram observados quando as falhas foram na interface e um número mais representativos de amostra por dente foi obtido para microamostras quadradas (TP2). Os resultados mais representativos foram obtidos usando espécimes com  $1 \text{ mm}^2$  de área (TP3), obtidos mais facilmente. A espessura da dentina remanescente (TP4) foi um fator que influenciou nos valores de resistência de união (TP5) e a velocidade da máquina de ensaio (TP6) parece ter menor influência. Os parâmetros de teste para o ensaio de resistência de união à microtração (TP1) modo de fixação da amostra, (TP2) geometria da microamostra,

(TP3) área da superfície de união da amostra e (TP4) espessura do remanescente de dentina influenciaram significativamente nos valores de resistência de união à microtração. Entretanto, os parâmetros (TP5) procedimento de fixação da amostra no dispositivo e (TP6) velocidade da máquina de ensaio não influenciaram significativamente os valores de resistência de união.

Em 2008, REIS *et al.* avaliaram *in vitro*, os efeitos na exposição em água ou em óleo mineral por 1 ano na resistência de união à microtração dos sistemas adesivos convencionais: Prime & Bond NT-PB (Dentsply) e Single Bond-SB (3M ESPE) e autocondicionantes: One-up Bond F (Tokuyama), Clearfil SE Bond (Kuraray) e Clearfil Protect Bond (Kuraray). Sessenta molares humanos foram utilizados neste e separados aleatoriamente em 5 grupos (n=12) de acordo com o sistema adesivo utilizado. Os sistemas adesivos compreenderam 3 categorias: autocondicionantes de 1 frasco (OB), autocondicionante de 2 frascos, um sem flúor (SE), e o outro, com flúor e monômero antibacteriano (CP) e adesivos convencionais de 2 frascos, o (SB) que possui como solvente água/etanol e o (PB) a acetona como solvente. Após a aplicação dos sistemas adesivos de acordo com as recomendações do fabricante, coroas de compósito com 6 mm de altura foram confeccionadas em incrementos com a resina composta Clearfil APX (Kuraray). Os espécimes restaurados foram separados aleatoriamente em 4 subgrupos de acordo com a condição de exposição à água (n=4): 24 h de exposição à água na margem de esmalte (24 h-PE); 1 ano-PE; 1 ano de exposição direta (margem dentinária) ou 1 ano de exposição direta em óleo mineral. A presença de compósito-esmalte ao redor da restauração foi classificada como periférica, e a ausência de esmalte foi classificada como direta. O óleo mineral foi usado como meio de armazenamento para os subgrupos não sujeitos à exposição da água. Antes do armazenamento em água, quatro dentes de cada grupo foram seccionados ao meio: metade foi para a exposição direta e a outra metade em óleo mineral. A água foi trocada semanalmente para prevenir o crescimento bacteriano e acelerar o processo de degradação. Após o período de armazenamento, as amostras foram seccionadas em palitos com formato de

ampulheta. O teste de tração foi realizado à velocidade de 1 mm/minuto até a fratura. Os valores de resistência à tração foram submetidos à Análise de Variância (dois fatores) e ao teste de Tukey (5%). Nenhuma diferença foi encontrada entre 24 h-PE e 1 ano-PE para OB,CP,SB e PB. Entretanto, os valores de resistência de união foram significativamente reduzidos após 1 ano-DE para SE, CP, SB e PB. A diminuição na resistência de união foi observada em SE após 1 ano-PE, mas nenhuma diferença existiu entre 1 ano-PE e 1 ano-DE. Valores de resistência de união similares ou aumentados foram notados em 1 ano-DOE para todos os adesivos testados. O armazenamento em água por 1 ano diminuiu significativamente os valores de resistência de união para todos os sistemas adesivos. Entretanto, a presença de esmalte-compósito periférico reduziu a taxa de degradação na interface dentina/resina para todos os materiais, exceto para o SE.

### **3 – PROPOSIÇÃO**

Neste trabalho *in vitro* teve por objetivo avaliar:

1 – A degradação da união de sistemas adesivos à dentina humana hígida considerando-se a resistência da união, o padrão de fratura ao longo do tempo.

2 – A liberação de íons flúor do sistema adesivo Clearfil Protect Bond (PB) nas soluções DES/RE (1<sup>o</sup>, 2<sup>o</sup>, 3<sup>o</sup> e 4<sup>o</sup> dias) e na água deionizada (1<sup>o</sup>, 2<sup>o</sup>, 3<sup>o</sup>, 4<sup>o</sup> e 30<sup>o</sup> dias).

## 4 – MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 – Delineamento Experimental

Este estudo *in vitro* foi delineado em um experimento inteiramente casualizado baseado nas seguintes variáveis de resposta:

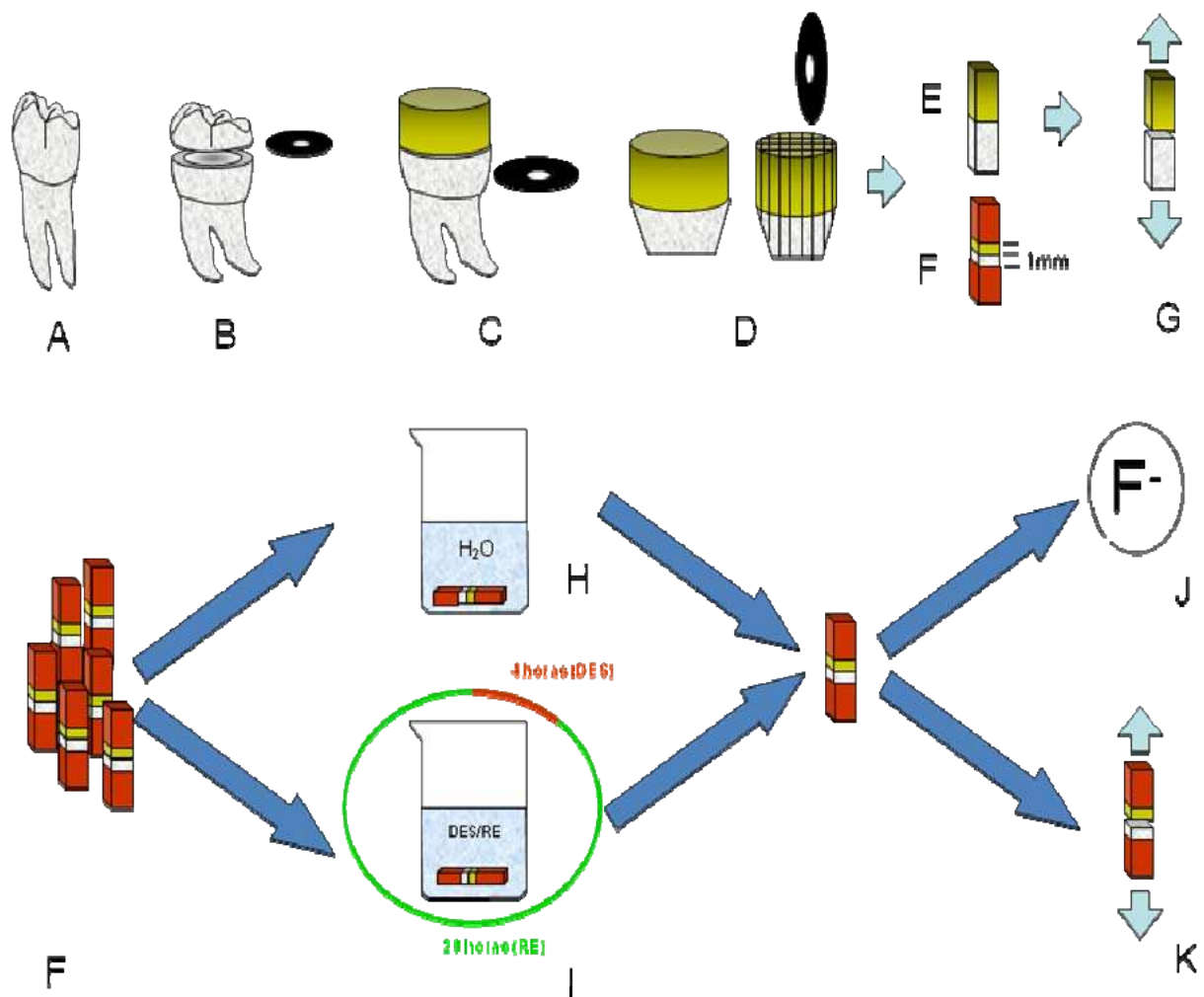
- A. Resistência de união (MPa), em 2 fatores:
  - a1. Sistemas Adesivos – 2 níveis (com e sem flúor);
  - a2. Armazenamento – 3 níveis (imediate, após o desafio químico dinâmico e o armazenamento em água deionizada por 140 dias).
- B. Análise quantitativa de flúor, em 2 fatores:
  - b1. Sistema Adesivo – 1 nível (Clearfil Protect Bond – PB, com flúor);
  - b2. Soluções – 3 níveis (solução desmineralizadora, remineralizadora e água deionizada).

Foram utilizados oito terceiros molares humanos hígidos que foram distribuídos em 2 grupos de acordo com o sistema adesivo (n=4), considerando-se como unidade experimental o dente. Cada dente forneceu aproximadamente 18 palitos, os quais foram distribuídos aleatoriamente em 3 subgrupos de acordo com a solução e o tempo de armazenagem: imediate, ciclagem química dinâmica (solução DES/RE) e, armazenagem em água deionizada por 140 dias, caracterizando um desenho com parcelas subdivididas. Essa distribuição resultou no delineamento experimental apresentado no Quadro 1:

Quadro 1 – Distribuição dos grupos de acordo com o delineamento experimental para o experimento de avaliação da resistência da união à microtração.

	SISTEMA ADESIVO	
ARMAZENAGEM	PB	SE
Imediato	G1 (21)	G4 (18)
Ciclagem química dinâmica (sol DES/RE)	G2 (21)	G5 (21)
Água deionizada (140 dias)	G3 (23)	G6 (21)

( ) - Número de palitos ensaiados por grupo; (PB) - Sistema adesivo Clearfil Protect Bond; (SE) – Sistema adesivo Clearfil SE Bond.



**FIGURA 1** – Representação esquemática do procedimento experimental. A: Dente humano; B: Remoção do esmalte oclusal; C: Remanescente dentário reconstruído com a resina composta e sistemas adesivos; D: Remoção da raiz e obtenção dos palitos; E: Espécime em forma de palito; F: Palito recoberto com verniz 1 mm aquém da interface de união material adesivo/substrato dentinário; G: Ensaio de resistência de união à microtração imediata; H: Espécimes armazenados em água deionizada por 140 dias; I: Espécimes submetidos ao desafio cariogênico (ciclagem dinâmica de pH – ciclo de 4 dias); J: Quantificação de íons flúor nas soluções DES/RE (n=8) e água deionizada (n=23); e, K: Espécimes submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração após a ciclagem química dinâmica e o armazenamento em água deionizada por 140 dias.

## 4.2 – Materiais

O projeto de pesquisa foi aprovado de acordo com as determinações do Comitê de Ética da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – Unicamp, protocolo 041/2008 (Anexo I).

Neste estudo foram utilizados dois sistemas adesivos: um autocondicionante de dois frascos contendo flúor (Clearfil Protect Bond - PB) (Kuraray Medical Inc, Tokyo, Japan) e um autocondicionante de dois frascos sem flúor (Clearfil SE Bond - SE) (Kuraray Medical Inc, Tokyo, Japan) (Figura 2). As composições e protocolos de aplicação encontram-se descritos na Tabela 1.



Figura 2 – Sistemas adesivos utilizados no estudo.



Tabela 1 - Sistemas Adesivos, Composição e Protocolo de Aplicação.

Material	Composição	Protocolo de Aplicação
Clearfil SE Bond	Primer: 10-MDP, HEMA, água, CQ, dimetacrilato hidrófilo, N,N-dietanol- <i>p</i> -toluidina.	<i>a, b, c, d, e, f</i>
	Bond: 10-MDP, HEMA, Bis-GMA, CQ, dimetacrilato hidrófobo, N,N-dietanol- <i>p</i> -toluidina, sílica coloidal silanizada.	
Clearfil Protect Bond	Primer: HEMA, dimetacrilato hidrófilo, 10-MDP, MDPB, N,N-dietanol- <i>p</i> -toluidina, CQ, água.	<i>a, b, c, d, e, f</i>
	Bond: sílica coloidal silanizada, HEMA, Bis-GMA, dimetacrilato hidrófobo, 10-MDP, N,N-dietanol <i>p</i> -toluidina, CQ, MDPB, fluoreto de sódio.	

Bis-GMA: bisfenol A-glicidil metacrilato; CQ: canforoquinona; HEMA: 2-hidroxietil metacrilato; MDP: 10-metacriloxi metacrilato; MDPB: brometo de 12-metacriloxidodecílpiridímio. Protocolo de aplicação dos sistemas adesivos: *a*: secagem da dentina com jato de ar; *b*: aplicação do primer; *c*: deixar o primer na superfície por 20 s; *d*: secagem com leve jato de ar; *e*: aplicação do adesivo; *e, f*: fotoativação por 10 s.

### 4.3 – Seleção dos dentes e preparo da superfície dentinária

Oito terceiros molares hígidos foram armazenados em solução de timol a 0,1% e congelados a -4°C por até o momento da utilização (1 mês). Os dentes foram limpos manualmente com curetas periodontais e polidos em baixa rotação (Kavo do Brasil S.A. Ind. E Com., Joinville, SC, Brasil) com taça de borracha com pasta de pedra-pomes e água.

Em seguida, o dente foi fixado em uma base de acrílico com godiva de baixa fusão (Figura 3) tendo o esmalte oclusal removido com disco de diamante (nº 11 - 4254, 4" x 0,012", série 15LC, Diamond Wafering Blade, Buehler Ltd., Lake Bluf, Il., EUA) em uma cortadeira metalográfica de precisão (Isomet 1000, Buehler Ltd., Lake Bluf Il, EUA) em baixa velocidade (Figura 4) sob irrigação constante. Após, as superfícies dentinárias foram inspecionadas com lupa estereoscópica (Leica MZ6, Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha) com (x20) de aumento para identificação da presença de esmalte remanescente. Quando necessário, o restante do esmalte oclusal foi removido com lixa de carbeto de silício de granulação 80 (Carburundum, Saint-Gobain Abrasivos Ltda, Guarulhos, SP, Brasil) em uma politriz mecânica (Arotec, SP, Brasil), sob constante irrigação com água, até a remoção completa do esmalte (Figura 5).



Figura 3 – Dente fixado com godiva na base de acrílico.



Figura 4 – Remoção do esmalte oclusal.

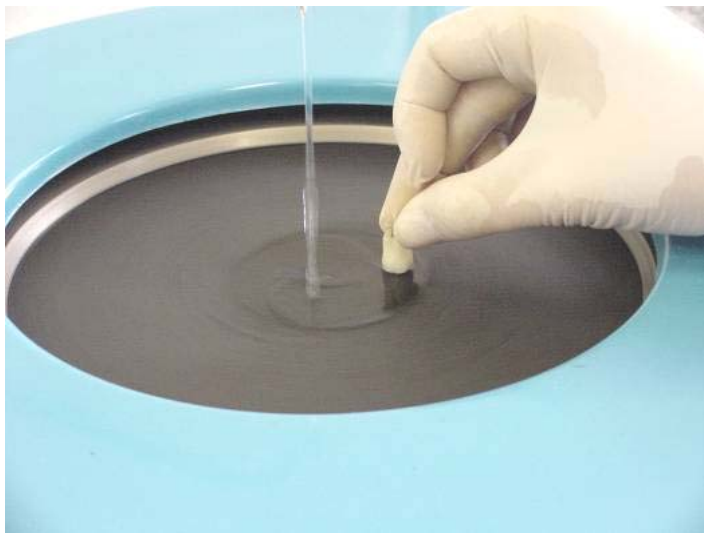


Figura 5 – Remoção do esmalte oclusal remanescente.

#### 4.4 – Aplicação dos sistemas adesivos e procedimentos restauradores

As superfícies dentinárias foram planificadas por 60 segundos com lixas de carvão de silício de granulação 600 (Carburundum, Saint - Gobain Abrasivos Ltda., Guarulhos, SP, Brasil) sob irrigação constante com a finalidade de padronizar a camada de *smear* (Figura 6). Os substratos (dentes desgastados) foram distribuídos em dois grupos de acordo com o sistema de união utilizado (n=4). Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante em toda superfície (Tabela 1) (Figuras 7 A; B; C; D; E; e, F). Posteriormente, três incrementos de aproximadamente 2 mm da resina composta (TPH, microhíbrida fotopolimerizável, cor A1, Dentsply) (Figura 8) foram aplicados na superfície (Figura 9 A), no qual cada camada foi irradiada por 40 segundos (Figura 9 B), com o aparelho de luz de lâmpada halógena (XL 2500 3M ESPE, Dental Products Division, St. Paul, MN, USA), com 700 mW/cm<sup>2</sup> verificada regularmente com o radiômetro Hilux Light Meter (Firt Medica, Greensboro NC, USA). Dessa forma, foi possível obter palitos com a mesma dimensão de dentina e resina composta (aproximadamente 6 mm), após a reconstrução do dente com a resina composta (Figura 10).



Figura 6 – Obtenção da camada padronizada de *smear layer*.

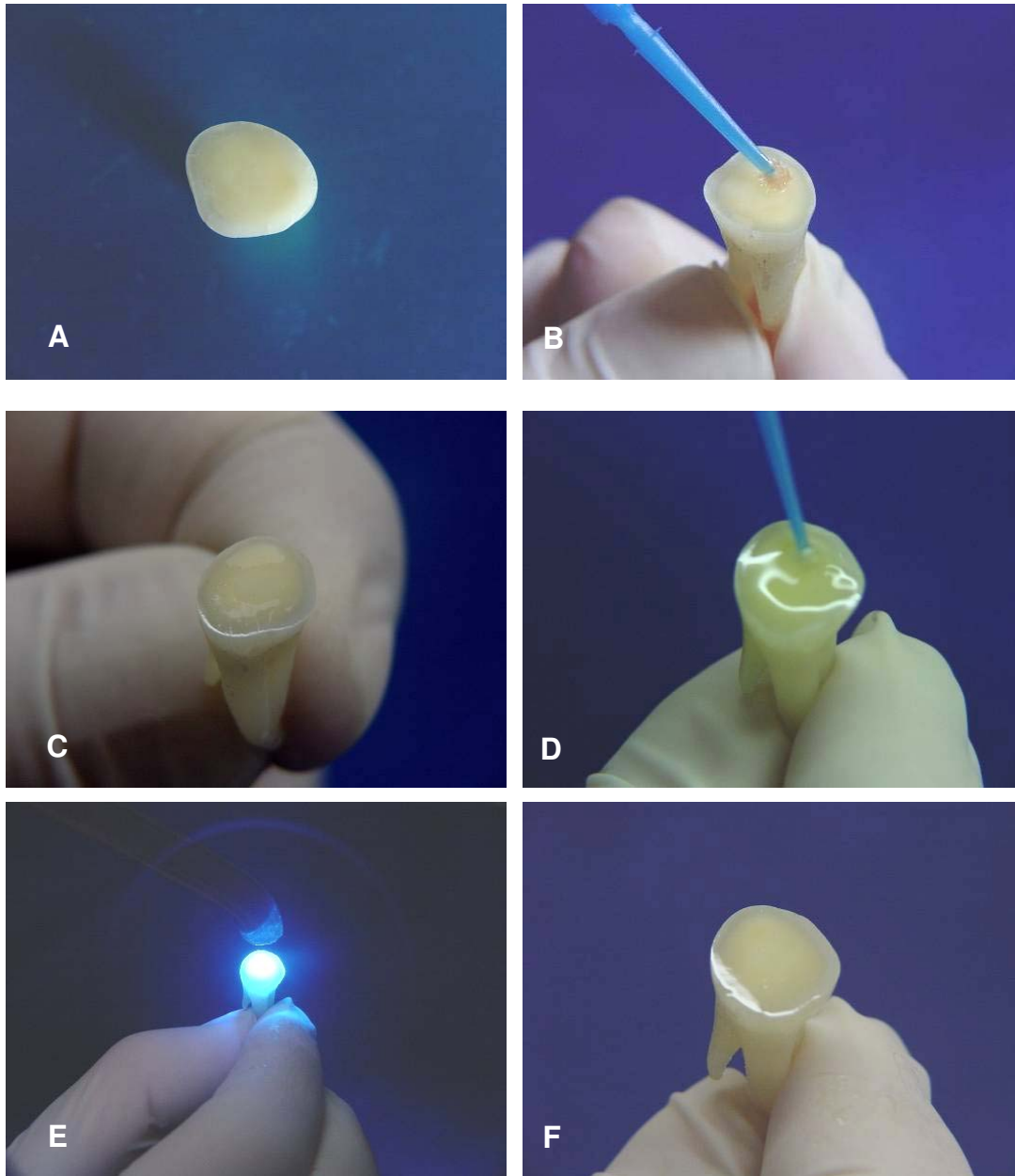


Figura 7 – A: Vista da superfície oclusal do dente; B – Aplicação ativa do primer por 20 segundos; C – Aspecto da superfície após a aplicação de um leve jato de ar; D – Aplicação do adesivo; E – Irradiação por 10 segundos; e, F – Aspecto final da superfície oclusal após a aplicação do adesivo e fotoativação.



Figura 8 – Resina composta TPH (Dentsply).

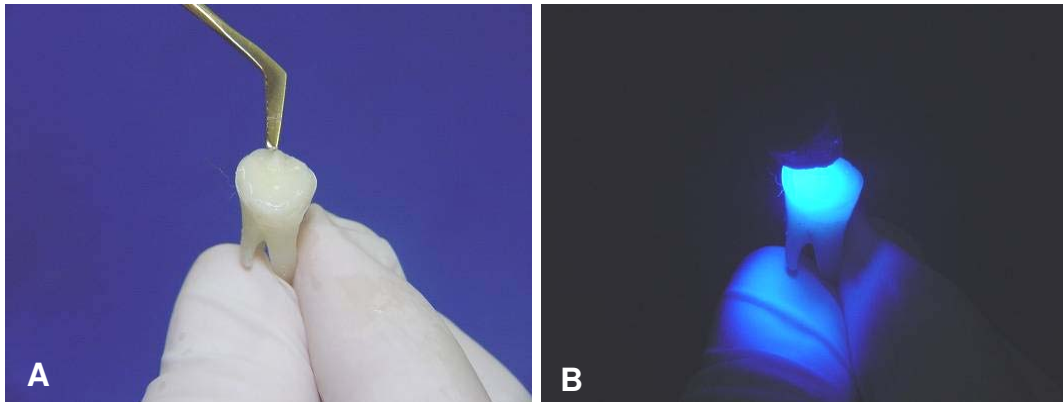


Figura 9 – A: Inserção da resina composta; B: Irradiação por 40 segundos.

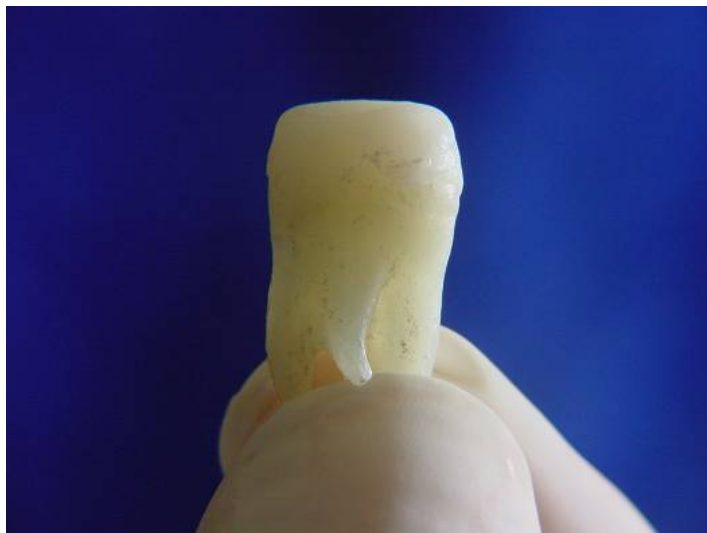


Figura 10 – Dente reconstruído com a resina composta.

Em seguida, as raízes dos dentes foram removidas com disco diamantado dupla face (KG Sorensen Ind. E Com. LTDA, Barueri, SP, Brasil) em baixa rotação (Kavo do Brasil S.A Ind. e Com., Joinville, SC, Brasil) (Figura 11) sob refrigeração constante e o tecido pulpar removido com colher de dentina (Escavador Duflex, S.S White, Rio de Janeiro, Brasil) (Figura 12). A câmara coronária foi condicionada com ácido fosfórico a 37% (3M ESPE) (Figuras 13 A e B), por 15 segundos, lavada por 15 segundos e levemente seca por 2 segundos com jato de ar. O sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE) (Figura 13 A) foi aplicado de acordo com as recomendações do fabricante e a câmara coronária preenchida com a resina composta TPH (Dentsply) (Figura 8), pela técnica incremental (Figura 14), com cada incremento irradiado por 40 segundos (Figura 15).

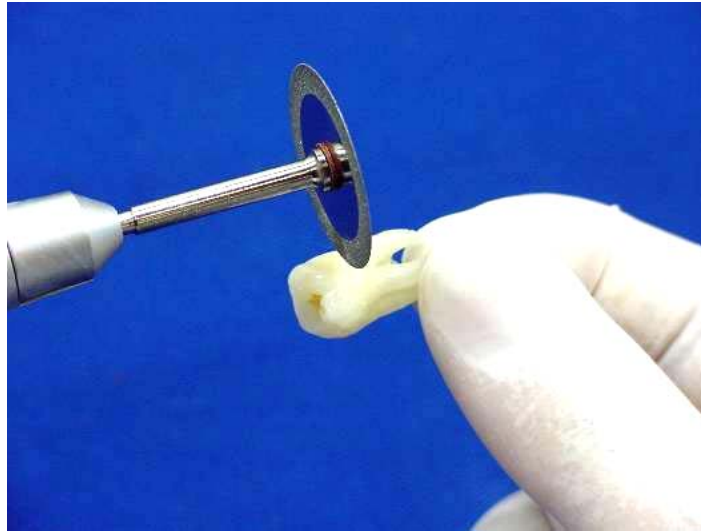


Figura 11 – Remoção da raiz com disco diamantado dupla face.

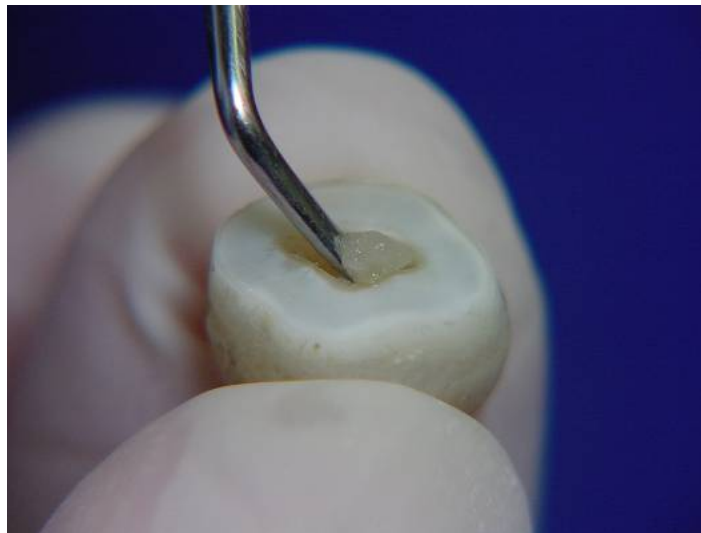


Figura 12 – Remoção do tecido pulpar.



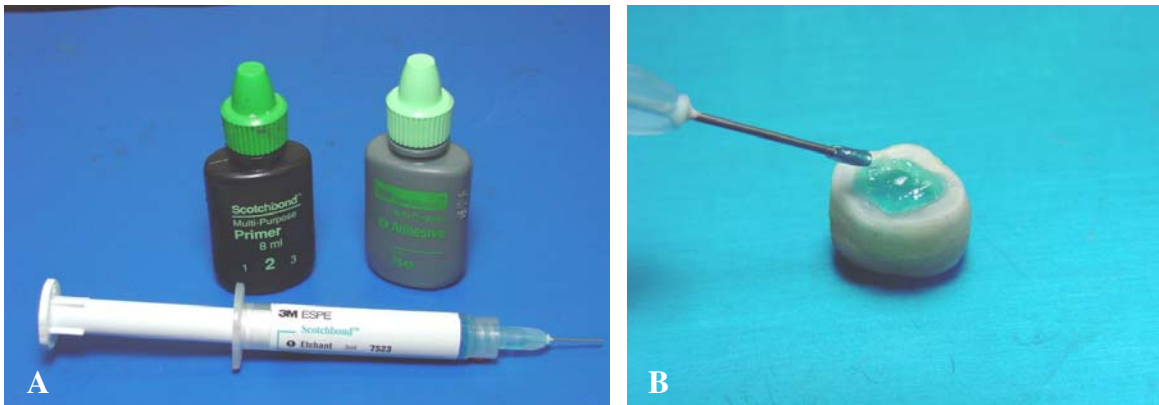


Figura 13 – A: Ácido fosfórico a 37% e sistema adesivo; B: Condicionamento da câmara coronária com ácido fosfórico.

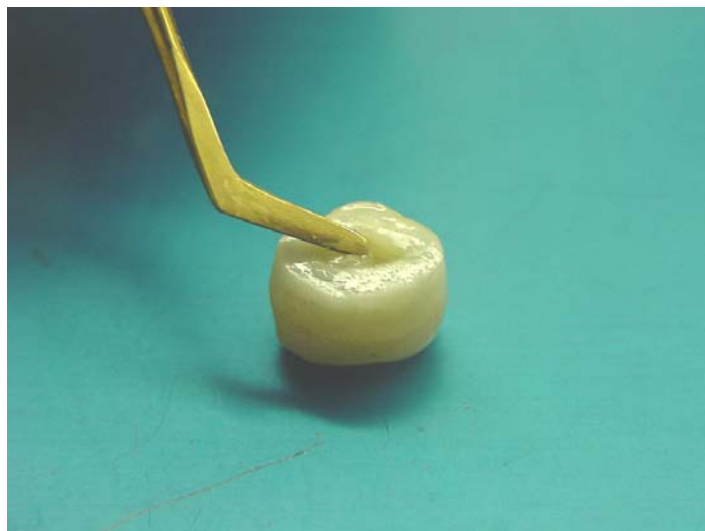


Figura 14 – Inserção da resina composta em incrementos.



Figura 15 – Irradiação dos incrementos por 40 segundos.

Após o preenchimento da câmara coronária, os conjuntos dente/bloco de resina composta foram armazenados em umidade relativa com algodão embebido em água deionizada a 37°C, por 24 horas.

#### **4.5 – Obtenção dos espécimes para o ensaio de microtração e desafio cariogênico**

Decorrido o período de armazenagem inicial (24 horas), as amostras foram fixadas pela região cervical com cera pegajosa (Pason - Ind. e Com Mat. Odont.), em uma placa de acrílico (Figura 16 A). O conjunto dente/bloco de resina composta foi levado à cortadeira de precisão (Isomet 1000, Buehler Ltd., Lake Bluf Il, EUA) e realizados os cortes longitudinais (mésio-distal) com disco diamantado de dupla face (nº 11- 4254, 4” x 0,012”, série 15LC, Diamond Wafering Blade, Buehler Ltda, Lake Bluf, Il., EUA) em baixa rotação sob irrigação constante (Figura

16 B) em fatias de aproximadamente 1 mm de espessura (Figura 17). Após, o procedimento inicial, novos cortes foram realizados perpendicularmente aos primeiros, no sentido vestibulo-lingual, obtendo-se amostras em forma de palito com área seccional quadrada de aproximadamente 1 mm<sup>2</sup> (Figura 18).

Todos os palitos obtidos de um mesmo dente foram armazenados em *ependorfs* em umidade relativa com algodão embebido em água deionizada a 37° C (Estufa de Cultura – Fanem Ltda – Modelo 002 CB – SP – Brasil) até o momento de serem distribuídos aleatoriamente em 3 subgrupos de acordo com o tempo de armazenagem: imediato, ciclagem química dinâmica (solução DES/RE) e, armazenamento em água deionizada por 140 dias. De cada dente, obteve-se aproximadamente 25 espécimes em forma de palitos (Figura 18) para serem avaliados. Os palitos da periferia, os quais continham esmalte, foram descartados, restando aproximadamente 18 palitos. Foram também excluídos aqueles espécimes que apresentavam defeitos externos como: bolhas, não proporcionais em relação à dentina e a resina composta, com interface de união não perpendicular ao eixo de carregamento da máquina de ensaio e os que se soltavam do dispositivo durante o carregamento. A distribuição dos palitos por grupo encontra-se no Quadro 1.

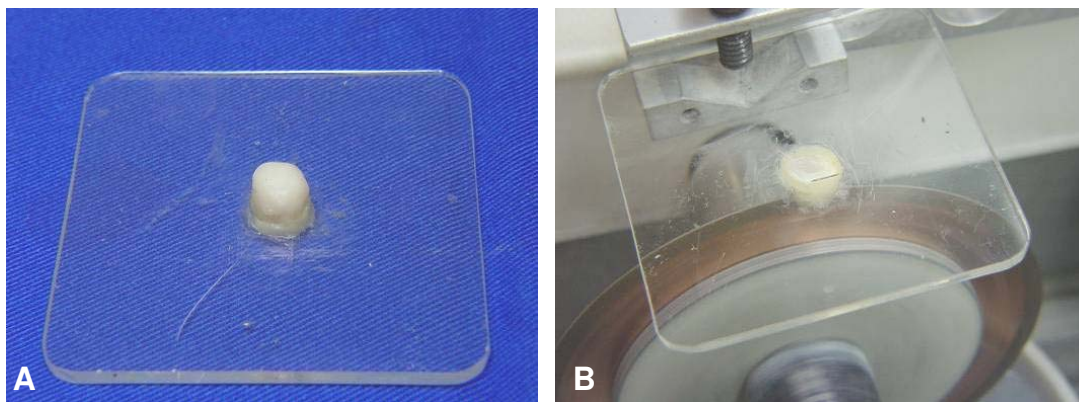


Figura 16 – A: Fixação do bloco dente/resinacomposta com cera pegajosa; e, B: Procedimento de corte dos palitos na Isomet.

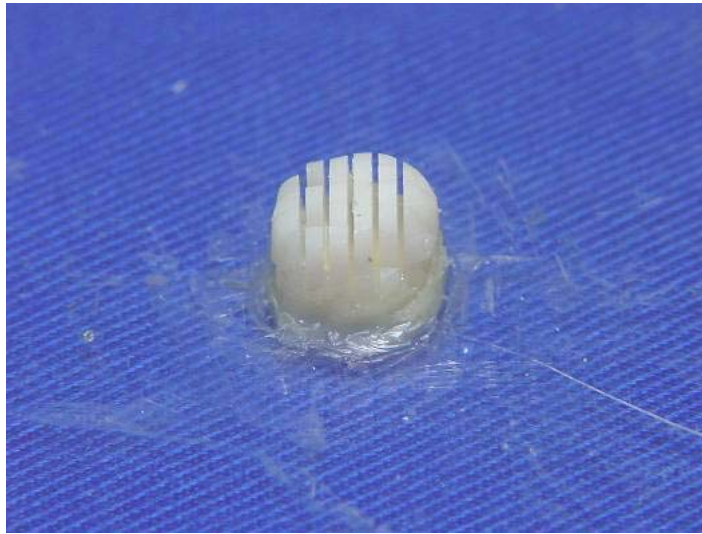


Figura 17 – Cortes seriados no sentido mésio-distal e vestibulo-lingual.



Figura 18 – Espécimes em forma de palito.

Os palitos submetidos à ciclagem dinâmica de pH e ao armazenamento em água deionizada por 140 dias foram isolados com uma camada de verniz para unha (Colorama) aplicada em toda a superfície, exceto em uma área de 1 mm<sup>2</sup> ao redor da interface adesiva, totalizando 4 mm<sup>2</sup> de material adesivo/substrato dentinário ( Figura 19 B) que foi deixada exposta à ciclagem química dinâmica (solução DES/RE) e à degradação hidrolítica (armazenagem em água deionizada por 140 dias). Os espécimes utilizados no ensaio de resistência da união à microtração imediata não receberam isolamento com verniz (Figura 19 A). Os espécimes utilizados para o desafio cariogênico foram armazenados individualmente em tubos Falcon, sendo que o volume variou de acordo com a solução e proporcionalmente à área de dentina exposta do palito (Figura 20). Os espécimes armazenados em água deionizada por 140 dias foram individualmente armazenados em *eppendorfs* contendo 1 mL de solução.

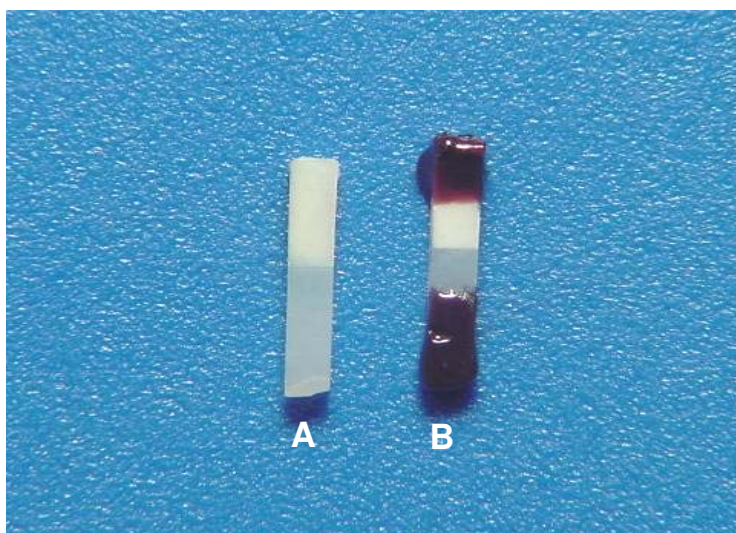


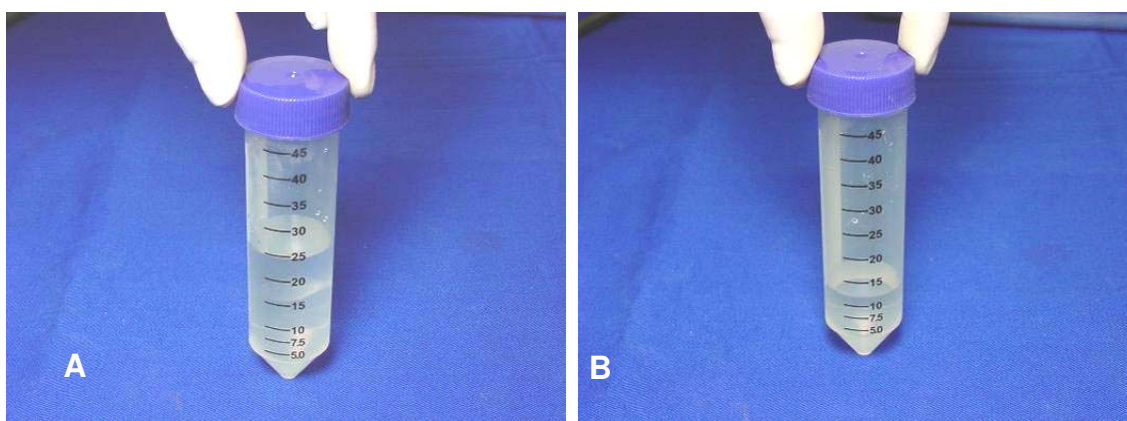
Figura 19 – A: Palito sem recobrimento com verniz; B: Palito recoberto com verniz 1 mm aquém da interface de união material adesivo/substrato dentinário.

#### 4.6 – Ciclagem de pH ou desafio químico dinâmico (solução desmineralizadora e remineralizadora)

Os espécimes dos grupos G2 e G5 foram submetidos ao desafio cariogênico, empregando o modelo dinâmico de ciclagens de des-remineralização, proposto por Peris *et al.* (2007), considerado de baixo risco à cárie.

A ciclagem de pH foi realizada em quatro ciclos de 24 horas. Os espécimes foram armazenados individualmente em tubos Falcon à temperatura de 37°C, por 4 horas em solução desmineralizante e por 20 horas em solução remineralizante. A cada troca de solução os espécimes foram lavados com água deionizada, secos em papel absorvente e retornados à solução, até completar os quatro ciclos.

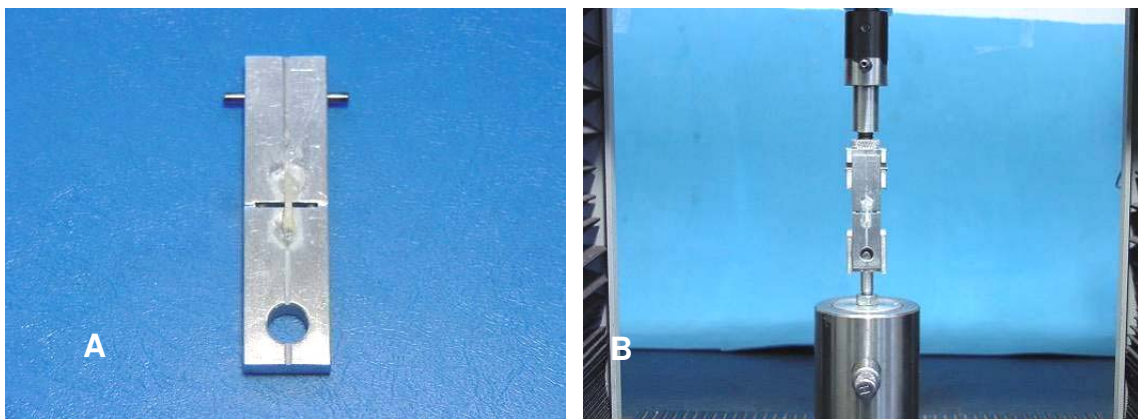
A solução desmineralizante era composta por 2,0 mM Ca; 2,0 mM P em solução tampão de 74 mM de acetato em pH 4,3 (6,25 mL de solução DES/mm<sup>2</sup> de dentina exposta), constituindo um volume de 25 mL de solução. A solução remineralizante era constituída de 1,5 mM Ca; 0,9 mM P em solução tampão Tris (hidroximetil aminometano) de 20,0 mM em pH 7,0 (3,125 mL de solução RE/mm<sup>2</sup> de dentina exposta), constituindo um volume de 12,5 mL de solução (Peris *et al.*, 2007) (Figura 20 B).



Figuras 20 - A: Volume da solução DES (25 mL); B: Volume da solução RE (12,5 mL).

#### 4.7 – Ensaio de resistência de união à microtração

Após a remoção dos espécimes da ciclagem dinâmica de pH e do armazenamento em água deionizada por 140 dias, estes foram lavados com água, secos com papel absorvente e fez-se a remoção da camada de verniz para unha com uma cureta periodontal. Em seguida, os espécimes foram individualmente fixados pelas extremidades no dispositivo de microtração “Geraldeli” (Figura 21 A), com auxílio de adesivo à base de cianocrilato (Zapit, Dental Ventures of Ameica Inc., Corona, CA, Estados Unidos), de modo a posicionar a área de adesão perpendicularmente ao longo eixo da força de tração (Figura 21 B). Para acelerar o endurecimento do adesivo foi aplicado um “spray” acelerador (Loctite 7455 Activator, Loctite Espana S.L., Navalcarnero, Madri, Espanha). Posteriormente, o dispositivo de “Geraldeli” com os espécimes foi adaptado em máquina de ensaio universal (Instron 4411, Instron Corporation, Canton, MA, Estados Unidos) a velocidade de 0,5 mm/min até ocorrer fratura. Os valores máximos de resistência da união, em quilograma-força (Kgf), foram registrados no momento da fratura.



Figuras 21 - A: Fixação do palito no dispositivo “Geraldeli”; B: Dispositivo com o palito posicionado na Instron.

Em seguida, as duas porções fraturadas foram removidas do dispositivo e a área de secção transversal de cada palito foi medida com paquímetro digital (Starret 727, Starrett Indústria e Comércio Ltda., Itu, SP, Brasil). Os dados foram coletados para os cálculos da resistência de união em megapascal (MPa), de acordo com a seguinte fórmula:

$$R_t = F/A$$

R<sub>t</sub> – Resistência à microtração (kgf/cm<sup>2</sup>)

A – Área de união do espécime em mm<sup>2</sup> / 100 = (cm<sup>2</sup>)

F – Força aplicada no ensaio - kgf

Para conversão em MPa – R<sub>t</sub> em Kgf/cm<sup>2</sup> x 0,098 = MPa.

#### 4.8 – Análise do padrão de fratura (MEV)

Após o teste de resistência da união à microtração, as duas metades dos espécimes fraturados foram fixadas em “stubs” metálicos com auxílio de fita, dupla face de carbono (Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 – USA), lavados em banho de ultra-som com água destilada por 10 minutos e o excesso de água removido com lenço de papel.

Após armazenamento em dissecador contendo sílica gel durante 2 horas em estufa a 40°C, os espécimes foram cobertos com ouro em uma metalizadora a vácuo (Dentun Vaccun Desk II: Dentun Vaccum LLC, Moorestown, NJ, USA). As amostras fraturadas foram examinadas em microscópio eletrônico de varredura (JEOL, 5600 LV, Japão), com aumento de 90, 500 e 1000 vezes, e os modos de falha foram classificados como seguem: CM - falha coesiva no material (sistema



adesivo ou resina composta); CD – falha coesiva na dentina; A – falha adesiva; e, M – falha mista (associação de dois ou mais modos de fratura).

A porcentagem de cada modo de fratura foi calculada de acordo com a frequência observada em cada grupo experimental.

#### 4.9 – Análise quantitativa de flúor liberado nas soluções de armazenagem

Para avaliar a concentração de flúor nas soluções DES, RE e água deionizada, soluções padrões foram preparadas a partir da solução de fluoreto de sódio com concentrações de 0,01562; 0,03125; 0,0625; 0,125; 0,25 e 0,5 ppm F , nas quais foram adicionadas TISAB III (Total Ionic Strength Adjustment Buffer; Termo Orion, Beverly, MA, USA) na ordem para obtenção da curva de calibração do aparelho.

A concentração de flúor foi detectada usando um eletrodo ORION 96-09 conectado ao potenciômetro (Orion EA – 940, Orion Research Inc., Boston, MA 02129) (Figura 22).

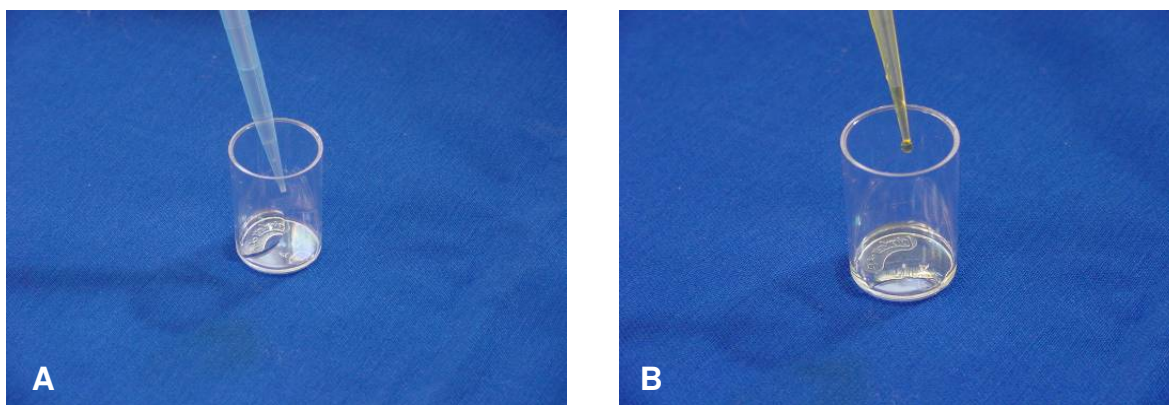


Figura 22 – Eletrodo específico para flúor conectado a um potenciômetro.

Foram utilizados oito palitos (n=08), dois de cada dente, os quais utilizaram o sistema adesivo Clearfil Protect Bond (PB). Estes palitos foram submetidos à ciclagem de pH proposta por Peris *et al.* (2007), como descrito anteriormente. Os espécimes foram armazenados em *ependorffs* com 1 mL da solução DES e RE.

Quatro leituras foram feitas por palito/dia, duas leituras da solução DES e duas da solução RE, totalizando dezesseis leituras da solução DES e dezesseis da solução RE, ao final do ciclo.

A concentração de flúor nas soluções DES e RE foram obtidas coletando-se 0,5 mL dessa solução e adicionando-se a 0,05 mL de TISAB III (Figuras 23 A e 23 B).



Figuras 23 – A: 0,5 mL da solução DES, RE ou Água Deionizada; e, B: 0,05 mL de TISAB III.

Em seguida, misturou a solução ao TISAB III em um agitador automático (AP 56) (Figura 24). A leitura de cada amostra foi registrada em milivolt (mV) e transformada em  $\mu\text{gF/ml}$  (ppm F) através da regressão linear da curva de calibração.



Figura 24 – Agitador automático.

A mensuração de flúor nas soluções DES e RE antes da ciclagem de pH foi subtraída das mensurações observadas após ciclagem de pH.

Além disso, analisou-se a liberação de flúor dos palitos armazenados em água deionizada ( $n=23$ ) por 140 dias, as quais utilizaram o sistema adesivo Clearfil Protect Bond (PB). Os espécimes foram armazenados individualmente em *ependorffs* com 1 mL de água deionizada, a qual foi trocada semanalmente. As leituras foram feitas no primeiro, segundo, terceiro, quarto e trigésimo dias, utilizando 0,5 mL de água deionizada e 0,05 mL de TISAB III (Figuras 23: A e B).

#### **4.10 – Análise estatística**

Inicialmente foi realizada análise exploratória e descritiva dos dados, constatando-se que os resultados da resistência da união atendem as pressuposições de uma análise paramétrica. Foi então aplicada análise de variância (ANOVA) em esquema de parcela subdividida, sendo as parcelas representadas pelos adesivos e as subparcelas pelos armazenamentos. Para os efeitos que apresentaram significância estatística na ANOVA foi realizado teste de Tukey para as comparações múltiplas. As variáveis, quantidade de flúor na

solução e quantidade de flúor na água, não atenderam as pressuposições da análise paramétrica, sendo então aplicado teste não paramétrico de Friedman e teste não paramétrico de comparações múltiplas. Todas as análises foram realizadas considerando o nível de significância de 5%.

## 5 – RESULTADOS

### 5.1. – *Resistência da união*

A Tabela 2 e a Figura 25 mostram a comparação das médias de resistência à microtração da união dos sistemas adesivos Clearfil Protect Bond (PB) e Clearfil SE Bond (SE). Nenhuma diferença estatística foi observada entre o sistema adesivo Clearfil Protect Bond (PB) e o sistema Clearfil SE Bond (SE) ( $p=0,1338$ ).

A Tabela 3 e a Figura 26 mostram a comparação das médias de resistência à microtração da união nos tratamentos imediato, ciclagem dinâmica de pH (solução DES/RE) e armazenagem em água deionizada por 140 dias. Quando os três tratamentos foram comparados, independente do sistema adesivo, observou-se diferença estatística significativa ( $p=0,0353$ ) entre o imediato e a armazenagem em água por 140 dias, este com menor média de resistência da união. Nenhuma diferença estatística ( $p>0,05$ ) foi observada entre o imediato e a ciclagem de pH (solução DES/RE) e entre este e a armazenagem em água por 140 dias.

Tabela 2 – Valores médios de resistência da união à microtração (MPa) em função dos sistemas adesivos, independente do tratamento realizado.

<b>Sistemas Adesivos</b>	<b>Resistência da união (MPa)</b>
PB	28,9 (10,8) A
SE	25,6 (10,3) A

Médias seguidas por letras iguais na vertical não diferem entre si pelo teste de Tukey ( $p \leq 0,05$ ). ( ) Desvio padrão.

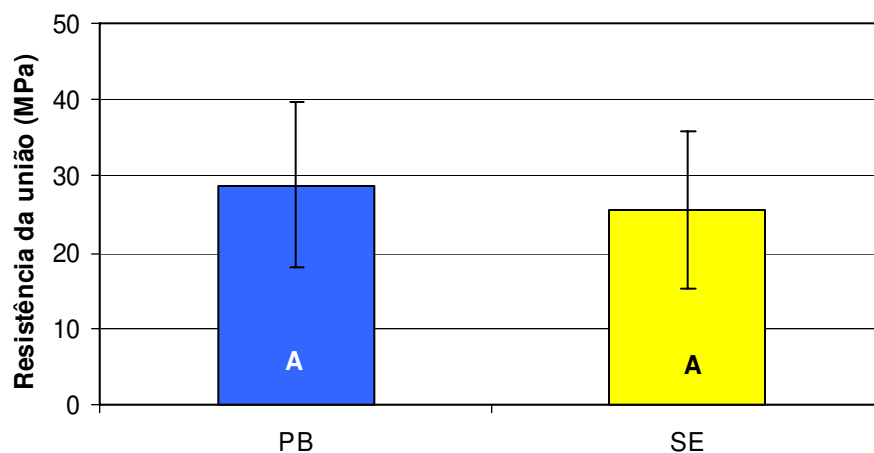


Figura 25 – Ilustração gráfica dos valores médios (colunas) e desvio padrão (barras) de resistência da união à microtração (MPa) em função dos sistemas adesivos, independente do tratamento realizado.

Tabela 3 – Valores médios de resistência da união à microtração (MPa) em função dos diferentes tratamentos, independente dos sistemas adesivos.

<b>Tratamento</b>	<b>Resistência da união (MPa)</b>
Imediato	29,2 (9,9) a
Ciclagem de pH	28,8 (9,8) ab
Água – 140 dias	24,3 (11,5) b

Médias seguidas por letras distintas na vertical diferem entre si pelo teste de Tukey ( $p \leq 0,05$ ). ( ) Desvio padrão.

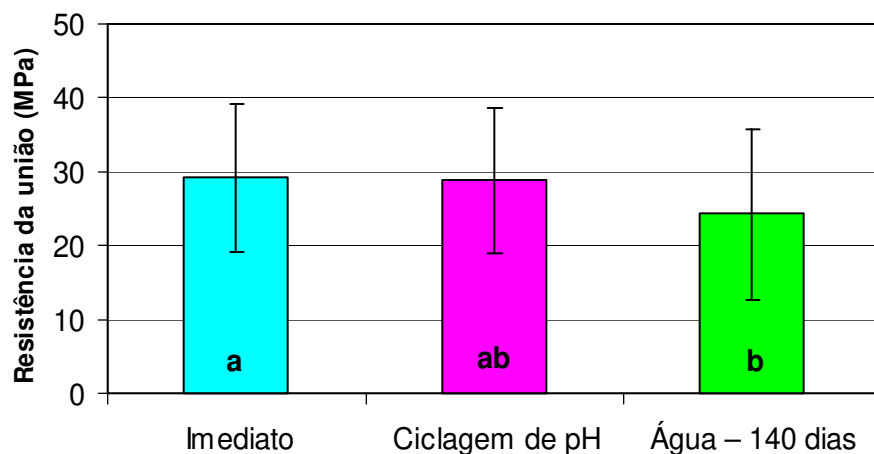


Figura 26 – Ilustração gráfica dos valores médios (colunas) e desvio padrão (barras) de resistência da união à microtração (MPa) em função dos diferentes tratamentos, independente dos sistemas adesivos.

## 5.2. – Avaliação do padrão de fratura

A Tabela 4 e a Figura 27 representam as porcentagens dos tipos de padrão de fratura encontrados para os sistemas adesivos Clearfil Protect Bond (PB) e Clearfil SE Bond (SE).

Os padrões de fratura mostram que a maioria das amostras fraturou coesivamente no material, tanto para o grupo imediato quanto para o armazenado em água deionizada por 140 dias (Figura 27). No grupo submetido à ciclagem dinâmica de pH (soluções DES/RE), a maioria das amostras apresentou fratura mista (Figura 27). Nas figuras 28, 29, 30 e 31 estão ilustrados os tipos de fraturas analisados nesse estudo.

Tabela 4 – Padrão de fratura (%) para os sistemas adesivos Clearfil Protect Bond (PB) e Clearfil SE Bond (SE) dentro de cada tratamento.

Tratamento	Sistemas Adesivos	Padrão de Fratura (%)			
		CM	CD	A	M
Imediato	PB	62	10	--	28
	SE	67	5	--	28
Ciclagem de pH	PB	43	4	--	53
	SE	15	4	--	81
Água - 140 dias	PB	56	9	5	30
	SE	66	--	--	34

CM - falha coesiva no material; CD – falha coesiva na dentina; A – falha adesiva; e, M – falha mista (associação de dois ou mais modos de fratura).



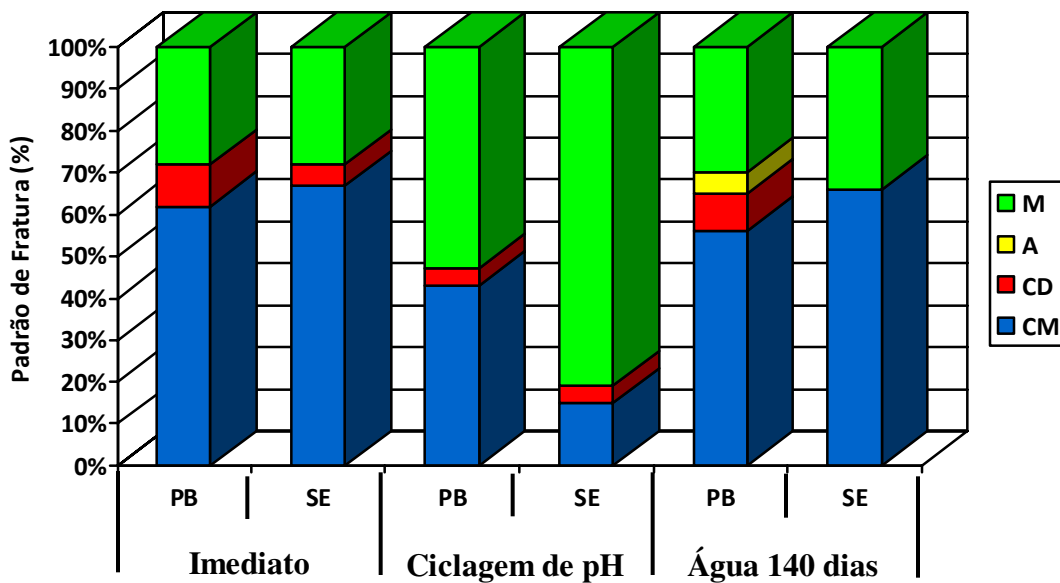


Figura 27 – Ilustração gráfica do padrão de fratura (%) para os sistemas adesivos Clearfil Protect Bond (PB) e Clearfil SE Bond (SE) dentro de cada tratamento.

As amostras submetidas às soluções DES/RE apresentaram falha adesiva nas bordas da interface da união do espécime (Figura 28 - II), provavelmente devido ao enfraquecimento da dentina marginal causada pela desmineralização durante a ciclagem dinâmica de pH. Esses espécimes foram classificados como sendo sítios de falha mista.

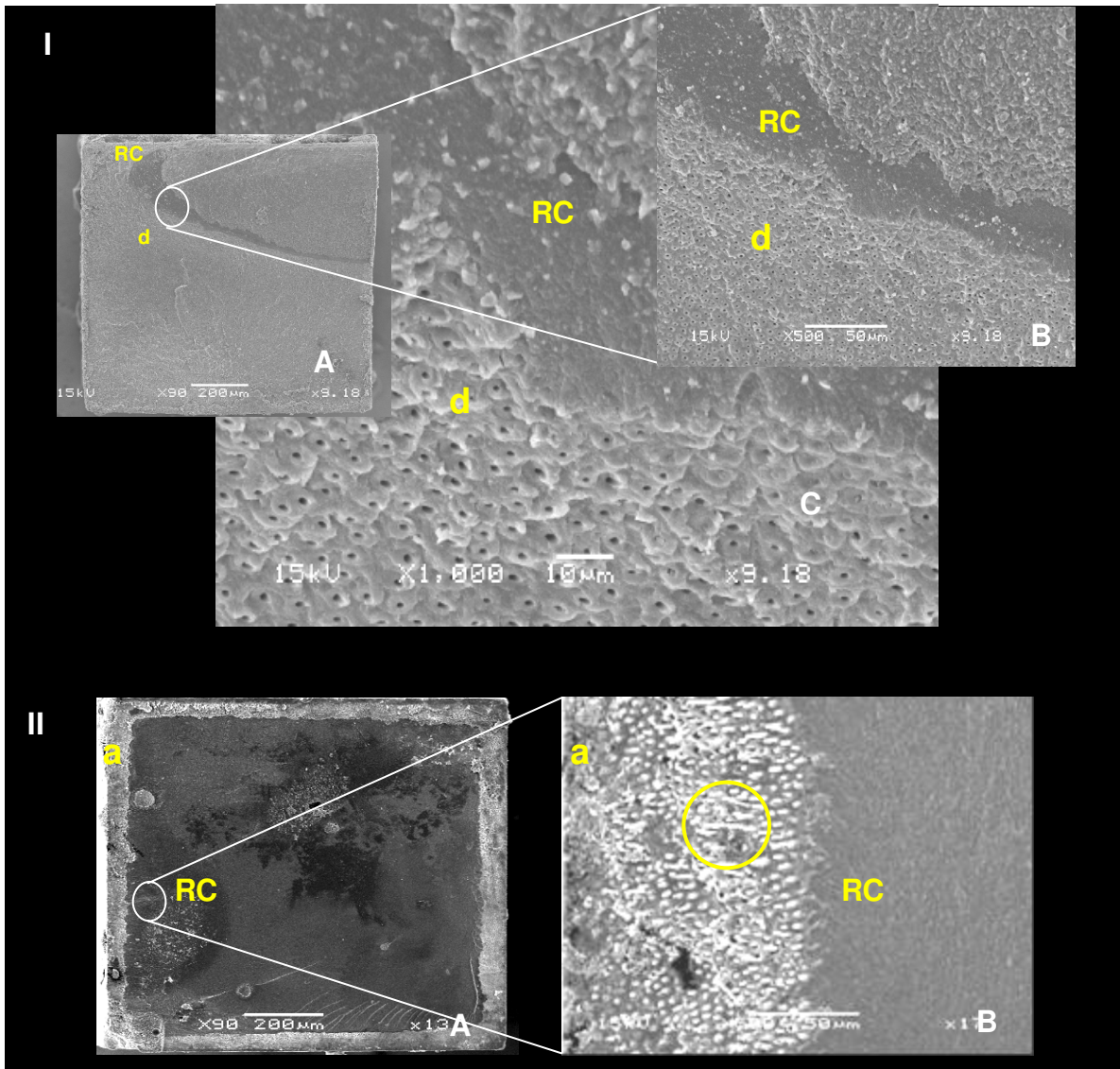


Figura 28 – (I) Microscopia ilustrativa do padrão de falha mista: A – x 90; B – x 500; C – x 1000. (II) Microscopia ilustrativa do padrão de falha mista. A – x 90; B – x 500; (a) - falha adesiva na borda da interface da união vista no espécime fraturado oposto à dentina. (Círculo) - Observar a presença de prolongamentos resinosos (*resin tags*). (RC) - resina composta; (d) – dentina.

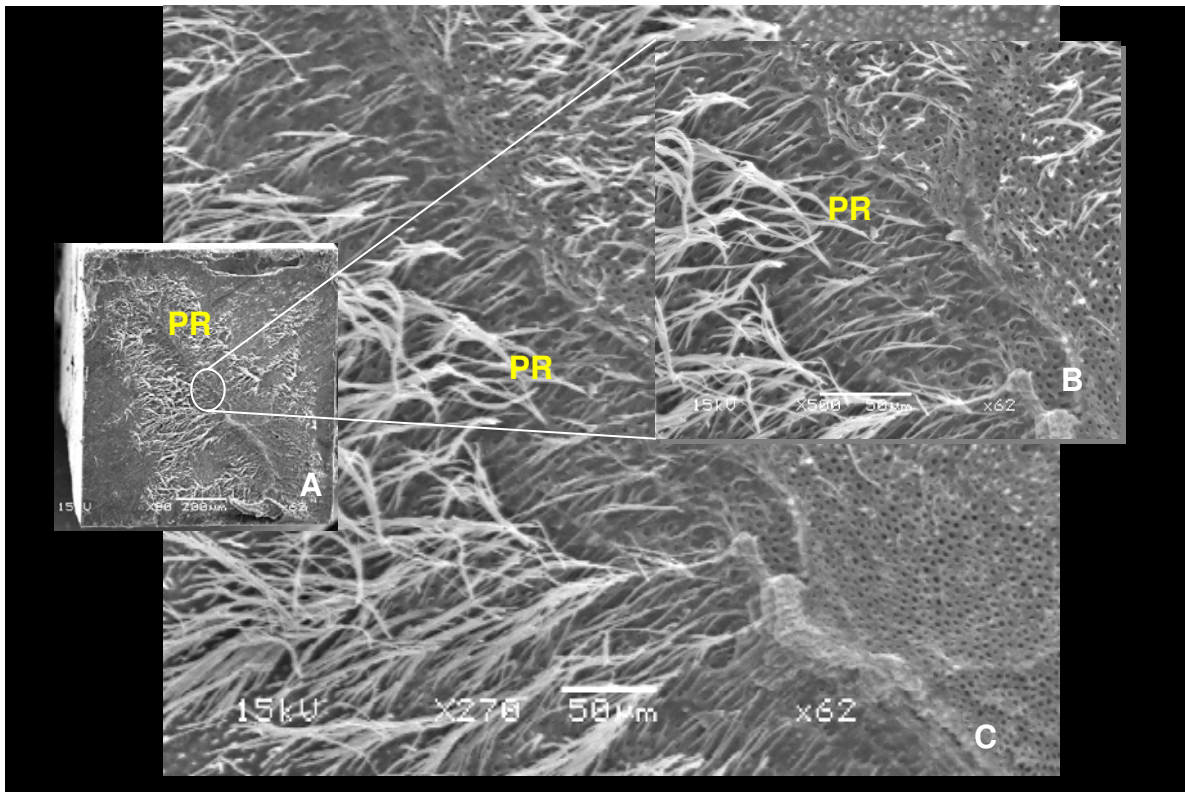


Figura 29 – Microscopia ilustrativa do padrão de falha adesiva, vista a partir do sítio de resina: A –x 90; B – x 500; e, C – x 270. (PR) – prolongamentos resinosos (*resintags*).

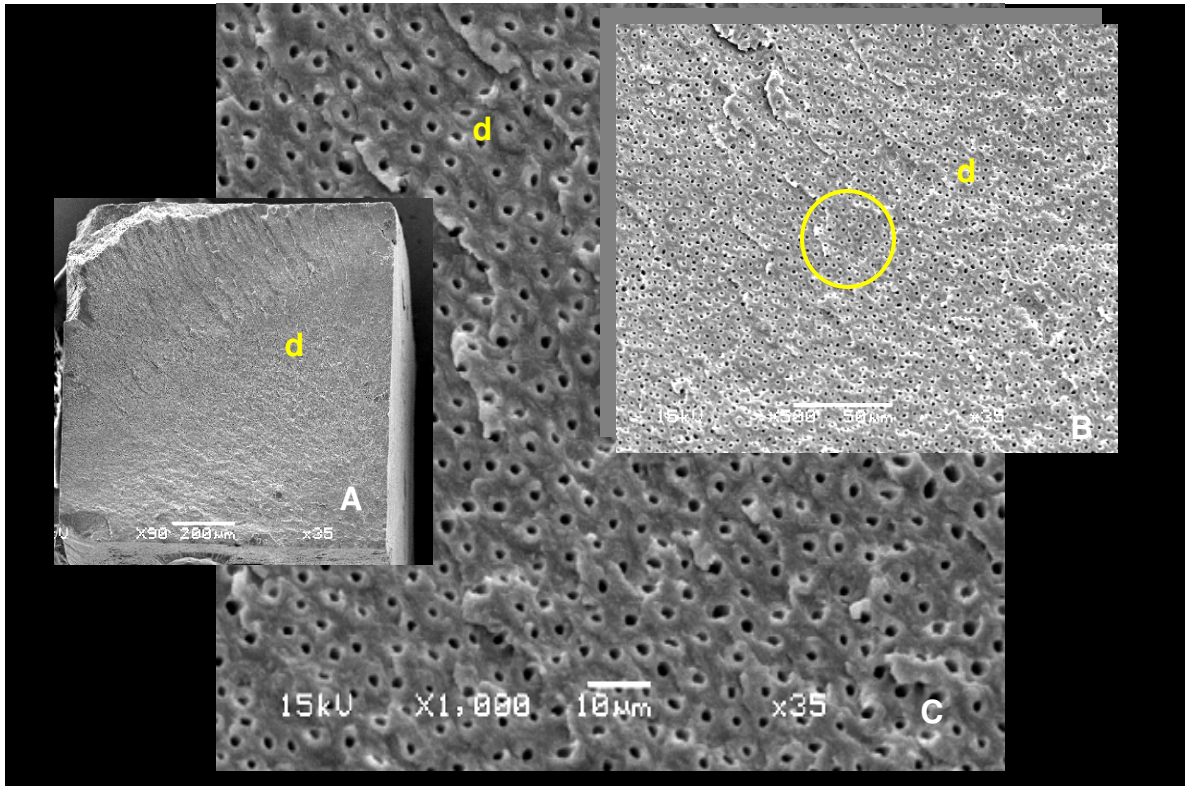


Figura 30 – Microscopia ilustrativa do padrão de falha coesiva na dentina: A – x 90; B – x 500; e, C – x 1000. (d) – superfície da dentina fraturada em diferentes níveis, caracterizando a falha coesiva na dentina (círculo).

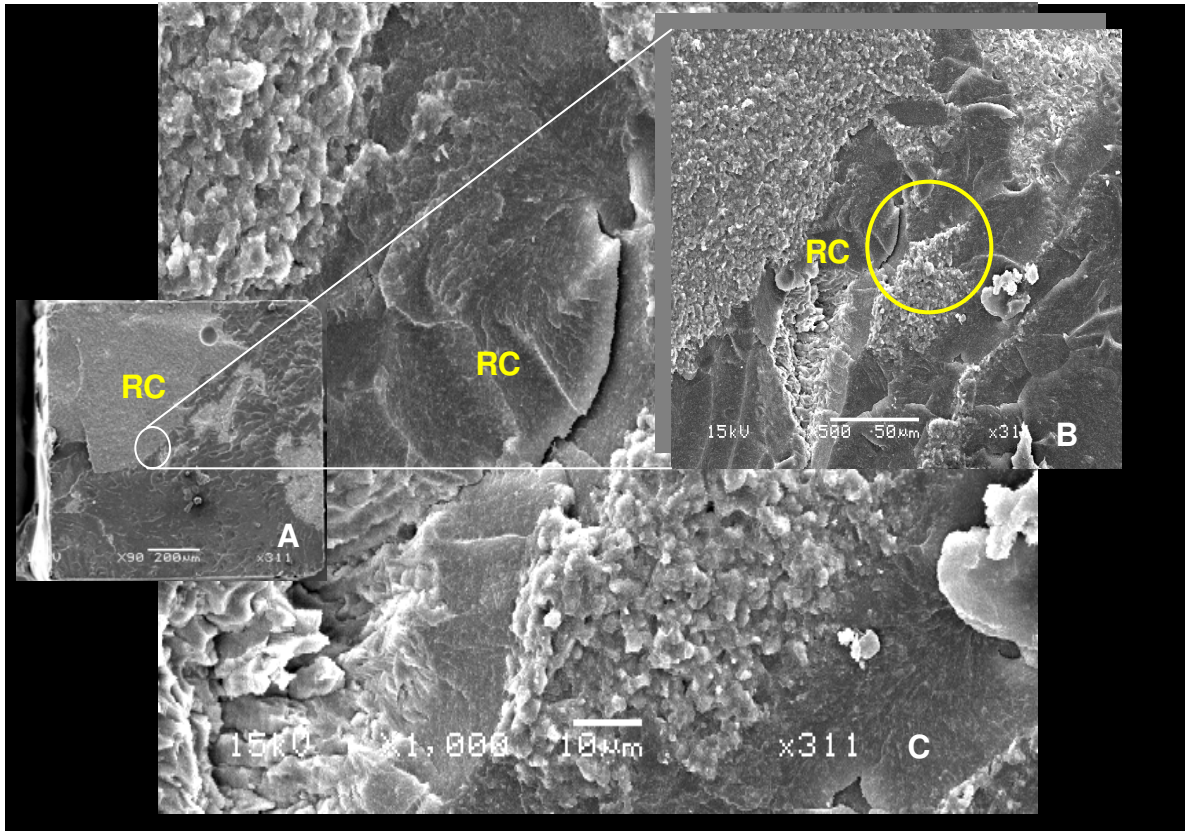


Figura 31 – Microscopia ilustrativa do padrão de falha coesiva no material: A – x 90; B – x 500; e, C – x 1000. (RC) – superfície da resina composta fraturada em diferentes níveis, caracterizando a falha coesiva na resina composta (círculo).

### 5.3. – Quantificação de flúor

#### 5.3.1 – Ciclagem de pH (Solução DES/RE)

De acordo com a Tabela 5 e a Figura 32, observa-se que o valor mínimo e máximo de flúor liberado na solução DES foi de 0,01 e 0,03 ppm F, respectivamente. Já, para a solução RE, o valor mínimo e máximo foi de 0 e 0,01 ppm F, respectivamente. A liberação de flúor na solução DES para os quatro dias de tratamento foi estatisticamente superior ( $p < 0,05$ ) à solução RE nos terceiro e quarto dias. Nenhuma diferença estatística ( $p > 0,05$ ) foi observada na taxa de flúor liberado no primeiro e no segundo dia de tratamento na solução RE, a qual não diferiu estatisticamente da solução DES nos quatro dias de tratamento e em relação ao terceiro e quarto dia da solução RE. O sistema adesivo Clearfil Protect Bond (PB) liberou quantidade de flúor inferior a 0,03125 ppm F nas soluções DES e RE em todo o ciclo de tratamento.

Tabela 5 – Quantidade de flúor (ppm F) liberada pelo sistema adesivo Clearfil Protect Bond (PB) na solução DES/RE.

<b>Dia</b>	<b>Mediana</b>	<b>Valor mínimo</b>	<b>Valor máximo</b>
<b>1 DES</b>	0,01 a	0,01	0,03
<b>2 DES</b>	0,01 a	0,01	0,02
<b>3 DES</b>	0,01 a	0,01	0,02
<b>4 DES</b>	0,01 a	0,01	0,02
<b>1 RE</b>	0,005 ab	0	0,01
<b>2 RE</b>	0 ab	0	0,01
<b>3 RE</b>	0 b	0	0
<b>4 RE</b>	0 b	0	0

Médias seguidas por letras distintas na vertical diferem entre si pelo teste de Friedman e teste não paramétrico de comparações múltiplas ( $p \leq 0,05$ ).

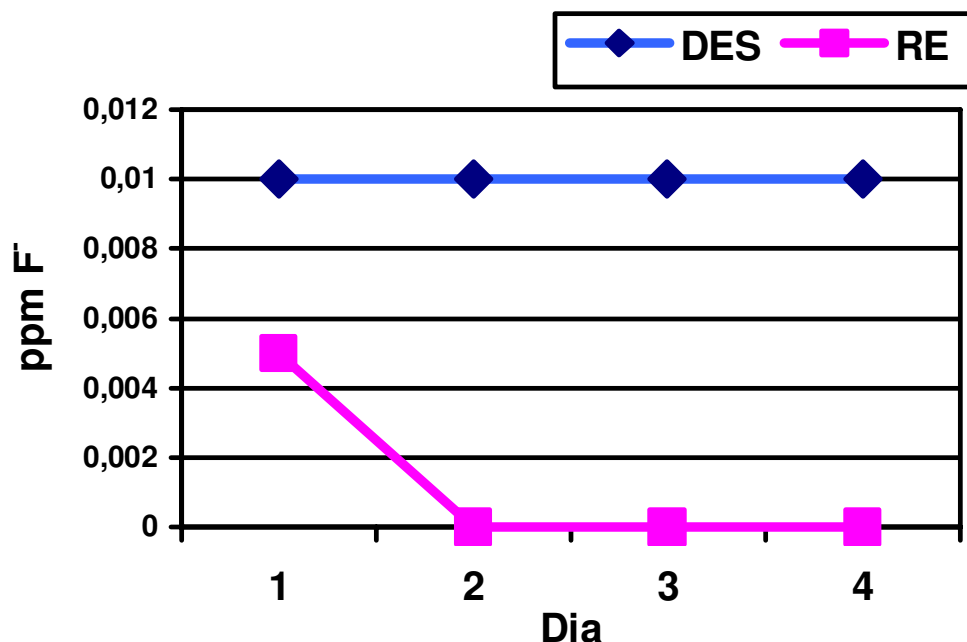


Figura 32 – Ilustração gráfica da quantidade de flúor (ppm F) liberada pelo sistema adesivo Clearfil Protect Bond (PB) na solução DES/RE.

### 5.3.2. – Água deionizada

A Tabela 6 mostra que nenhuma diferença estatística foi encontrada em relação à quantidade de flúor liberada em água deionizada nos períodos de armazenamento ( $P=0,0687$ ).

Tabela 6 – Quantidade de flúor (ppm F) liberada pelo sistema adesivo Clearfil Protec Bond (PB) em água deionizada.

Dia	Mediana	Valor mínimo	Valor máximo
1	0	0	0,01
2	0	0	0
3	0	0	0
4	0	0	0
30	0	0	-0,01

$P=0,0687$

## 6 – DISCUSSÃO

As restaurações com resina composta tem sido o material de escolha na Odontologia Restauradora para a confecção de restaurações diretas. Porém, um dos grandes problemas associado a este tipo de material é a contração de polimerização, que pode provocar o aparecimento de fendas marginais, causando selamento marginal deficiente e microinfiltração (Hashimoto *et al.*, 2008). Esses fatores podem levar à degradação da união entre a resina composta, o adesivo e a estrutura dental (Burrow *et al.*, 1996; Sano *et al.*, 1999; Hashimoto *et al.*, 2000; Armstrong *et al.*, 2003; Carrilho *et al.*, 2004; Toledano *et al.*, 2007). Assim, diversas pesquisas têm sido desenvolvidas com a finalidade de entender os mecanismos da união ao substrato dentário e promover união mais estável (Nakajima *et al.*, 1995; Ferracane *et al.*, 1998; Prati *et al.*, 1998; Pashley *et al.*, 1999; Prati *et al.*, 2000; Nakajima *et al.*, 2003).

Durante o procedimento restaurador, a camada híbrida torna-se importante para manter a estabilidade e a durabilidade da união (Nakajima *et al.*, 2003). De acordo com Prati *et al.* (2000), a presença do colágeno não infiltrado ao redor da margem das restaurações pode reduzir a capacidade de selamento dos sistemas adesivos, gerando espaços e fendas marginais, os quais podem reduzir a durabilidade da união com o passar do tempo. Diversos estudos têm verificado o selamento marginal e a resistência da união das restaurações diretas confeccionadas com resina composta (Nakajima *et al.*, 1995; Ferracane *et al.*, 1998; Prati *et al.*, 1998; Pashley *et al.*, 1999; Nakajima *et al.*, 2003).

Alguns estudos mostraram que o flúor é capaz de impedir o desenvolvimento da lesão de cárie dentária, através da inibição da desmineralização no esmalte e na dentina (Featherstone *et al.*, 1986; Ten Cate, 1990; Francci *et al.*, 1999; Torii *et al.*, 2001; Itota *et al.*, 2002). Assim, a adição de fluoretos em compósitos e sistemas adesivos tem sido utilizada com a finalidade de promover aumento na resistência da união e reduzir a formação de cárie secundária (Palma *et al.*, 1996; Kawai *et al.*, 1997; Francci *et al.*, 1999; Ittagarun *et al.*, 2004; Tay *et al.*, 2004).



Em função disso, neste estudo foram utilizados dois sistemas adesivos, um com flúor (Clearfil Protect Bond – PB) e outro sem flúor (Clearfil SE Bond – SE), observando-se que não houve diferença estatística nos valores de resistência à microtração entre os sistemas adesivos, independente do tratamento realizado (Tabela 2 e Figuras 25). Esses resultados concordam com os de Imazato *et al.* (1997; 2003; e, 2007) e Shinohara *et al.* (2006), nos quais se observou que a incorporação do MDPB ao primer dentinário e fluoreto de sódio no sistema adesivo Clearfil Protect Bond não acarretou em qualquer efeito adverso na resistência da união ou na polimerização dos sistemas adesivos, em ensaios realizados após 24 horas.

Embora não tenha sido observada diferença significativa na resistência da união entre os materiais utilizados (Tabela 2 e Figura 25), pode-se observar que o sistema adesivo Clearfil SE Bond (SE) apresentou na maioria dos espécimes submetidos à ciclagem química dinâmica degradação nas bordas do espécime, caracterizado pela fratura mista (Figura 28 II). Apesar dos baixos níveis de liberação de flúor pelo sistema adesivo Clearfil Protect Bond (PB), pode-se inferir que este propiciou certa proteção à união dentina/sistema adesivo, uma vez que muitos espécimes não apresentaram degradação na borda, produzida pela ciclagem química dinâmica.

A pequena concentração de flúor encontrada pode estar relacionada com o tamanho da amostra exposta nas soluções que embora constituísse uma área total de 4 mm<sup>2</sup>, a área de exposição relativa ao material (PB) era muito pequena, apenas uma “linha” na união dentina/resina composta. Na tentativa de contornar essas limitações, alguns autores (Ferracane *et al.*, 1998; Francci *et al.*, 1999; Itota *et al.*, 2002; Han *et al.*, 2002) confeccionaram macro-modelos de discos de sistemas adesivos, porém essa metodologia não simula a condição no qual o material encontra-se presente em uma restauração. Além disso, Toba *et al.* (2003), sugeriram que o flúor presente nos sistemas adesivos apresenta-se rodeado pela matriz resinosa polimerizada, encontrando dificuldade para entrar em contato com a água e portanto, apresentando baixa ionização e liberação do íon flúor.

Com relação à presença de componentes que liberam flúor nos sistemas adesivos, diversos estudos (Imazato *et al.*, 1997 e 2003; Han *et al.*, 2002; Itota *et al.*, 2002, Nakajima *et al.*, 2003) mostraram a habilidade dos íons flúor em inibir a cárie secundária, prevenindo a degradação da dentina, resultando na estabilidade da união. Neste experimento, nas soluções DES/RE a quantidade de fluoreto liberada foi muito pequena (Tabela 5 e Figura 32) e na água deionizada não foi observada liberação nos períodos de armazenamento analisados. (Tabela 6). Uma possível explicação para este fato pode estar atribuída aos modos de liberação de flúor dos materiais odontológicos, os quais são dependentes do pH e do meio usado para armazenagem (Carvalho e Cury, 1999; Silva *et al.*, 2007) e a forma como este é incorporado ao material, ratificando os resultados deste experimento que identificaram maior liberação de flúor na solução desmineralizadora (pH = 4,3). Os fluoretos quando incorporados à matriz são imobilizados pela matriz polimérica, tornando mais baixa ou impedindo a liberação dos íons flúor.

Esse flúor pode reduzir a solubilidade em água do fosfato de cálcio presente na camada híbrida, resultando na estabilização da resistência da união (Nakajima *et al.*, 2003). Ressalta-se que no presente estudo não foi verificado este efeito quanto à resistência da união, uma vez que a liberação de flúor foi reduzida ou nula (Tabelas 5 e 6 e Figura 32), porém, observou-se menor alteração na união, identificando-se que embora os valores de resistência da união não tenham sido alterados entre os sistemas adesivos, houve melhor preservação da área de união nos grupos com o sistema adesivo Clearfil Protect Bond (PB) (Figura 28 I).

Quando os três tratamentos foram comparados, independente do sistema adesivo, foi observado que o tratamento imediato apresentou valores de resistência da união estatisticamente superiores à armazenagem em água deionizada por 140 dias (Tabela 3 e Figura 26). Nenhuma diferença estatística foi encontrada entre o grupo imediato e a ciclagem dinâmica de pH e deste com o armazenamento em água deionizada por 140 dias (Tabela 3 e Figura 26).

No presente estudo quando o tratamento imediato e a ciclagem dinâmica de pH foram comparados, independente do sistema adesivo, nenhuma diferença estatística foi observada (Tabela 3 e Figura 26), diferindo dos resultados do estudo

de Peris *et al.*, 2007, no qual os valores de resistência da união foram reduzidos significativamente após a ciclagem dinâmica de pH. Isso pode ter ocorrido em função do substrato não ser o mesmo nos dois estudos, ou seja, dente humano e dente bovino. Outra explicação pode estar relacionada com a formação de uma zona de inibição próxima a interface adesiva, denominada *ácido-resistente*, capaz de resistir ao ataque ácido durante a ciclagem dinâmica de pH (Itota *et al.*, 2002). Esta zona de inibição pode ser ocasionada pelos sistemas adesivos com flúor e, em menor evidência, nos sistemas adesivos sem flúor, em função da camada híbrida (Torii *et al.*, 2001; Itota *et al.*, 2002). Provavelmente, a zona denominada de *ácido-resistente*, foi capaz de manter a resistência da união similar para os dois sistemas adesivos.

Por outro lado, a desmineralização causada ao redor da área de união pela ciclagem dinâmica de pH, como pode ser visualizada na Figura 28 II, foi capaz de enfraquecer a dentina nesta região, porém, não suficientemente para interferir na resistência da união. Para o sistema adesivo Clearfil SE Bond (SE), este tipo de ocorrência (Figura 28 II) foi encontrada com maior frequência (fratura mista - 81%), pois este adesivo não possui flúor na sua composição. Já, para o sistema adesivo Clearfil Protect Bond, o qual contém flúor, o número de espécimes com degradação na borda da união (Figura 28 II) foi reduzida, com as fraturas apresentando falhas coesivas no material (43%) e mista (53%). Apesar do enfraquecimento dentinário na borda da união pôde-se observar neste estudo que a resistência da união não foi diferente para os dois sistemas adesivos. Isso provavelmente ocorreu em função da ciclagem dinâmica de pH considerada de baixo desafio, não ter promovido alto estresse sobre a interface da união em sua totalidade, apenas confinada às bordas do espécime. De acordo com White (1995), espera-se que o método simulado para formação da lesão de cárie dentária (ciclagem dinâmica de pH) seja semelhante ao natural; entretanto, este método apresenta limitações, principalmente em função de não simular as condições biológicas do processo de desenvolvimento da lesão cárie dentária natural.

Outro fator a ser considerado é a durabilidade da união formada entre o sistema adesivo e a estrutura dentária, a qual pode reduzir com o tempo. No presente estudo, observou-se que houve redução na resistência de união quando as amostras foram armazenadas em água deionizada por 140 dias em relação ao grupo imediato para os dois sistemas adesivos (Tabela 3 e Figura 26). Esses resultados confirmam os de Burrow *et al.*, 1996; Sano *et al.*, 1999; Hashimoto *et al.*, 2000; Armstrong *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2003; Hashimoto *et al.*, 2003; Carrilho *et al.*, 2004; Pashley *et al.*, 2004; Carrilho *et al.*, 2005; Garcia *et al.*, 2007; Toledano *et al.*, 2007, que observaram degradação da interface resina/dentina após o armazenamento em água por longo período, atribuída principalmente à degradação hidrolítica do adesivo e/ou das fibras colágenas. Burrow *et al.* (1996) verificaram redução na resistência da união em função da hidrólise ocorrida na interface de união resina/camada híbrida. Sano *et al.* (1999) demonstraram que a fratura na interface de união resina/dentina obtidas com o sistema adesivo após armazenamento por 1 ano, mostrou aumento na quantidade de poros com o tempo; porém, não alterando a resistência da união. De acordo com os autores, o aumento da quantidade de poros na interface de união com o tempo pode ocorrer pela nanoinfiltração que se desenvolveria no interior da camada híbrida. Entretanto, os resultados diferiram daqueles obtidos por Nakajima *et al.*, 2003 e Donmez *et al.*, 2005 que não observaram diferentes resultados para o adesivo com flúor (Clearfil Protect Bond) após 6 meses e 1 ano de armazenamento, respectivamente, e para o Clearfil SE (sem flúor) houve redução dos valores da resistência da união. Deve-se considerar que Donmez *et al.* (2005) utilizaram como base uma resina contendo flúor (Protect Liner F), incrementando assim, a quantidade de flúor presente. Essa diferença entre os resultados pode ter ocorrido em função da ausência ou baixa liberação de flúor encontrada no presente estudo. Dessa forma, os adesivos de composição similar apresentaram o mesmo comportamento frente ao armazenamento.

A sorção de água no interior da interface da união dente/resina composta tem sido um dos fatores que predispõem a degradação da união (Tanaka *et al.*, 1999). De acordo com Bellenger *et al.* (1989), a absorção de água pode ocorrer,

segundo duas teorias, de modo simultâneo: teoria da interação, na qual as moléculas se difundem no material e se ligam aos grupamentos hidrófilos; e a teoria do volume livre, na qual as moléculas de água difundem-se através das porosidades do material. Após o procedimento restaurador de um dente, os sistemas adesivos são expostos aos fluidos dentinários e salivares. As características da solubilidade e da sorção de água dos sistemas adesivos são importantes para determinar a longevidade e qualidade marginal das restaurações (Reis, 2005 e 2008). Os “*water plays*” são importantes no processo quando se analisa a degradação química dos materiais poliméricos (Gopferich, 1996). Desse modo, os sistemas adesivos hidrófobos tendem a absorver menor quantidade de água, apresentando menor velocidade na degradação. Burrow *et al.* (1999) relataram que o sistema adesivo absorve quantidade de água significativa podendo afetar a longevidade e a qualidade marginal das restaurações. A hidrólise da resina deve-se também ao menor grau de conversão dos monômeros e de ligações cruzadas, durante o procedimento de polimerização (Shono *et al.*, 1999). A porção da camada híbrida que promove redução da longevidade da restauração parece ser a resina no interior do espaço interfibrilar. Além disso, o grau de hidrofilia e a estabilidade física dos sistemas adesivos no meio bucal dependem de outras propriedades da estrutura polimerizada. Por outro lado, alguns fatores importantes como o grau de conversão dos monômeros (Ferracane *et al.*, 1998), a quantidade de ligações cruzadas dentro do polímero (Sideridou *et al.*, 2004) e a solubilidade em água (Sideridou *et al.*, 2004) definem a qualidade do polímero e deve ser levadas em consideração para entender o comportamento mecânico dos sistemas adesivos em tempos longos de armazenagem em água.

Embora nesse estudo não tenha sido avaliado a influência de cada componente na resistência da união à microtração, a presença de componentes que liberam flúor nos sistemas adesivos não alterou os valores de resistência de união em relação aos sistemas adesivos sem flúor. Segundo, Imazato *et al.*, 1997 e 2003; Shinohara *et al.*, 2006, o sistema adesivo Clearfil Protect Bond pode ser considerado um sistema adesivo eficaz para o uso clínico, com devida consideração à atividade antibacteriana. Além disso, o tipo de substrato utilizado

(dente humano) e a ciclagem de pH de baixo desafio podem ter influenciado nos resultados desse estudo, assim como as dimensões das amostras para analisar a quantidade de flúor liberado.

Deste modo, futuros estudos poderiam ser realizados analisando dentes humanos e ciclagem de pH de alto desafio na resistência de união de sistemas com e sem flúor, em períodos de armazenagem maiores.

## 7 – CONCLUSÃO

Dentro das limitações do presente estudo, as seguintes conclusões podem ser definidas:

1. Os sistemas adesivos não diferiram entre si em todos os tratamentos;
2. O período de armazenagem em água deionizada por 140 dias diminuiu os valores de resistência de união à microtração para os dois sistemas adesivos, quando comparado ao imediato. Não houve diferença entre o imediato e a ciclagem dinâmica de pH e entre este e a armazenagem em água deionizada por 140 dias;
3. A análise do padrão de fratura mostrou que houve predominância de falha coesiva do material para os tratamentos imediato e em água deionizada por 140 dias e falha mista para a ciclagem dinâmica de pH; e,
4. Houve liberação de flúor pelos sistemas adesivos nas soluções desmineralizadora e remineralizadora e não houve liberação em água deionizada.

## 8 – REFERÊNCIAS\*

1. AMARAL FLB, COLUCCI V, PALMA-DIBB RG, CORONA SAM. Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. *J Esthet Restor Dent* 2007; 19(6):340-54.
2. ARMSTRONG SR, VARGAS MA, FANG Q, LAFFOON JE. Microtensile bond strength of a total-etch 3-step, total-etch 2-step, self-etch 2-step, and a self-etch 1-step dentin bonding system through 15-month water storage. *J Adhes Dent* 2003 Spring; 5(1):47-56.
3. BELLENGER V, VERDU J, MOREL E. Structure-properties relationships for densely cross-linked epoxy-amine systems based on epoxide or amine mixtures. *J of Mat Science* 1989; 24(1):63-68.
4. BURROW MF, SATOH M, TAGAMI J. Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. *Dent Mater* 1996; 12:302-307.
5. BURROW MF, INOKOSHI S, TAGAMI J. Water sorption of several bonding resins. *Am J Dent* 1999; 12(6):295-8.
6. CARRILHO MRO, CARVALHO RM, TAY FR, PASHLEY DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. *Am J Dent* 2004; 17(2): 104-108.

---

\* De acordo com a norma utilizada na FOP/UNICAMP, baseada no modelo Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.



7. CARRILHO MR, CARVALHO RM, TAY FR, YIU C, PASHLEY DH. Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent* 2005; 18(6):315-19.
8. CAL E, TURKUN LS, TURKUN M, TOMAN M, TOKSAVUL S. Effect of an antibacterial adhesive on the bond strength of three different luting resin composites. *J Dent* 2006 Jul; 34(6):372-80.
9. CARVALHO AS, CURY JA. Fluoride release from some dental materials in different solutions. *Operative Dentistry* 1999; 24:14-19.
10. CHERSONI S, SUPPA P, GRANDINI S, GORACCI C, MONTICELLI F, YIU C, HUANG C, PRATI C, BRESCHI L, FERRARI M, PASHLEY DH, TAY FR. In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 2004 Jun; 83(6):459-64.
11. COURSON F, BOUTER D, RUSE ND, DEGRANGE M. Bond strengths of nine current dentine adhesive systems to primary and permanent teeth. *J Oral Rehabil* 2005 Apr; 32(4):296-303.
12. DE MUNCK J, VAN MEERBEEK B, SATOSHI I, VARGAS M, YOSHIDA Y, ARMSTRONG S, LAMBRECHTS P, VANHERLE G. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent* 2003 Dec; 16(6):414-20.
13. DE MUNCK J, VAN MEERBEEK B, YOSHIDA Y, INOUE S, VARGAS M, SUZUKI K, LAMBRECHTS P, VANHERLE G. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2003; 82(2):136-140.
14. DE MUNCK J, VAN LANDUYT K, PEUMANS M, POITEVIN A, LAMBRECHTS P, BRAEM M, VAN MEERBEEK B. A critical review of the

- durability of adhesion to tooth tissue: Methods and Results. J Dent Res 2005; 84(2):118-132.
15. DIONYSOPOULOS P, KOTSANOS N, PAPADOGIANNIS Y, KONSTANTINIDIS. Artificial secondary caries around two new F-containing restoratives. Oper Dent 1998; 23(2):81-86.
  16. DIONYSOPOULOS P, KOTSANOS N, KOLINIOTOU-KOUBIA E, TOLIDIS K. Inhibition of demineralization *in vitro* around fluoride releasing materials. J Oral Rehabil 2003 Dec; 30(12):1216-22.
  17. DONMEZ N, BELLI S, PASHLEY DH, TAY FR. Ultrastructural correlates of *in vivo/in vitro* bond degradation in self-etch adhesives. J Dent Res 2005; 84(4):355-59.
  18. FEATHERSTONE JDB, O'REILLY MM, SHARIATI M, BRUGLER S. Enhancement of remineralisation *in vitro* and *in vivo*. In: LEACH, S.A. Factors relating to demineralization and remineralisation of the teeth. Oxford: IRL Press, p.23-34, 1986.
  19. FERRACANE JL, MITCHEN JC, ADEY JD. Fluoride penetration into the hybrid layer from a dentin adhesive. Am J Dent 1998 Feb; 11(1):23-8.
  20. FERRACANE JL, BERGE HX, CONDON JR. *In vitro* aging of dental composites in water – Effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. J Biomed Mater Res 1998; 42:465-472.
  21. FRANCCI C, DEATON TG, ARNOLD RR, SWIFT EJ JR, PERDIGAO J, BAWDEN JW. Fluoride release from restorative materials and its effects on dentin demineralization. J Dent Res 1999 Oct; 78(10):1647-54.

22. GARCIA RN, DE GOES MF, GIANNINI M. Effect of water storage on bond strength of self-etching adhesives to dentin. *J Contemp Dent Pract* 2007 Nov; 8(7):46-53.
23. GOPFERICH A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomaterials* 1996; 17(2): 103-114.
24. GROSSMAN ES & MATEJKA JM. Histological features of artificial secondary caries adjacent to amalgam restorations. *J Oral Rehab* 1999; 26(9):737-744.
25. HAN L, EDWARD C, OKAMOTO A, IWAKU M. A comparative study of fluoride-releasing resin materials. *Dent Mater J* 2002; 21(1):9-19.
26. HARA AT, QUEIROZ CS, FREITAS PM, GIANNINI M, SERRA MC, CURY JA. Fluoride release and secondary caries inhibition by adhesive systems on root dentine. *Eur J Oral Sci* 2005 Jun; 113(3):245-50.
27. HASIHIMOTO M, OHNO H, ENDO K, SANO H, OGUCHI H. *In vivo* degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dental Research* 2000; 79(6):1385-1391.
28. HASHIMOTO M, OHNO H, KAGA H, SANO H, TAY FR, OGUCHI H, ARAKI Y, KUBOTA M. Over-etching effects on micro-tensile bond strength and failure patterns for two dentin bonding systems. *Journal of Dentistry* 2002; 30:99-105.
29. HASHIMOTO M, OHNO H, SANO H, KAGA M, OGUCHI H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. *J Biomed Mater Res* 2003; 66B:324-30.

30. HASHIMOTO M, DE GREE AJ, FEILZER AJ. Polymerization contraction stress in dentin adhesives bonded to dentin and enamel. *Dent Mater* 2008; 24(10):1304-10.
31. ITOTA T, NAKABO S, IWAI Y, KONISHI N, NAGAMINE M, TORII Y. Inhibition of artificial secondary caries by fluoride-releasing adhesives on root dentin. *J of Oral Rehabil* 2002; 29:523-27.
32. ITOTA T, TORII Y, NAKABO S, TASHIRO Y, KONISHI N, NAGAMINE M, YOSHIYAMA M. Effect of fluoride-releasing adhesive system on decalcified dentin. *J Oral Rehabil* 2003 Feb; 30(2):178-83.
33. ITTHAGARUN A; TAY FR; PASHLEY DH; WEFEL, JS; GARCÍA-GODOY, F; WEY, SHY. *Am J Dent* 2004 Dec; 17(6):394-400.
34. HÜR MÜZLÜ F, OZDEMIR AK, HUBBEZOGLU I, COSKUN A, SISO SH. Bond strength of adhesives to dentin involving total and self-etch adhesives. *Quintessence Int* 2007 Apr; 38(4):206-12.
35. IMAZATO S, KINOMOTO Y, TARUMI H, TORII M, RUSSELL RR, MCCABE JF. Incorporation of antibacterial monomer MDPB into dentin primer. *J Dent Res* 1997 Mar; 76(3):768-72.
36. IMAZATO S, KINOMOTO Y, TARUMI H, EBISU S, TAY FR. Antibacterial activity and bonding characteristics of an adhesive resin containing antibacterial monomer MDPB. *Dent Mater* 2003 Jun; 19(4):313-9.
37. IMAZATO S, TAY FR, KANESHIRO AV, TAKAHASHI Y, EBISU S. An *in vivo* evaluation of bonding ability of comprehensive antibacterial adhesive system incorporating MDPB. *Dent Mater* 2007 Feb; 23(2):170-6.

38. KAWAI K, HEAVEN TJ, RETIEF DH. *In vitro* dentine fluoride uptake from three fluoride-containing composites and their acid resistance. J Dent 1997 May-Jul; 25(3-4):291-6.
39. LOBO MM, PIMENTA LAF, GONÇALVES RB, BEDRAN-DE-CASTRO AKB, PEREIRA PNR. *In vitro* evaluation of caries inhibition promoted by self-etching adhesive systems containing antibacterial agents. J Biomed Res Part B: Applied Biomaterials. No prelo 2004.
40. MELLBERG JR. Hard-tissue substrates for evaluation of cariogenic and anti-cariogenic activity in situ. J Dent Res 1992; 71:913-9.
41. NAKAJIMA M, SANO H, BURROW MF, TAGAMI J, YOSHIYAMA M, EBISU S *et al.* Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. J Dent Res 1995; 74(10):1679-88.
42. NAKAJIMA M, OKUDA M, OGATA M, PEREIRA PN, TAGAMI J, PASHLEY DH. The durability of a fluoride-releasing resin adhesive system to dentin. Oper Dent 2003 Mar-Apr; 28(2):186-92.
43. NAKAJIMA M, KITASAKO Y, OKUDA M, FOXTON RM, TAGAMI J. Elemental distributions and microtensile bond strength of the adhesive interface to normal and caries-affected dentin. J Biomed Mater Res 2005; 72B:268-75.
44. OZER F, SENGUN A, OZTURK B, SAY EC, TAGAMI J. Effect of tooth age on microtensile bond strength of two fluoride-releasing bonding agents. J Adhes Dent 2005 Winter; 7(4):289-95.
45. PALMA RGP, DEMARCO FF, OLIVEIRA PT, TARQUÍNIO SBC, MATSON E. RPG 1996 Jul-Ago-Set; 3(3):203-208.

46. PASHLEY DH, CARVALHO RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent* 1997; 25(5):355-72.
47. PASHLEY DH, CARVALHO RM, SANO H, NAKAJIMA M, YOSHIYAMA M, SHONO Y *et al.* The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1999; 1(4):299-309.
48. PASHLEY DH, TAY FR, YIU C, HASHIMOTO M, BRESCHI L, CARVALHO RM, ITO S. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 2004; 83(3):216-21.
49. PERIS AR, MITSUI FH, LOBO MM, BEDRAN-RUSSO AK, MARCHI GM. Adhesive systems and secondary caries formation: Assessment of dentin bond strength, caries lesions depth and fluoride release. *Dent Mater* 2007 Mar; 23(3):308-16.
50. POITEVIN A, DE MUNCK J, VAN LANDUYT K, COUTINHO E, PEUMANS M, LAMBRECHTS P, VAN MEERBEEK B. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2008 Feb; 10(1):7-16.
51. PRATI C, CHERSONI S, MONGIORGI R, PASHLEY DH. Resin-infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. *Oper Dent* 1998; 23(4):185-194.
52. PRATI C, PASHLEY DH, CHERSONI S, MONGIORGI R. Marginal hybrid layer in class V restorations. *Oper Dent* 2000; 25(3):228-33.
53. PRATI C, CHERSONI S, ACQUAVIVA GL, BRESCHI L, SUPPA P, TAY FR, PASHLEY DH. Permeability of marginal hybrid layers in composite restorations. *Clin Oral Investig* 2005 Mar; 9(1):1-7.

54. REIS AF, GIANNINI M, PEREIRA PN. Effects of a peripheral enamel bond on the long-term effectiveness of dentin bonding agents exposed to water in vitro. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008 Apr; 85(1):10-7.
55. Reis AF. Avaliação da resistência de união, nanoinfiltração e propriedades físicas de sistemas adesivos: comportamento ao longo do tempo [tese]. Piracicaba: UNICAMP / FOP; 2005.
56. SADEK FT, GORACCI C, CARDOSO PE, TAY FR, FERRARI M. Microtensile bond strength of current dentin adhesives measured immediately and 24 hours after application. *J Adhes Dent* 2005 Winter;7(4):297-302.
57. SALVIO LA, CORRER-SOBRINHO LC, CONSANI S, SINHORETI MAC, DE GOES MA, KNOWLES JC. Effect of water storage and surface treatments on the tensile bond strength of IPS Empress 2 ceramic. *J of Prosthodontics* 2007 May-June; 16(3):192-99.
58. SANO H, SHONO T, SONODA H, TAKATSU T, CIUCCHI B, CARVALHO RM *et al.* Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength –evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10(4):236-40.
59. SANO H, YOSHIKAWA T, PEREIRA PN, KANEMURA N, MORIGAMI M, TAGAMI J, PASHLEY DH. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, *in vivo*. *J Dental Research* 1999; 78(4):906-911.
60. SHINOHARA MS, YAMAUTI M, INOUE G, NIKAIDO T, TAGAMI J, GIANNINI M, DE GOES MF. Evaluation of antibacterial and fluoride-

releasing adhesive system on dentin-microtensile bond strength and acid-base challenge. *Dent Mater J* 2006 Sep;25(3):545-52.

61. SHONO Y, TERASHITA M, KOZONO Y, CARVALHO RM, RUSSEL CM, PASHELEY DH. Durability of resin-dentin bonds. *J Adhes Dent* 1999; 1(3):211-8.
62. SIDERIDOU I, ACHILIAS DS, SPYROUDI C, KARABELA M. Water sorption characteristics of light-cured dental resins and composites based on Bis-EMA/PCDMA. *Biomaterials* 2004; 25:367-376.
63. SILVA KG, PEDRINI D, DELBEM ACB, CANNON M. Effect of pH variations in a cycling modelo n the properties of restorative materials. *Operative Dentistry* 2007;32(4):328-335.
64. SOARES FZ, ROCHA RDE O, RAGGIO DP, SADEK FT, CARDOSO PE. Microtensile bond strength of different adhesive systems to primary and permanent dentin. *Pediatr Dent* 2005 Nov-Dec; 27(6):457-62.
65. SUNDFELD RH, VALENTINO TA, DE ALEXANDRE RS, BRISO ALF, SUNDEFELD MLMM. Hybrid layer thickness and resin tag length of a self-etching adhesive bonded to sound dentin. *J of Detistry* 2005; 33:675-81.
66. TANAKA J, ISHIKAWA K, YATANI H, YAMASHITA A, SUZUKI K. Correlation of dentin bond durability with water absorption of bonding layer. *Dent Mater J* 1999; 18(1):11-8.
67. TAY FR, FRANKENBERGER R, KREJCI I, BOUILLAGUET S, PASHLEY DH, CARVALHO RM, LAI CN. Single-bottle adhesives behave as



- permeable membranes after polymerization. I. In vivo evidence. J Dent. 2004 Nov; 32(8):611-621.
68. TEN CATE JM. Remineralization of caries lesions extending into dentin. J Dental Research 2001; 80(5):1407-1411.
69. TEN CATE JM. *In vitro* studies on the effects of fluoride on de-and remineralization. J Dent Res 1990; 69 Special Issue:614-19.
70. TOBA S, PEREIRA PNR, NIKAIDO T, TAGAMI J. Effect to topical application of fluoride gel on artificial secondary caries inhibition. Int Chin J Dent 2003; 3(2):53-61.
71. TOLEDANO M, OSORIO R, MOREIRA MA, CABRERIZO-VILCHEZ MA, GEA P, TAY FR, PASHLEY DH. Effect of the hydration status of the smear layer on the wettability and bond strength of a self-etching primer to dentin. Am J Dent 2004 Oct; 17(5):310-4.
72. TOLEDANO M, OSORIO R, OSORIO E, AGUILERA FS, YAMAUTI M, PASHLEY DH, TAY F. Durability of resin-dentin bonds: effects of direct/indirect exposure and storage media. Dent Mater 2007 Jul;23(7):885-92.
73. TORII Y, ITOTA T, OKAMOTO M, NAKABO S, NAGAMINE M, INOUE K. Inhibition of artificial secondary caries in root by fluoride-releasing restorative materials. Oper Dent 2001; 26(1):36-43.
74. VAN LANDUYT KL, SNAUWAERT J, DE MUNCK J, PEUMANS M, YOSHIDA Y, POITEVIN A, COUTINHO E, SUZUKI K, LAMBRECHTS P, VAN MEERBEEK B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. Biomaterials 2007; 3757-3785.

75. WHITE DJ. Reactivity of fluoride dentifrices with artificial caries. *Caries Res* 1987; 21:126-40.
76. WHITE JM. The application of in vitro models to research on demineralization and remineralization of the teeth. *Adv Dent Res* 1995; 9(3):175-93.
77. YEŞİLYURT C, BULUCU B. Bond strength of total-etch and self-etch dentin adhesive systems on peripheral and central dentinal tissue: a microtensile bond strength test. *J Contemp Dent Pract* 2006 May;17(2):26-36.

## ANEXO 1

### CERTIFICADO DO COMITÊ DE ÉTICA

	<b>COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA</b> FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS	
<b>CERTIFICADO</b>		
<p>O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa "<b>Degradação química da interface de união de materiais adesivos/substrato dentinário - Análise mecânica e micromorfológica</b>", protocolo nº <b>041/2008</b>, dos pesquisadores <b>ANA ROSA COSTA</b> e <b>REGINA MARIA PUPPIN RONTANI</b>, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde – Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 07/05/2008.</p>		
<p>The Ethics Committee in Research of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that the project "<b>Chemical degradation of the adhesive/dentin substrate interface - Mechanical and micromorphological evaluation</b>", register number <b>041/2008</b>, of <b>ANA ROSA COSTA</b> and <b>REGINA MARIA PUPPIN RONTANI</b>, comply with the recommendations of the National Health Council – Ministry of Health of Brazil for research in human subjects and therefore was approved by this committee at 07/05/2008.</p>		
 <b>Prof. Pablo Agustin Vargas</b> Secretário CEP/FOP/UNICAMP	 <b>Prof. Jacks Jorge Júnior</b> Coordenador CEP/FOP/UNICAMP	
<p>Nota: O título do protocolo aparece como fornecido pelos pesquisadores, sem qualquer edição. Notice: The title of the project appears as provided by the authors, without editing.</p>		

## ANEXO 2

### RELATÓRIO ESTATÍSTICO

The SAS System

The GLM Procedure

Class Level Information

Class	Levels	Values
Adesivo	2	CPB CSEB
Armaze	3	Imediato agua cicla
Dente	4	1 2 3 4

Number of Observations Read	125
Number of Observations Used	125

The SAS System

The GLM Procedure

Dependent Variable: Resis

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	11	1929.12048	175.37459	1.62	0.1013
Error	113	12206.05280	108.01817		
Corrected Total	124	14135.17328			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Resis Mean
0.136477	38.01789	10.39318	27.33760

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Adesivo	1	345.7073313	345.7073313	3.20	0.0763
Adesivo*Dente	6	763.8371306	127.3061884	1.18	0.3228
Armaze	2	718.3148468	359.1574234	3.32	0.0395
Adesivo*Armaze	2	101.2611707	50.6305853	0.47	0.6270

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Adesivo	1	406.3223967	406.3223967	3.76	0.0549
Adesivo*Dente	6	811.8136590	135.3022765	1.25	0.2851
Armaze	2	743.9546835	371.9773417	3.44	0.0353
Adesivo*Armaze	2	101.2611707	50.6305853	0.47	0.6270

Tests of Hypotheses Using the Type III MS for Adesivo\*Dente as an Error Term

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Adesivo	1	406.3223967	406.3223967	3.00	0.1338