



GIULLIANA PANFIGLIO SOARES

*“EVALUATION OF DIFFERENT ADHESIVE SYSTEMS ON THE
BOND STRENGTH OF A SILOLANE BASED RESIN AFTER 24
HOURS OR 6 MONTHS OF STORAGE”*

“AVALIAÇÃO DE DIFERENTES SISTEMAS ADESIVOS NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM COMPÓSITO A BASE DE
SILOLANO, APÓS 24 HORAS OU 6 MESES DE ARMAZENAMENTO”

PIRACICABA

2013



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

GIULLIANA PANFIGLIO SOARES

*“EVALUATION OF DIFFERENT ADHESIVE SYSTEMS ON THE
BOND STRENGTH OF A SILORANE BASED RESIN AFTER 24
HOURS OR 6 MONTHS OF STORAGE.”*

Orientador: Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar

“AVALIAÇÃO DE DIFERENTES SISTEMAS ADESIVOS NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM COMPÓSITO A BASE DE
SILORANO, APÓS 24 HORAS OU 6 MESES DE ARMAZENAMENTO”

*Doctorate thesis presented to the Piracicaba Dental School of the University of
Campinas to obtain the Ph.D. grade in Dental Clinic in the Operative Dentistry area.*

Tese de Doutorado apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da
Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de doutora em Clínica
Odontológica na área de Dentística.

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A
VERSÃO FINAL DA TESE
DEFENDIDA PELA ALUNA E
ORIENTADA PELO PROF. DR.
FLÁVIO HENRIQUE BAGGIO
AGUIAR

PIRACICABA

2013

Assinatura do Orientador

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
JOSIDELMA F COSTA DE SOUZA – CRB8/5894 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

So11a	<p>Soares, Giulliana Panfiglio, 1981-</p> <p>Avaliação de diferentes sistemas adesivos na resistência de união de um compósito a base de silorano, após 24 horas ou 6 meses de armazenamento / Giulliana Panfiglio Soares. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2013.</p> <p style="text-align: center;">Orientador: Flávio Henrique Baggio Aguiar.</p> <p style="text-align: center;">Tese (Doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p style="text-align: center;">1. Resinas compostas. 2. Adesivos dentinários. 3. Dentina. 4. Esmalte dentário. I. Aguiar, Flávio Henrique Baggio, 1977- II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.</p>
-------	---

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Evaluation of different adhesive systems on the bond strength of a silorane based resin after 24 hours or 6 months of storage

Palavras-chave em Inglês:

Composite resins

Dentin-bonding agents

Dentin

Dental enamel

Área de concentração: Dentística

Titulação: Doutora em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Flávio Henrique Baggio Aguiar [Orientador]

Priscila Christiane Suzy Liporoni

Fabiana Mantovani Gomes França

Debora Alves Nunes Leite Lima

Luis Roberto Marcondes Martins

Data da defesa: 25-02-2013

Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 25 de Fevereiro de 2013, considerou a candidata GIULLIANA PANFIGLIO SOARES aprovada.

Prof. Dr. FLAVIO HENRIQUE BAGGIO AGUIAR

Profa. Dra. PRISCILA CHRISTIANE SUZY LIPORONI

Profa. Dra. FABIANA MANTOVANI GOMES FRANÇA

Profa. Dra. DEBORA ALVES NUNES LEITE LIMA

Prof. Dr. LUIS ROBERTO MARCONDES MARTINS

DEDICATÓRIA

À Deus, por iluminar meu caminho e me dar forças para seguir sempre em frente.

Aos meus pais, William e Julieta, por toda a dedicação e amor, sempre possibilitando aos seus filhos a oportunidade de realizar sonhos e conquistas. Obrigada por estarem sempre ao meu lado, por aceitarem e apoiarem as minhas escolhas. Sem vocês nada disso seria possível.

Aos meus irmãos, Giovanni e Cibelle, pelas constantes palavras de apoio e carinho. Aos meus cunhados, Christina e João, por estarem sempre torcendo pelo meu sucesso. Ao meu sobrinho e afilhado Felipe, a alegria da nossa família.

Ao meu namorado, Felipe, obrigada por fazer parte da minha vida, pela paciência, pelo incentivo e principalmente pelo amor, sempre.

Amo vocês!

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar por acreditar em mim e ter me acolhido como sua orientada durante os cursos de Mestrado e de Doutorado. Durante esses anos de trabalho e convivência pude contar não só com um orientador, mas também com um grande amigo. Obrigada pelas palavras de apoio nos momentos em que necessitei, pela sua disponibilidade em ajudar e pelas muitas oportunidades oferecidas. Seu profissionalismo e seriedade levo como exemplos para minha vida.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), representada na pessoa de seu diretor, Prof. Dr. **Jacks Jorge Junior**;

À coordenadora dos cursos de Pós-graduação da FOP-UNICAMP Profa. Dra. **Renata Cunha Matheus R. Garcia** e ao Prof. Dr. **Márcio de Moraes**, coordenador do programa de Pós-graduação em Clínica Odontológica;

A Coordenação de Aperfeiçoamento Profissional de Nível Superior (Capes), pela concessão da bolsa de estudo;

Ao Prof. Dr. **Jacks Jorge Junior**, por toda a ajuda para a aprovação deste trabalho junto ao Comitê de Ética em Pesquisa da FOP - UNICAMP;

Ao corpo docente do programa de Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, em especial aos professores da Área de Dentística, Prof. Dr. **Flávio Henrique Baggio Aguiar**; Prof. Dr. **José Roberto Lovadino**; Profa. Dra. **Débora Alves Nunes Leite Lima**; Prof. Dr. **Luís Roberto Marcondes Martins**; Profa. Dra. **Giselle Maria Marchi Baron**, Prof. Dr. **Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo** e Prof. Dr. **Marcelo Giannini**, por todos os ensinamentos

durante a realização do Doutorado;

*À Profa. Dra. **Maria Cecília Caldas Giorgi**, obrigada pela dedicação, pelas sugestões e conselhos. Agradeço tudo o que fez por mim nesta reta final;*

*Ao Prof. Dr. **André Luís Faria e Silva**, muito obrigada pela sua disponibilidade, atenção e pela realização das análises estatísticas deste trabalho;*

*Ao Prof. Dr. **Américo Bortolazzo Correr**, Profa. Dra. **Maria Cecília Caldas Giorgi** e Prof. Dr. **Anderson Catelan**, pelas valiosas sugestões e conhecimentos transmitidos durante o exame de qualificação;*

*Ao funcionário **Adriano Luís Martins**, do centro de Microscopia Eletrônica de Varredura da FOP-UNICAMP, por toda a atenção e colaboração;*

*Aos funcionários da Área de Dentística, **Mônica** e **Pedro Justino**, pela alegria, amizade e ajuda durante todos esses anos;*

*Aos meus amigos do curso de Doutorado, **Marina**, **Anderson**, **Cíntia**, **Adriano**, **Thaiane**, **Maria**, **Bruno** e **Gisele** pela amizade e por dividirem as alegrias e as dificuldades durante todo esse período. Aos amigos da pós-graduação, **Lucinha**,*

Cris, Kdu, Natália, Diogo, Eduardo, pela alegre convivência.

Ao amigo Anderson, por todo auxílio e colaboração durante o nosso curso de doutorado, foi muito bom trabalhar com você, saiba que sua ajuda tornou essa minha jornada menos árdua. À Natália, que contagia a todos com sua alegria, muito obrigada por todo apoio sempre que necessitei;

Às amigas Lucinha e Marina, por fazerem parte, sem dúvida alguma, dos melhores momentos desta jornada. Obrigada, não só pela amizade, carinho, conselhos e companheirismo, mas, principalmente, por saber que posso sempre contar com vocês. Aos sinceros amigos, Diogo e Cíntia, que possuem um coração gigante, e transmitem alegria e conforto em todo momento. Sou muito grata e feliz por ter vocês quarto como amigos e distância alguma atrapalhará essa nossa amizade!

A todos os meus familiares e amigos, deixo o meu eterno e sincero agradecimento.

“O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis”

José de Alencar

RESUMO

A manutenção da integridade entre a interface dente e restauração é importante para o sucesso clínico de restaurações adesivas, influenciando significativamente na longevidade das mesmas. Assim, o objetivo deste trabalho *in vitro*, foi avaliar o efeito de diferentes sistemas adesivos na resistência de união à dentina e ao esmalte de uma resina composta a base de silorano, após 24 horas e 6 meses de armazenamento. Para este estudo, setenta terceiros molares humanos hígidos, recém-extraídos e não restaurados, foram usados em um dos dois testes de resistência de união. Para a resistência à microtração à dentina, vinte e oito terceiros molares humanos, sem raízes, tiveram a superfície oclusal planejada a fim de expor a dentina superficial. Os dentes foram aleatoriamente divididos em 8 grupos experimentais (n=7): Adper Single Bond 2 (3M ESPE); Adper Scotchbond Multiuso (3M ESPE); Adper SE Plus (3M ESPE) e sistema adesivo P90 (3M ESPE), sendo os palitos obtidos de cada grupo divididos entre os testes envelhecidos ou não. Após a aplicação do sistema adesivo relacionado com cada um dos grupos, foi aplicada uma camada do adesivo da resina à base de silorano e fotopolimerizado por 10 segundos. O passo seguinte foi a inserção da resina composta Filtek P90 (3M ESPE) e fotoativação por 40 segundos com aparelho LED de segunda geração, o mesmo utilizado para a fotoativação dos sistemas adesivos. Para a resistência de união ao microcislamento ao esmalte, oitenta e quatro fragmentos foram obtidos a partir de superfícies proximais de quarenta e dois terceiros molares humanos (n=7). Os grupos foram os mesmos que os utilizados no ensaio de microtração acrescido de quatro grupos experimentais com condicionamento ácido prévio com ácido fosfórico 35% (3M ESPE) para os grupos que utilizaram os adesivos auto condicionantes, resultando em 12 grupos experimentais. As amostras foram testadas em 24 horas ou após 6 meses de envelhecimento. Os dados foram analisados estatisticamente por meio

da análise de variância (ANOVA) com medidas repetidas e Teste de Tukey ($p = 0,05$) Os resultados mostraram que, para o teste de resistência à microtração, não houve diferença estatística significativa entre os grupos, nem para a interação ($p > 0,05$). No teste de microcisalhamento, o grupo condicionado com ácido fosfórico 35% + Adper SE Plus apresentou a maior resistência de união, no entanto, nenhuma diferença estatística entre o grupo condicionado com ácido fosfórico 35% + Sistema adesivo Silorano ($p = 0,051$) foi observada. O sistema Adesivo Silorano apresentou a menor resistência de união, sem diferença estatística entre o Adper SE Plus ($p = 0,972$). Para ambos os testes não houve diferença entre 24 horas e 6 meses ($p > 0,05$) de armazenamento. Pode concluir-se que os sistemas adesivos apresentaram comportamentos semelhantes na resistência de união à dentina; para o esmalte, o condicionamento ácido prévio aumentou os valores de resistência de união dos adesivos auto-condicionantes, promovendo um padrão de condicionamento que favorece a adesão a este substrato. O armazenamento por 24 horas e 6 meses não foi significativo para a resistência de união ao esmalte ou dentina.

Palavra-chave: resistência de união, resina composta, sistema adesivo.

ABSTRACT

The maintenance of the bond integrity between tooth and dental restoration is important for the clinical success of adhesive restorations, influencing their durability. Thus, the aim of this *in vitro* study was to evaluate the effect of different adhesive systems on the microtensile bond strength to dentin and microshear bond strength to enamel of silorane based resin after 24 hours and 6 months of storage. For this study seventy freshly extracted non-carious, unrestored human third molars were assigned to one of two bond strength test. For the microtensile bond strength, twenty-eight third human molars, with no roots, had their occlusal surface flattened in order to expose superficial dentin. Teeth were randomly assigned to 8 experimental groups (n=7): Adper Single Bond 2 (3M ESPE); Adper Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE); Adper SE Plus (3M ESPE) and P90 adhesive system (3M ESPE), the sticks being obtained from each group divided between tests aged or not. After application of the adhesive system related to each group, was applying only the silorane adhesive bond and then light cured for 10 seconds. The next step was the insertion of silorane composite resin Filtek P90 (3M ESPE) and light cured for 40 seconds with second-generation light-emitting diode, the same used for the light cured of the adhesive systems. For the microshear bond strength, eighty four fragments were obtained from proximal surfaces of forty two third human molars. Groups were the same as those used in the microtensile test increasing two more experimental groups with etching previous with phosphoric acid 35% (3M ESPE) for the self etch adhesive systems, resulting in 12 experimental groups (n=7). The samples were tested after 24 hours or after 6 months of aging. The data were statistically analyzed by repeated measure analysis of Variance (ANOVA) and Tukey's test ($p=0.05$). Results showed that for the microtensile bond strength there was no statistical difference for all groups, neither for interaction ($p>0.05$). For microshear bond strength, Etching with

phosphoric acid 35% + Adper SE Plus presented the highest bond strength, however no statistical difference between Etching with phosphoric acid 35% + Silorane System Adhesive ($p=0.051$) was observed. Silorane System Adhesive presented the lowest bond strength, without statistical difference from Adper SE Plus ($p=0.972$). There was no statistical difference between 24 hours and 6 months ($p > 0.05$). It can be concluded that there was no difference for the dentin bond strength group; for microshear bond strength, acid etching increases the bond strength values of the self-etching adhesive to enamel, promoting a conditioning pattern that favors the adhesion to this substrate. There was no statistical difference between the periods of 24 hours and 6 months of storage for enamel or dentin.

Keywords: bond strength, composite resin, adhesive system.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO ÚNICO: <i>Evaluation of different adhesive systems on the bond strength of a silorane based resin after 24 hours or 6 months of storage.</i>	5
CONCLUSÃO	26
REFERÊNCIAS	27
APÊNDICE 1: Materiais e métodos	30
APÊNDICE 2: Microscopias Eletrônicas – Padrão de fraturas	46
ANEXO: Certificado do Comitê de Ética em Pesquisa	50

INTRODUÇÃO

A demanda por restaurações estéticas tem propiciado o desenvolvimento dos sistemas adesivos, bem como a melhoria das propriedades físicas e químicas dos compósitos resinosos, o que tem contribuído positivamente para a evolução das restaurações adesivas (Gordan *et al.*, 2005; Lührs *et al.*, 2011; Papacchini *et al.*, 2007).

Contudo, apesar da melhoria dos sistemas adesivos e das resinas compostas, problemas provenientes de sua composição ou relacionados à técnica restauradora empregada, continuam limitando a longevidade das restaurações adesivas (Boaro *et al.*, 2010). A contração que ocorre durante o processo de conversão de monômeros em polímeros, resulta em tensões na interface dente/restauração (Braga *et al.*, 2004). Embora este fato possa ser minimizado por meio de técnicas restauradoras utilizando diferentes modos de fotoativação (Cunha *et al.*, 2008; Alonso *et al.*, 2007; Rueggeberg *et al.*, 1994; Soares *et al.*; *In press*), ou diferentes formas de inserção de incrementos de resina (Deliperi & Bardwell, 2002), esses problemas continuam sendo um inconveniente ao uso desse material restaurador (Rodriguez & Pereira, 2008; Weinmann *et al.*, 2005; Lien & Vandewalle, 2010; Min *et al.*, 2010). Essas deficiências trazem como consequência falha na interface adesiva, podendo resultar em microinfiltração, sensibilidade pós operatória, cárie secundária e pigmentação marginal resultando em menor longevidade clínica (Caughman *et al.*, 1995).

Estudos sobre as propriedades mecânicas dos compósitos e sobre geração de tensões indicaram que o caminho mais promissor para minimizar os efeitos da contração de polimerização é através de alterações na porção orgânica dos compósitos (Lien & Vandewalle, 2010; Min *et al.*, 2010; Eick *et al.*, 2007; Ilie &

Hickel, 2006; Pérez *et al.*, 2010). Devido a alta viscosidade e ao elevado peso molecular do monômero Bis-GMA (Bisfenol A-glicidil metacrilato), outros monômeros como o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA) ou o uretano dimetacrilato (UDMA) contribuíram para melhorar a qualidade de manipulação do material a base de metacrilato, e aumentar o grau de conversão durante a reação de polimerização (Filho *et al.*, 2008), melhorando o comportamento da resina composta quanto as propriedades mecânicas e estabilidade no ambiente oral; entretanto a incorporação destes monômeros aumenta a contração que ocorre durante o processo de polimerização.

Sendo a tensão de polimerização um dos principais problemas das resinas a base de metacrilato, tem-se tentado superar esse inconveniente com o desenvolvimento de um material restaurador: a resina composta à base de silorano (Weinmann *et al.*, 2005). Esta resina composta de baixa contração apresenta uma composição da matriz orgânica diferente dos compósitos à base de metacrilato (Roeters *et al.*, 2009). As cadeias químicas que compõe a matriz orgânica da resina à base de silorano são as moléculas de siloxano e oxirano. Siloxanos são conhecidos por sua hidrofobia, enquanto os oxiranos por sua baixa contração e estabilidade diante de influências físicas e químico-físicas (Lien & Vandewalle, 2010; Eick *et al.*, 2006) Para essas resinas, o mecanismo de polimerização se dá através da abertura do anel catiônico, diferentemente da formação de radicais livres que ocorre nos compósitos à base de metacrilato (Ilie & Hickel, 2006).

Durante a polimerização do silorano, as moléculas precisam se aproximar uma das outras para formar ligação químicas, o que resulta em perda de volume no material. Porém quando as ligações químicas são estabelecidas, esse processo ganha espaço, acarretando em uma compensação da perda de volume e aumento do grau de conversão. Estes eventos parecem ser uma alternativa interessante para compensar a contração de polimerização do material

(Weinmann *et al.*, 2005; Ilie & Hickel, 2006; Guggenberger & Weinmann, 2000; Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2008), reduzindo a microinfiltração e a sensibilidade pós-operatória decorrente da formação de fendas na interface dente/restauração. Esta polimerização com abertura de anéis é uma reação catiônica e insensível ao oxigênio (Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2008), que tem a capacidade de agir como inibidor da polimerização do tipo radicais livres. Dessa forma, o oxigênio não deve influenciar a polimerização da superfície resinosa do silorano deixando-a livre desse elemento (Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2008; Guggenberger & Weinmann, 2000).

Estudos laboratoriais têm comparado esses compósitos à base de silorano àqueles à base de metacrilato, revelando que os compósitos à base de silorano apresentaram características similares aos compósitos convencionais (Ilie & Hickel, 2006), como módulo de elasticidade, resistência à flexão e biocompatibilidade em testes toxicológicos (Soh *et al.*, 2007; Weinmann *et al.*, 2005; Eick *et al.*, 2007) e apresentaram melhoras em relação a maior estabilidade à luz ambiente, menor sorção e solubilidade em água (Palin *et al.*, 2005) menor coeficiente de difusão e uma menor contração de polimerização (Eick *et al.*, 2007; Weinmann *et al.*, 2005; Soh *et al.*, 2007; Palin *et al.*, 2005).

Entretanto, pouco se sabe sobre a compatibilidade dos materiais que diferem em relação à composição da matriz orgânica. Uma possível incompatibilidade entre os materiais pode refletir na qualidade da adesão entre os incrementos. O fabricante da resina composta Filtek P90 indica que a mesma pode ser utilizada sobre cimento de ionômero de vidro convencional e sobre cimento de ionômero de vidro modificado por resina. Porém, o fabricante contra-indica o uso dessa resina à base de silorano sobre resina composta de baixa viscosidade à base de metacrilato e os compômeros (Perfil Técnico da Resina Filtek P90).

O sistema de união do compósito à base de silorano consta de um primer autocondicionante hidrofílico a base de metacrilato (pH em torno de 2.7) e um adesivo hidrofóbico altamente viscoso. Neste sistema, a formação da camada híbrida ocorre durante a aplicação do primer, e em função disto questiona-se a utilização de outros adesivos à base de metacrilato juntamente com a resina composta a base de silorano.

Desta forma, o objetivo deste estudo *in vitro*, apresentado em formato alternativo e composto por capítulo único, foi avaliar :

- a resistência de união à dentina, por meio do teste de microtração, de um compósito a base de silorano em associação a diferentes sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes e diferentes tempos de armazenamento;
- a resistência de união ao esmalte, por meio do teste de microcissalhamento, de um compósito a base de silorano em associação a diferentes sistemas adesivos convencionais e sistemas adesivos autocondicionantes associados ou não ao condicionamento prévio com ácido fosfórico, em diferentes tempos de armazenamento;
- padrão de fratura das amostras em esmalte e dentina.

CAPÍTULO ÚNICO

TITLE:

Evaluation of different adhesive systems on the bond strength of a silorane based resin after 24 hours or 6 months of storage.

SHORT TITLE

Compatibility of different adhesive systems of a silorane based resin.

CLINICAL RELEVANCE

The silorane adhesive system is not indicated to enamel without previous acid etching.

SUMMARY

This study evaluated the effect of different adhesive systems on the microtensile bond strength to dentin and microshear bond strength to enamel of silorane based resin after 24 hours and 6 months of storage.

Method: For the microtensile bond strength, twenty-eight third human molars, with no roots, had their occlusal surface flattened in order to expose superficial dentin. Teeth were randomly assigned to 8 experimental groups, according to the adhesive system (Adper Single Bond 2 - 3M ESPE; Adper Scotchbond Multi-Purpose - 3M ESPE; Adper SE Plus - 3M ESPE; P90 adhesive system - 3M ESPE) and storage time (24 hours and 6 months). For the microshear bond strength, eighty-four fragments were obtained from proximal surfaces of forty-two

third human molars. Groups were the same as those used in the microtensile test with the addition of four groups with etching previous for the self etch adhesive systems (etching with phosphoric acid 35% - 3M ESPE + Adper SE Plus; etching with phosphoric acid 35% - 3M ESPE + Silorane System Adhesive). After application of the adhesive system related to each group, the silorane adhesive bond was applied and then light cured for 10 seconds. The silorane composite resin Filtek P90 (3M ESPE) was inserted and light cured for 40 seconds with second-generation light-emitting diode at 1100 mW/cm^2 , the same used for the light cured of the adhesive systems. The samples were tested after 24 hours or after 6 months of aging. The data were statistically analyzed by repeated measure of Variance (ANOVA) and Tukey's test ($p=0.05$).

Results: For the microtensile bond strength there was no statistical difference for all groups, neither for interaction ($p>0.05$). For microshear bond strength, etching with phosphoric acid 35% + Adper SE Plus presented the highest bond strength, however no statistical difference between etching with phosphoric acid 35% + Silorane System Adhesive ($p=0.051$) was observed. Silorane System Adhesive presented the lowest bond strength, without statistical difference from Adper SE Plus ($p=0.972$). There was no statistical difference between 24 hours and 6 months ($p > 0.05$).

Conclusion: For the dentin bond strength group showed no statistical difference; for enamel, the groups self-etching + phosphoric acid 35% presents highest bond strength; however, long-term storage after 6 months did not affect the bond durability of the restorations tested for enamel or dentin.

INTRODUCTION

Resin composites have become very popular; however, some problems could restrict the clinical success of bonded restorations. Interfacial failure has

been pointed out as the main problem due to bonding sensibility and shrinkage stress.¹ Despite these improvements, methacrylate based composites are limited, however, especially with respect to polymerization shrinkage and marginal integrity. Impairment of marginal integrity can produce microleakage,² post-operative sensitivity,³ and debonding,⁴ all reducing the longevity of the restoration.

Recently a new category of resin matrix for dental composite has been developed, the new class of low shrinkage composite, derives from the combination of siloxane and oxirane, thus the termed silorane.⁵ Silorane based composite present a cationic ring opening monomers, a compensating mechanism for shrinking stress achieved during polymerization of methacrylate monomers.⁶

The major advantages of this innovative restorative material are its reduced shrinkage and its mechanical properties comparable to those of the methacrylate based composites.⁶ The silorane adhesive is composed of a hydrophilic self-etch primer base methacrylate, with a pH around 2.7 and a hydrophobic viscous adhesive. The manufacturer claims that the self-etch choice is based on the increase popularity of this category of adhesives. As the methacrylate based primer, and it is responsible for forming the hybrid layer, then other methacrylate-based adhesive could be used with silorane based composite resin.

The purpose of this study were to evaluate the effect of different adhesive systems on the microtensile bond strength to dentin and microshear bond strength to enamel of silorane based composite resin after 24 hours and 6 months of storage, as well as analyze the fracture modes. The null hypothesis were: 1) there is no difference in bonding of low shrinkage composite using different bonding strategies in dentin or enamel; 2) aging would not decrease the bonding strength for low shrinkage composite.

MATERIALS AND METHODS

This study was submitted and approved by Review Board of Ethics at Piracicaba Dental School – University of Campinas, under protocol number 01/2013. Seventy freshly extracted non-carious, unrestored human third molars were collected and stored in 0.1 % thymol solution at 4°C and used within three months after extraction. The teeth were cleaned, polished with a rubber cup and pumice paste under water and then they were stored in distilled water at 4°C. The teeth were randomly assigned to one of two bond strength testing methods: twenty eight teeth were used for microtensile bond strength and forty two were used for microshear bond strength test.

Dentin

The occlusal enamel of the teeth was removed using a double-faced diamond disk (KG Sorensen Ind e Com LTDA, Barueri, SP, Brazil) under water cooling, to expose the dentin surface. Then a split was made in the middle third of the root to remove the root and to obtain a flat surface. To standardize the smear layer, exposed dentin surfaces were ground using silicon carbide abrasive papers grit #600 (Carborundum, Saint-Gobain Abrasives LTDA, Guarulhos, SP, Brazil) coupled mechanical polishing (Maxi Grind Solotest, São Paulo, SP, Brazil), under water-cooling, to obtain a smooth and flat surface.

The specimens were randomly divided in eight experimental groups according to the bonding procedure and storage time (n=7), the ticks being obtained from each group divided between tests aged or not. Table 1 shows the experimental groups for Dentin Microtensile Bond Strength.

Table 1 – Experimental groups for *Dentin*.

GROUPS*	Treatment
Groups 1/5	Adper Single Bond 2
Groups 2/6	Adper Scotchbond Multipurpose
Groups 3/7	Adper SE Plus
Groups 4/8	Silorane System Adhesive

*Groups 1/4 - 24 hours and Groups 5/8 - six months of water storage.

The adhesives were applied according to manufacturers' instructions (Table 2) and light cured with second-generation light-emitting diode (LED) Bluephase 16i (Ivoclar Vivadent – Bürs – Austria A-6706) device at 1100 mW/cm² of irradiance. The irradiance was measured using the Demetron Radiometer (Demetron Research Corp., Model 100, Serial 105415- Kerr Corporation, Orange, CA 92867). Subsequently, the silorane adhesive bond was applied and then light cured for 10 seconds. Afterwards, a 4-mm height silicon matrix was placed on the bonded surfaces and two 2-mm thick increments of A2-shade silorane composite resin Filtek P90 (3M ESPE) were inserted into the matrix and light cured for 40 seconds, with the same light source used for the light cure of the adhesive systems. After the restorative procedure was concluded, the restored teeth were stored in distilled water at 37°C for 24hours.

The restored teeth were sectioned perpendicular to the adhesive interface in the occluso-cervical and mesio-distal directions using a slow- speed diamond saw (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) under water-cooling, at 300 rpm, sectioned of 0.8 mm thick slices.

Table 2 – Materials used in this study.

Material	Composition*	Application*
Adper Single Bond 2 Lot 51202 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	BisGMA, HEMA, dimethacrylates, ethanol, water, a novel photoinitiator system and a methacrylate functional copolymer of polyacrylic and polyitaconic acids and silica nanofillers	(1)Etching: Apply Scotchbond™ Etchant. Wait 15s. Rinse for 10s. Blot excess water using a cotton pellet. The surface should appear glistening without pooling of water. (2) Apply 2-3 consecutive coats of adhesive to etched for 15s with gentle agitation using a fully saturated applicator. Gently air thin for 5s to evaporate solvents. Light cure for 10s.
Adper Scotchbond Multipurpose Lot Primer 3008 Lot Bond 7543 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	Primer: HEMA, polyalkenoic acid copolymer, water Bond: HEMA, Bis-GMA, tertiary amines, photoinitiator	(1)Etching: Apply Scotchbond™ Etchant. Wait 15s. Rinse for 10s. Blot excess water using a cotton pellet (2) Application of 2 coats of the primer 10s with slight agitation (3)Air-drying 10s at 20 cm; (4)Application of 1 coat of the bond 10s with slight agitation (5) Air-drying 10s at 20 cm (6)Light cure for 10s
Adper SE Plus Lot Liq A 84010 Lot Liq B 84020 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	Liquid A:Water HEMA Surfactant Pink colorant Liquid B: UDMA, TEGDMA, TMPTMA, HEMA, phosphates, MHP, Bonded, zirconia, nanofiller, Initiator system based on CQ.	(1) Apply Liquid A to the entire surface (2) When Liquid B is applied to the tooth surface, the color of Liquid A disappears. Although the color change is instantaneous, it is important to maintain agitation on the surface for 20 seconds to ensure a proper etch. (3) After 20s of agitation, the adhesive is air-dried to remove water. (4) Liquid B is reapplied and can be air thinned before it is (5) light cured for 10s.
Filtek P90 adhesive - Self-Etch Primer. Lot 84010 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	Bis-GMA, HEMA, water, ethanol, silica treated silica filler, CQ, phosphoric acid-methacryloxy-hexylesters mixture, phosphorylated methacrylates, copolymer of acryl and itaconic acid, phosphine oxide.	(1) Apply the primer to the entire surface of the cavity and massage over the entire area for 15 s. (2) Use a gentle stream of air until the primer is spread to an even film and does not move any longer. (3) Cure the primer for 10s.
Filtek P90 adhesive – Bond Lot 84020 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	Hydrophobic dimethacrylate, phosphorylated methacrylates, TEGDMA, silane treated silica, CQ, stabilizers.	(1)Apply the bond to the entire area of the cavity. (2) Use a gentle stream of air until the bond is spread to an even film and does not move any longer. (3) Cure the bond for 10 s.
Filtek P90 composite Lot. N183458 (A2 shade; 3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	Filler: 55 vol%, silica, and yttrium trifluoride (0.04-1.7 µm). Resin: Bis-3,4-Epoxy cyclohexylethyl-Phenyl-Methylsilane and 3,4-Epoxy cyclohexylcyclopolymethylsiloxane.	(1) The thickness of the individual increments must not exceed 2.5 mm. (2) Cure the filling material for 40 s.

*As informed by manufacturers.

Abbreviations – Bis-GMA: bisphenol-A glycidyl dimethacrylate; HEMA: 2-hydroxyethylmethacrylate; UDMA: urethane dimethacrylate; TEGDMA: triethylene glycol dimethacrylate; TMPTMA: hydrophobic trimethacrylate; MHP: methacrylated phosphates and CQ: camphorquinone.

Twenty-four hours or six months after photoactivation and water storage at 37°C, the cross-sectional area of each stick was measured with a digital caliper and was individually attached to the flat grips for microtensile testing with cyanoacrylate instant adhesive (Super Bonder Gel, Loctite, Henkel, São Paulo, SP, Brazil), and subjected to a tensile force using a universal testing machine (EZ-Test, Shimadzu, Japan) at cross-head speed of 0.5 mm/min until failure. The number of stick prematurely de-bonded during specimen preparation was recorded; however, no bond strength value was attributed for statistical analysis. Means and standard deviations were calculated by formula $\text{KgF} \times 9.8 / \text{adhesive area}$ and expressed in mega Pascal (MPa).

Enamel

To obtain the enamel samples the teeth were split using a double-faced diamond disk (KG Sorensen Ind e Com LTDA, Barueri, SP, Brazil) to separate the root and crown. Then the crown was sectioned occluso-gingival being generated two fragments: mesial and distal, yielding a total of 84 fragments.

The proximal surface was ground flat using silicon carbide abrasive papers #600 (Carborundum, Saint-Gobain Abrasives LTDA, Guarulhos, SP, Brazil), coupled mechanical polishing (Maxi Grind Solotest, São Paulo, SP, Brazil), under water-cooling, to obtain a smooth and flat surface. The specimens were randomly divided in 12 experimental groups according to the bonding procedure. Table 3 shows the experimental groups for Enamel Microshear Bond Strength.

Table 3 – Experimental groups for *Enamel*.

GROUPS*	Treatment
Groups 1/7	Adper Single Bond 2
Groups 2/8	Adper Scotchbond Multipurpose
Groups 3/9	Adper SE Plus
Groups 4/10	Silorane System Adhesive
Groups 5/11	Etching with phosphoric acid 35% + Adper SE Plus
Groups 6/12	Etching with phosphoric acid 35% + Silorane System Adhesive

*Groups 1/6 - 24 hours and Groups 7/12 - six months of water storage.

After the adhesive protocol respective to each group, resin base silorane bond was applied. Prior to the bond polymerization, a tygon tube (Microbore-TGY-030, Small Parts Inc.) with an internal diameter of 1 mm and a height of 1 mm was placed on the bonded area and then light cured for 10 seconds in all groups. After that, silorane composite resin was bulk inserted into the tube and polymerized for 40 seconds. The specimens were checked under a stereomicroscope (Meiji 200, Meiji Techno, Tokyo, Japan) at a magnification of 20x prior to microshear testing. Any specimens that presented a detectable interfacial defect were excluded. All bonded specimens were stored in distilled water at at 37°C for 24 hours before testing.

After 24 hours or 6 months the specimens were fixed to a microshear device adapted to a load-testing machine (EZ-Test, Shimadzu, Japan). A thin wire (0.3 mm thickness) was also looped around the interface between the tooth and resin composite. The shear force was then applied at a crosshead speed of 0.5 mm/minute. The values were obtained in KgF and were converted in MPa (KgF x 9.8/ adhesive area). The average value of the two bonded cylinders for each substrate in the same specimens was recorded as the shear bond strength for that specimen.

For both test, the six month water storage groups, water (pH 6.52) was changed weekly, in order to prevent bacterial growth and accelerate the

degradation process.⁷

For the microtensile test the fractured specimens were mounted on aluminum stubs, coated with gold (SCD 050, Baltec AG, Balzers, Principality of Liechtenstein) and evaluated by scanning electron microscopy (JSM-5600 LV, JEOL, Tokyo, Japan). After microshear test a stereomicroscope (Meiji 200, Meiji Techno, Tokyo, Japan) was used to evaluate the bond failure modes with 40x magnification. The bond failure was classified as follow: (1) cohesive in dentin/enamel, (2) adhesive, (3) cohesive at the composite, and (4) mixed.

The microtensile and microshear bond strength data obtained were analyzed by repeated measure of variance ANOVA and Tukey's test at a 0.05 level of significance.

RESULTS

According to the proposed method and factors of study, the results obtained are presented in Tables 4 and 5.

For the dentin (Table 4) there was no statistical difference for all groups, neither for interaction ($p>0.05$).

Table 4: Means (MPa) and standard deviations (SD) of experimental groups for Dentin.

Treatment	Time of storage		Means (SD)
	24 Hours	6 Months	
Adper Single Bond 2	23.0 (4.5)	16.6 (5.8)	19.8 (5.1) A
Adper Scotchbond Multipurpose	21.2 (6.8)	14.1 (6.3)	17.6 (6.5) A
Adper SE Plus	18.7 (4.2)	14.8 (8.2)	16.7(6.2) A
Silorane System Adhesive	23.8 (8.9)	21.3 (10.9)	22.5 (9.9) A

Means values with the same letter were not statistically different ($p>0,05$).

Values for enamel are presented in Table 5. Etching with phosphoric acid 35% + Adper SE Plus presented the highest bond strength, however no statistical difference between etching with phosphoric acid 35% + Silorane System Adhesive ($p=0.051$) was observed. Silorane System Adhesive presented the lowest bond strength, without statistical difference from Adper SE Plus ($p=0.972$).

For the time of storage, to microtensile or microshear bond strength, there was no statistical difference between 24 hours or 6 months.

Table 5: Means (MPa) and standard deviations (SD) of experimental groups for Enamel.

Treatment	Time of storage		Means (SD)
	24 Hours	6 Months	
Adper Single Bond 2	8.9 (5.0)	10.3 (5.0)	9.6 (5.0) ABC
Adper Scotchbond Multipurpose	11.3 (1.9)	6.7 (3.1)	9.0 (2.5) BC
Adper SE Plus	4.9 (2.3)	6.3 (3.4)	5.6 (2.8) C
Silorane System Adhesive	5.5 (2.6)	4.5 (4.8)	5.0 (3.7) CD
Etching with phosphoric acid 35% + Adper SE Plus	12.6 (4.5)	15.0 (4.8)	13.8 (4.7) A
Etching with phosphoric acid 35% + Silorane System Adhesive	10.5 (5.0)	10.0 (3.7)	10.3 (4.2) AB

Means values with the same letter were not statistically different ($p > 0,05$).

The descriptive failure modes analysis for each bond strength is showed in Tables 6 and 7.

Table 6 – Fracture pattern analysis for dentin.

Adhesive Protocol	Failure modes (%)			
	Cohesive in the dentin	Adhesive	Cohesive in the composite	Mixed
Adper Single Bond 2	-	27.49	-	72.51
Adper Scotchbond Multipurpose	-	39.81	-	60.19
Adper SE Plus	-	54.67	-	45.33
Silorane System Adhesive	-	28.25	-	71.75
Adper Single Bond 2*	-	78.11	-	21.89
Adper Scotchbond Multipurpose*	-	53.66	-	46.34
Adper SE Plus*	-	57.42	-	42.58
Silorane System Adhesive*	-	22.18	-	77.82

*6 months of storage

Table 7 – Fracture pattern analysis for Enamel.

Adhesive Protocol	Failure modes (%)			
	Cohesive in the enamel	Adhesive	Cohesive in the composite	Mixed
Adper Single Bond 2	-	26.17	-	73.83
Adper Scotchbond Multipurpose	-	22.55	-	77.45
Adper SE Plus	-	61.87	-	33.91
Silorane System Adhesive	-	66.09	-	38.13
Etching with phosphoric acid 35% + Adper SE Plus	-	32,34	-	67.66
Etching with phosphoric acid 35% + Silorane System Adhesive	-	45.75	-	54.25
Adper Single Bond 2*	-	23.94	-	76.06
Adper Scotchbond Multipurpose*	-	31.00	-	69.00
Adper SE Plus*	-	81.65	-	18.35
Silorane System Adhesive*	-	71.94	-	28.06
Etching with phosphoric acid 35% + Adper SE Plus*	-	13.98	-	86.02
Etching with phosphoric acid 35% + Silorane System Adhesive*	-	19.09	-	80.91

*6 months of storage

DISCUSSION

Silicone based materials differs from conventional methacrylates⁸ in relation of a resin matrix composition. The advantage of silicone composite is low polymerization shrinkage, which is attributed to the siloxane-oxirane technology.^{5,9} The siloxane molecule was introduced into the resin to provide more hydrophobic in nature because a high water sorption is undesirable, causing changes in physical properties of the composites.⁵ Oxirane molecule was incorporated into the formula to provide less shrinkage during the polymerization process, since this monomer has a polymerization mechanism by opening rings.⁶ The low polymerization shrinkage, around 1%, may result in less deflection cusp, lower microleakage, increasing marginal adaptation of restoration and less postoperative sensitivity.¹⁰ These changes are an advantage in order to increase the longevity of restorations in composite resins, reducing failures and improving the clinical performance of composites.¹¹

A new adhesive system was done to promote the bond of these materials to enamel and dentin substrates. The Filtek P90 (3M - ESPE) contains an adhesive system - the P90 System Adhesive (3M – ESPE), which has characteristics of adhesives based on methacrylates. The primer has self-etching characteristic, it is cured after application and consequently responsible for the hybrid layer formation.¹² Adhesive bond resin is applied after primer polymerization, and has phosphate monomers in their composition; been able to link the methacrylate primer to silicone based composite resin.¹⁰ Since the primer exhibits methacrylate's components, the authors speculated if the use of P90 primer is mandatory.

Based on the results of this study, the first null hypothesis tested has to be partially rejected. For dentin substrate, low shrinkage silicone composites exhibited

similar results of bond strength independently of adhesive strategy used. The basic mechanism of bonding is essentially an exchange process involving replacement of minerals from dental tissue by resin monomers, resulting into a micro-mechanically interlocked structure.² The adhesive strategy could be based in etch-and-rinse technique, which involves a separate etch-and-rinse phase; or based on the use of non-rinse acidic monomers that simultaneously condition and prime, the so-called self-etch adhesive. The latter approach is user friendly since reduces the technique-sensitivity and decreases the gradient of monomer penetration. In the present study, the bond to dentin substrate produced by different adhesive systems was considered effective and no statistical significant difference were observed among them. The results corroborate Giacobbi & Vandewalle¹³ study, where the Silorane Adhesive System showed similar results to a self-etching adhesive based on methacrylate. In the present study, all tested adhesives were used together with the silorane based composite, which demonstrates the ability to use other adhesive systems associated with silorane composite, since it uses the adhesive phosphate monomers (Silorane adhesive bond) as intermediate layer between the adhesive-based methacrylate and resin-based Silorane. These are in accordance with Duarte Jr and others¹⁰ who observed that two-step total-etch methacrylate-based adhesive was unable to produce sufficient bond strength to hold silorane composite in place when used without silorane adhesive bond.

The self-etching adhesives have been accepted as a good alternative for bonding composite resin to dentin; however, controversy still remains regarding their use for bonding composite to enamel.^{14,15} Macro and micro resin tags are responsible for bonding to phosphoric acid-etched enamel whereas only microtags are found when self-etch primers are used.¹⁶ Microtags are based on inter and intracrystallite hybridization of the enamel surface¹⁷ presenting shallow resin penetration pattern,¹⁸ which could affect the bond strength values. Perdigão and others¹⁹ stated that pre-etching enamel with phosphoric acid results in an etching pattern deeper and more retentive compared to self-etching pattern. In the present

study, etching with phosphoric acid before the application of self-etch adhesives showed an increase in bond strength values in enamel substrate. This result is in accordance with Taschner and others,²⁰ which analyzed the effect of preliminary phosphoric acid etching of enamel and dentine before the application of two one-step self-etching adhesives systems.

Without phosphoric acid pre-treatment, silorane restorative system showed the lowest value of bond strength to enamel, without statistical difference to Adper SE Plus. These adhesives systems differ in pH, (Filtek P90 adhesive system - pH 2.7 and Adper SE Plus – pH 1.0) and it was speculated that a pH difference like this might not cause an increase in enamel conditioning, which explain the similar behavior among the self-etching systems.

The immediate bonding effectiveness is quite favorable for most current adhesive system²¹ but the effectiveness decreases even after short storage periods.²² Long-term water storage is the most commonly used artificial aging technique and the period of storage may vary from a few months up to years.^{2,23} In the present study, 6-month storage did not affect the bond interface effectiveness for enamel or dentin and similar result was previously reported.^{10,24} Thus, the second hypothesis was accepted.

Silorane-based composites have been evaluated and laboratory studies have shown lower values of polymerization shrinkage. However, this result must be carefully considered in clinical scenario. In short term 6-month evaluation, many factors may not have influenced the final result,^{5,25,26} such as interface components degradation by hydrolysis, water infiltration and polymeric matrix plasticization. These events could act reducing the mechanical properties, and therefore the bond interface integrity².

In general, stereomicroscope evaluation showed that, for both substrates, the majority of failures modes were mixed at 24 hours test period. Water storage increased the adhesive failures percentage in dentin, probably by swelling of the polymer network and reduction of the frictional forces between polymeric chains. Mixed failure was predominant in enamel, except for self-etching groups without pre-treatment with phosphoric acid, which showed predominance of adhesive failures. Thus, when these adhesives were used in conventional way, the adhesive interface was the fragile point, therefore, a pre-etching treatment should be considered.

According to the results of the present study, conventional methacrylate-based adhesive systems followed by the application of silorane adhesive bond can be used in association with resin-based silorane composite.

CONCLUSION

Within the limits of this study, it could be concluded that:

- Different bonding strategies did not affect adhesion for the dentin bond strength using silorane composite;
- For enamel, the previous acid etching for self-etching adhesive system, improved the bond strength;
- 6 months of water storage did not affect the bond durability for enamel or dentin of the restorations tested.

REFERENCES

1. Papadogiannis D, Kakaboura A, Palaghias G & Eliades G (2009) Setting characteristics and cavity adaptation of low-shrinking resin composites *Dental Materials* **25(12)** 1509–16.
2. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P & Braem M (2005) A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results *Journal of Dental Research* **84(2)** 118–32.
3. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjaderhane L, Carvalho RM & Carrilho M (2011) State of the art etch-and-rinse adhesives *Dental Materials* **27(1)** 1–16.
4. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt K (2011) State of the art of self-etch adhesives *Dental Materials* **27(1)** 17–28.
5. Weinmann W, Thalacker C & Guggenberger R (2005) Siloranes in dental composites *Dental Materials* **21(1)** 68–74.
6. Ilie N & Hickel R (2006) Silorane-based dental composite: behaviors and abilities *Dental Materials Journal* **25(3)** 445-454.
7. Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T & Tagami J (2000) The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement *Dental Materials* **16(1)** 1-6.
8. Mine A, Munck J, Van Ende A, Cardoso MV, Kuboki T & Yoshida Y (2010) TEM characterization of a silorane composite bonded to enamel/dentin *Dental Materials* **26(6)** 524-32.
9. Ernst CP, Meyer GR, Klöcker K & Willershausen B (2004) Determination of polymerization shrinkage stress by means of a photoelastic investigation

Dental Materials **20(4)** 313–21.

10. Duarte Jr S, Phark JH, Varjão FM & Sadan A (2009) Nanoleakage, ultramorphological characteristics, and microtensile bond strengths of a new low-shrinkage composite to dentin after artificial aging *Dental Materials* **25(5)** 589-600.
11. Ilie N, Jelen E, Clementino-Luedemann T & Hicke IR (2007) Low-shrinkage composite for dental application *Dental Materials Journal* **26(2)** 149–55.
12. Santini A & Miletic V (2008) Comparison of the hybrid layer formed by Silorane adhesive one-step self-etch and etch and rinse systems using confocal micro-Raman spectroscopy and SEM *Journal of Dentistry* **36(9)** 683-691.
13. Giacobbi MF & Vandewalle KS (2012) Microtensile bond strength of a new silorane-based composite resin adhesive *General Dentistry* **60(3)** 148-52.
14. Ibarra G, Vargas MA, Armstrong SR & Cobbb DS (2002) Microtensile bond strength of self-etching adhesives to ground and unground enamel *Journal of Adhesive Dentistry* **4(2)** 115-124.
15. Perdigão J & Geraldeli S (2003) Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* **15(1)** 32–42.
16. Reis AF, Aguiar FHB, Pereira PNR & Giannini M (2009) Effects of surface texture and etching time on roughness and bond strength to ground enamel *Journal of Contemporary Dental Practice* **10(4)** 17-25.

17. Hanning M, Bock H, Bott B & Hoth-Hanning W (2002) Intercrystallite nanoretention of self-etching adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy *European Journal of Oral Sciences* **110(6)** 464-70.
18. Hashimoto M, Ohno H, Yoshida E, Hori M, Sano H, Kaga M & Oguchi H (2003) Resin-enamel bonds made with self-etching primers on ground enamel *European Journal of Oral Sciences* **111(5)** 447-53.
19. Perdigão J, Lopes L, Lambrechts P, Leitão J, Van Meerbeek B & Vanherle G (1997) Effects of self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology *American Journal of Dentistry* **10(3)** 141-46.
20. Taschner M, Nato F, Mazzoni A, Frankenberger R, Kramer N, Di Lenarda R, Petschelt A & Breschi L (2010) Role of preliminary etching for one-step self-etch adhesives *European Journal of Oral Sciences* **118(5)** 517-514.
21. Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Sano H & Van Meerbeek B (2011) Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin *Journal of Adhesive Dentistry* **3(3)** 237-45.
22. Giannini M, Seixas CA, Reis AF & Pimenta LA (2003) Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* **15(1)** 43-9.
23. De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue I, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P & Vanherle G (2003) Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin *Journal of Dental Research* **82(2)** 136-140.
24. Asmussen E & Peutzfeldt A (2001) Influence of selected components on crosslink density in polymer structures *European Journal of Oral Science* **109(4)** 282-5.
25. Ruttermann S, Kruger S, Raab WH & Janda R (2007) Polymerization shrinkage

and hygroscopic expansion of contemporary posterior resin-based filling materials - a comparative study *Journal of Dentistry* **35(10)** 806-13.

26. Park J, Chang J, Ferracane J & Lee IB (2008) How should composite be layered to reduce shrinkage stress: incremental or bulk filling? *Dental Materials* **24(11)** 1501–5.

CONCLUSÃO

Pode concluir-se que:

- O sistema adesivo não influenciou na resistência de união a dentina;
- Para o esmalte, o condicionamento com ácido fosfórico, previamente à aplicação dos sistemas adesivos autocondicionantes produziu maior resistência de união.
- O armazenamento por 24 horas e 6 meses não afetou a resistência de união das restaurações testadas em esmalte/dentina.

REFERÊNCIAS*

Alonso RC et al. Modulated photoactivation methods: effect on marginal and internal gap formation of restorations using different restorative composites. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2007; 82, 346-351.

Boaro LCC, Gonçalves F, Guimarães TC, Ferracane JL, Versluis A, Braga RR. Polymerization stress, shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites. Dent Mater. 2010; 26 (12): 1144-50.

Braga RR, Ferracane JL. Alternatives in polymerization contraction stress management. Crit Rev Oral Biol Med. 2004; 15:176-184.

Caughman WF, Rueggeberg FA, Curtis JW, Clinical guidelines for photocuring restorative resins. J Am Dent Assoc. 1995; 126(9): 1280-6.

Cunha LG, Alonso RC, de Souza-Junior EJ, Neves AC, Correr-Sobrinho L, Sinhoretí MA. Influence of the curing method on the post-polymerization shrinkage stress of a composite resin. J Appl Oral Sci. 2008; 16(4): 266-270.

Deliperi S, Bardwell DN. An alternative method to reduce polymerization shrinkage in direct posterior composite restorations. J Am Dent Assoc. 2002; 133(10): 1387-98.

Eick JD, Smith RE, Pinzino CS, Kostoryz EL. Stability of silorane dental monomers in aqueous systems. J Dent. 2006; 34: 405-10.

* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseada na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com Medline

Eick JD, Kotha SP, Chappelow CC, Kilway KV, Giese G, Glaros AG, Pinzino CS. Properties of silorane-based dental resins and composites containing a stress-reducing monomer. *Dent Mater* 2007; 23: 1011-1017.

Filho JD, Poskus LT, Guimarães JG, Barcellos AA, Silva EM. Degree of conversion and plasticization of dimethacrylate-based polymeric matrices: influence of light-curing mode. *J Oral Sci.* 2008; 50(3): 315-321.

Gordan VV, Shen C, Watson RE, Mjor IA. Four-year clinical evaluation of self-etching primer and resin-based restorative material. *Am J Dent.* 2005; 18:45-49.

Guggenberger R, Weinmann W. Exploring beyond methacrylates. *Am J Dent.* 2000; 13 (Spec No): 82D-84D.

Ilie N, Hickel R. Silorane-based dental composite: behaviors and abilities. *Dent Mater J.* 2006; 25: 445-454.

Lien W, Vandewalle, KS. Physical properties of a new silorane-based restorative system. *Dent Mater* 2010. 26: 337-344.

Lühns AK, Görmann B, Jaker-Guhr S, Geurtsen W. Repairability of dental siloranes in vitro. *Dent Mater.* 2011; 27: 144-149.

Min SH, Ferracane J, Lee IB. Effect of shrinkage strain, modulus, and instrument compliance on polymerization shrinkage stress of light-cured composites during the initial curing stage. *Dent Mater.* 2010; 26:1024-1033.

Palin W M, Fleming G J P, Burke F JT, Marquis P M, Randall R C. The influence of short and medium term water immersion on the hydrolytic stability of novel low shrink dental composites. *Dent Mater.* 2005; 21: 852- 863.

Papacchini F, Magni E, Radovic I, Mazzitelli C, Monticelli F, Goracci C, Polimeni A, Ferrari M. Effect of intermediate agents and pre-heating of repairing resin on composite-repair bonds. *Oper Dent.* 2007; 32:363-371.

Pérez MM, Ghinea R, Ugarte-Alván LI, Pulgar R, Paravina RD. Colour and translucency in silorane-based resin composite compared to universal and nonfilled composites. *J Dent.* 2010; 38:110-116.

Rodriguez GDR, Pereira SNA. Evolución y tendencias actuales en resinas compuestas. *Acta Odontol Venez.* 2008; 46: 1-18.

Roeters FJ, de Jong LC, Opdam NJ. Change to a new composite with low shrinkage not sensible at this point. *Ned Tijdschr Tandheelkd.* 2009; 116 (1): 10-5.

Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis Jr JW. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent.* 1994; 19: 26-32.

Soares GP, Ambrosano GMB, Lima DANL, Marchi, GM, Correr-Sobrinho L, Lovadino JR, Aguiar FHB. Effect of light polymerization time, mode and thermal and mechanical load cycling on microleakage in resin composite restorations. *Laser Med Sci – In press.*

Soh MS, Yap AUJ, Sellinger A. Physicomechanical evaluation of low- shrinkage dental nanocomposites based on silsesquioxane cores. *Eur J Oral Sci.* 2007; 115: 230-238.

Tezvergil-Mutluay A, Lassila LV, Vallittu PK. Incremental layers bonding of silorane composite: the initial bonding properties. *J Dent.* 2008; 36 (7): 560-3.

Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites. *Dent Mater.* 2005; 21 (1): 68-74.

APÊNDICE I

MATERIAIS E MÉTODOS

PREPARO DOS DENTES PARA O TESTE DE MICROTRAÇÃO:

Para o teste de microtração, foram utilizados 28 terceiros molares hígidos recém-extraídos (Figura 1). Os dentes foram submetidos à raspagem manual com cureta periodontal para remoção de debris orgânicos, e polidos com escovas de Robinson (Microdont, São Paulo, SP, Brasil) em baixa rotação, e pedra pomes (SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) seguida de abundante lavagem com água destilada para remoção de resíduos. Após esta etapa, os dentes foram armazenados em uma solução de timol 0,1% a uma temperatura de 4°C até o momento da sua utilização no trabalho, não ultrapassando o tempo de três meses após a sua extração.



Figura 1: Terceiros Molares Humanos

Depois de limpos, o esmalte oclusal dos dentes foi removido utilizando-se

disco diamantado de dupla face (KG Sorensen Ind e Com. LTDA, Barueri, SP, Brasil) sob refrigeração com água, para expor a superfície dentinária (Figura 2). Em seguida, foi realizado um corte no terço médio da raiz, para remoção da região radicular dos dentes e obtenção de uma superfície plana (Figura 3).



Figura 2: Remoção do esmalte oclusal.



Figura 3: Remoção do terço médio da raiz.

PREPARO DO SUBSTRATO

Para padronizar a lama dentinária, as superfícies com dentina exposta foram submetidas ao desgaste com lixas de carbeto de silício (Carburundum, Saint-Gobain Abrasivos LTDA, Guarulhos, SP, Brasil), com granulação 600 acopladas em politriz mecânica (Maxi Grind Solotest, São Paulo, SP, Brasil), sob constante irrigação a água (Figura 4).

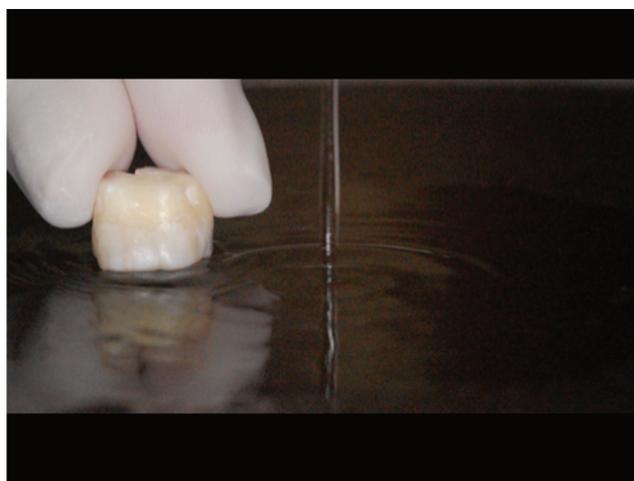


Figura 4: Planificação da dentina exposta com lixas de carbeto de silício sob constante irrigação à água.

DISTRIBUIÇÃO NOS GRUPOS EXPERIMENTAIS

Os dentes foram distribuídos, por sorteio, de acordo com os sistemas adesivos (Tabela 1) em 8 grupos experimentais com sete amostras cada para o ensaio de Microtração.

Tabela 1 – Esquema de distribuição dos grupos experimentais para o ensaio de microtração em dentina.

GRUPOS*	SISTEMAS ADESIVOS
Grupos 1/5	Sistema Adesivo Single Bond 2
Grupos 2/6	Sistema Adesivo Adper Scotchbond Multiuso
Grupos 3/7	Sistema Adesivo Adper SE Plus
Grupos 4/8	Sistema Adesivo P90

*Grupos de 1/4 - 24 horas e Grupos de 5/8 - seis meses de armazenamento.

APLICAÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS

Para a aplicação dos sistemas adesivos foram seguidas as instruções dos fabricantes, de acordo com a Tabela 2. Para a sua fotoativação foi utilizado um aparelho LED de segunda geração, Bluephase 16i– da Ivoclar Vivadent com irradiância de luz de 1100 mW/cm² (Figura 6).



Figura 6: Bluephase 16i –Ivoclar Vivadent com irradiância de 1100 mW/cm².

Tabela 2 –Materiais usados no estudo.

Material	Aplicação do Material
Adper Single Bond 2	Aplicação de ácido fosfórico a 35% (3M ESPE) por 15 segundos na superfície do dente. Lavagem da superfície por 10 segundos e secagem com papel absorvente. Aplicação de 2 a 3 camadas do adesivo. Secagem da amostra com leve jato de ar por 5 segundos e fotoativação do sistema por 10 segundos.
Adper Scotchbond Multiuso	Aplicação de ácido fosfórico a 35% (3M ESPE) por 15 segundos na superfície dente. Lavagem da superfície por 10 segundos e secagem com papel absorvente. Aplicação de duas camadas do Primer e secagem com jato de ar por 10 segundos a 20 cm de distancia. Aplicação de uma camada do adesivo, de maneira ativa por 10 segundos. Secagem da superfície com jato de ar durante 10 segundos. Fotoativação do conjunto por 10 segundos.
Adper SE Plus	Aplicação de modo ativo do líquido A sobre a superfície do dente com o auxílio de um pincel descartável. Aplicação de uma camada do líquido B, de modo ativo durante 20 segundos. Secagem da superfície com jato de ar durante 5 segundos. Aplicação de uma segunda camada do líquido B, secagem da superfície com jato de ar por 5 segundos e fotoativação por 10 segundos.
Sistema Adesivo P90	Aplicação de modo ativo do primer durante 15 segundos. Secagem da superfície com jato de ar por 5 segundos e fotoativação por 10 segundos. Aplicação do adesivo, secagem com jato de ar por 5 segundos e fotoativação por 10 segundos.
Filtek P90	A espessura dos incrementos individuais não deve exceder 2,5 mm. Fotoativação por 40 segundos.

APLICAÇÃO DO ADESIVO E DO MATERIAL RESTAURADOR A BASE DE SILORANO

Após a aplicação do sistema adesivo relacionado a cada grupo, foi realizada a aplicação do adesivo da resina a base de silorano seguido de fotoativação por 10 segundos e posterior restauração com a resina composta Filtek P90 cor A2 (3M ESPE). Para a confecção e padronização das restaurações posicionou-se uma matriz de silicone com as dimensões de 5 mm de largura, 7 mm de comprimento e 4 mm de altura. A resina foi inserida em dois incrementos de aproximadamente 2 mm de espessura, sendo cada incremento fotopolimerizado por 40 segundos com aparelho LED de segunda geração, Bluephase 16i– Ivoclar Vivadent com intensidade de luz de 1100 mW/cm^2 , o mesmo utilizado para a fotoativação dos sistemas adesivos. Após a conclusão das restaurações (Figura 7) todas as amostras foram armazenadas por um período de 24 horas em água destilada, mantidos em estufa a 37°C , para posterior realização do ensaio de microtração.



Figura 7 – Restauração final.

PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA O ENSAIO DE MICROTRAÇÃO

Após 24 horas de armazenamento, as coroas foram individualmente fixadas com cera pegajosa (KOTA Ind. E Com. LTDA, São Paulo, SP, Brasil) em placas

de acrílico com dimensões de 5 cm X 5 cm X 1 cm para serem adaptados à cortadeira metalográfica de precisão (Isomet 1000, Buehler, LakeBluff, IL, Estados Unidos). Em seguida, foram realizados cortes seriados nas amostras, a partir da resina composta, a uma velocidade de 300 rpm com distância de 0,8 mm entre os cortes, nos sentidos méso-distal e vestibulo-lingual com um disco de diamante (ExtecCorp., Enfield, CT, Estados Unidos), sob irrigação constante com água destilada (Figura 8).

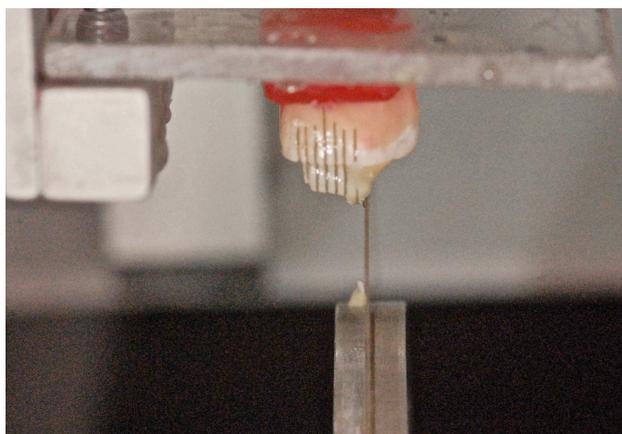


Figura 8 – Cortes seriados em cortadeira metalográfica.

Decorrido este processo, as coroas foram removidas da cortadeira de precisão e da placa de acrílico para a separação dos corpos de prova constituídos de resina/dente na forma de palito. As amostras dos grupos imediatos (Grupos 1 a 4) foram armazenadas por 24 horas a 37°C em água destilada, e as amostras dos grupos envelhecimentos (Grupos 5 a 8) ficaram armazenadas sob as mesmas condições por um período de seis meses, sendo trocada semanalmente.

ENSAIO DE MICROTRAÇÃO

Os palitos selecionados foram fixados no dispositivo para microtração (Dispositivo de Geraldeli - Odeme Equipamentos Médicos e Odontológicos, Luzerna, SC, Brasil), pelas suas extremidades utilizando para isso um adesivo a

base de cianocrilato (Super Bond gel, Locatite-Henkel, São Paulo, SP, Brasil), de modo a posicionar a área de união perpendicularmente ao longo eixo da força de tração (Figura 9). A presa do cianocrilato foi acelerada com auxílio de uma fina camada de acelerador (Zip Kicker super glues, de dimetil-p-toluidina, Clássico, São Paulo, SP, Brasil). Os dispositivos foram posicionados na região central da Máquina de Ensaio Universal EZ Test- L (Shimadzu Corporation, Tokyo, Japão) com célula de carga de 100N e velocidade de 0,5 mm/min. No momento da fratura, o movimento foi interrompido e os valores de resistência adesiva foram obtidos em Kgf.

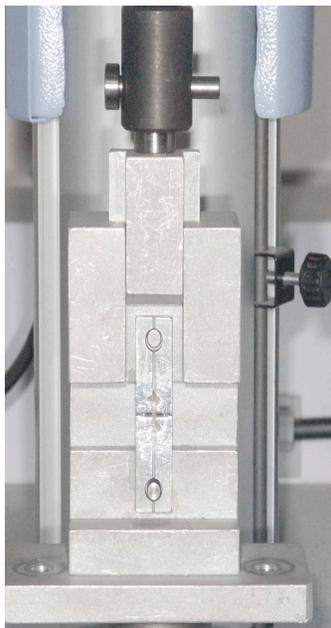


Figura 9 – Posicionamento do palito no dispositivo para a realização do teste de microtração.

A carga necessária para fraturar os espécimes, em Mega Pascal (MPa), foi calculada após a mensuração da área adesiva com um paquímetro digital, de acordo com a fórmula matemática:

$$R = \frac{\text{Força (Kgf)} \times 9,8}{\text{Área (mm}^2\text{)}}$$

Onde R= Força em MPa.

ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados obtidos no teste de microtração foram tabulados e analisados estatisticamente, por meio da análise de variância (ANOVA) com medidas repetidas e Teste de Tukey com nível de significância de 0,05 ($p \leq 0,05$).

ANÁLISE DO PADRÃO DE FRATURA – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Após o ensaio de microtração, as amostras foram fixadas em stubs, com auxílio de fita adesiva dupla face de carbono, e levadas a um metalizador (SCD 050, BAL-TEC AG, Balzers, Principado de Liechtenstein) para as superfícies de fratura serem revestidas com liga de ouro-paládio, sob alto vácuo. Foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (JSM 5600 LV, JEOL, Tóquio, Japão), para avaliar os padrões de fratura e estes padrões foram classificados como: (1) coesiva em dentina, (2) adesiva, (3) coesiva na resina e (4) mista.

PREPARO DOS DENTES PARA O TESTE DE MICROCISALHAMENTO EM ESMALTE:

Para o teste de microcissalhamento foram utilizados 42 terceiros molares hígidos recém-extraídos (Figura 1). Os dentes foram submetidos à raspagem manual com cureta periodontal para remoção de debris orgânicos, e polidos com

escovas de Robinson (Microdont, São Paulo, SP, Brasil) em baixa rotação, e pedra pomes (SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) seguida de abundante lavagem com água destilada para remoção de resíduos. Após esta etapa, os dentes foram armazenados em uma solução de timol 0,1% a uma temperatura de 4°C até o momento da sua utilização no trabalho, não ultrapassando o tempo de três meses após a sua extração.

Para obtenção dos espécimes de esmalte foi realizado um corte com disco diamantado dupla-face (KG Sorensen Ind e Com. LTDA, Barueri, SP, Brasil) em peça de mão, no terço médio da raiz, para remoção da região radicular dos dentes (Figura 10). Em seguida, foi realizado um corte no sentido ocluso-gengival no centro da coroa do dente, sendo gerados dois fragmentos: mesial e distal (Figura 11), obtendo-se o total de 84 fragmentos.

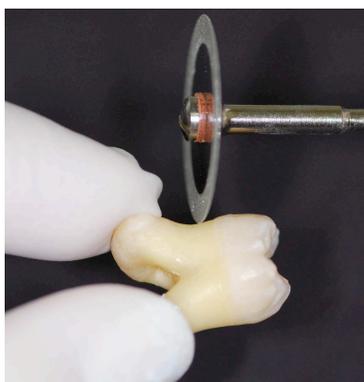


Figura 10: Remoção da região radicular dos dentes.



Figura 11: Fragmentos obtidos.

INCLUSÃO DOS FRAGMENTOS

A fim de se proporcionar o posicionamento dos corpos de prova na máquina de ensaio para microcisalhamento, a porção interna dos fragmentos dos dentes foi incluída em resina de poliestireno (*Piraglass, Piracicaba, SP, Brasil*) de forma que a superfície vestibular dos dentes ficasse exposta. A resina de poliestireno foi preparada na proporção de 2% (100g de resina para 2g de catalisador) e vertida no interior de tubos de PVC. Após um período de aproximadamente quatro horas, a resina já se encontrava polimerizada e os fragmentos de dentes puderam ser removidos dos anéis de PVC (Figura 12).



Figura 12: Fragmento incluído em resina de poliestireno.

PREPARO DO SUBSTRATO

Previamente a aplicação dos sistemas adesivos, a superfície em esmalte foi polida com lixas de carvão de silício (Carburundum, Saint-Gobain Abrasivos LTDA, Guarulhos, SP, Brasil) com granulação 600, acopladas em politriz mecânica (Maxi Grind Solotest, São Paulo, SP, Brasil), sob constante irrigação a água, pelo tempo de 30 segundos para planificação da superfície (Figura 13).

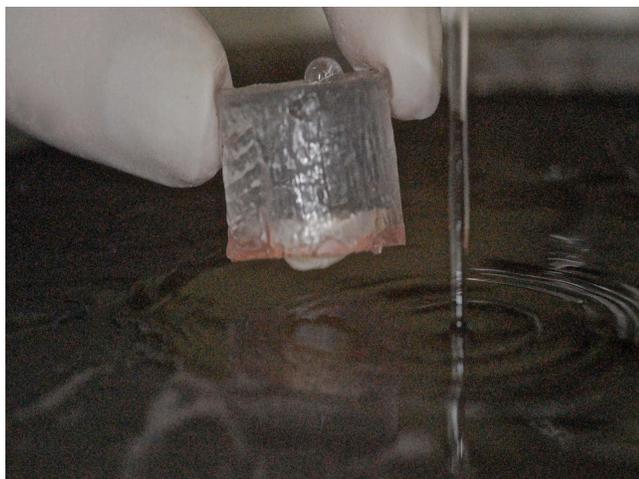


Figura 13: Padronização da superfície de esmalte com lixas de carbetto de silício 600 acopladas em politriz mecânica.

DISTRIBUIÇÃO NOS GRUPOS EXPERIMENTAIS

Os fragmentos de dentes foram distribuídos, por sorteio, de acordo com os sistemas adesivos (Tabela 3) em 12 grupos experimentais com sete corpos de prova cada para o ensaio de microcisalhamento.

Tabela 3 – Esquema de distribuição dos grupos experimentais para o ensaio de microcisalhamento.

GRUPOS*	SISTEMAS ADESIVOS
Grupos 1/7	Sistema Adesivo Single Bond 2
Grupos 2/8	Sistema Adesivo Adper Scotchbond Multiuso
Grupos 3/9	Sistema Adesivo Adper SE Plus
Grupos 4/10	Sistema Adesivo P90
Grupos 5/11	Ácido Fosfórico + Sistema Adesivo Adper SE Plus
Grupos 6/12	Ácido Fosfórico + Sistema Adesivo P90

*Grupos de 1/6 - 24 horas e Grupos de 7/12 - seis meses de armazenamento.

APLICAÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS

Para a aplicação dos sistemas adesivos foram seguidas as instruções dos fabricantes, de acordo com a Tabela 2, sendo que para os Grupos 5,6,11 e 12 foi previamente aplicado ácido fosfórico a 35% (3M ESPE) por 15 segundos na superfície do esmalte, seguida de lavagem da superfície por 10 segundos e secagem com papel absorvente. Para a posterior aplicação do primer e adesivo. Para a fotoativação do sistema adesivo foi utilizado um aparelho LED de segunda geração, Bluephase 16i- da Vivadent com intensidade de luz de 1100 mW/cm² (Figura 6) pelo tempo recomendado pelo fabricante.

APLICAÇÃO DO ADESIVO E DO MATERIAL RESTAURADOR A BASE DE SILORANO

Após a aplicação do sistema adesivo relacionado a cada grupo, foi realizada a aplicação do adesivo da resina a base de silorano. Antes da fotoativação deste sistema adesivo, duas matrizes tipo tygon- Microbore (TGY-030, Small Parts Inc.) foram adaptadas sob a superfície do esmalte, com o auxílio de uma pinça clínica, sendo então o sistema adesivo fotoativado por 10 segundos com a ponta ativa do aparelho de fotoativação posicionada junto a matriz de tygon.

O próximo passo foi a inserção da resina composta Filtek P90 cor A2 (3M ESPE) na matriz de tygon, sendo fotopolimerizada por 40 segundos com aparelho aparelho LED de segunda geração, Bluephase 16i-Vivadent com intensidade de luz de 1100 mW/cm², o mesmo utilizado para a fotoativação dos sistemas adesivos. Terminada a confecção dos cilindros de resina composta, as matrizes de tygon foram removidas com o auxílio de uma lâmina de bisturi, obtendo-se os corpos de prova (Figura 14), que ficaram imersos em água destilada,

armazenados por 24 horas a 37°C e as amostras dos grupos envelhecimentos (Grupos 6 a 12) ficaram armazenadas sob as mesmas condições por um período de seis meses.



Figura 14: Corpos de prova.

ENSAIO DE MICROCISALHAMENTO

Foram selecionados, de maneira aleatória, sete fragmentos dentais de cada grupo de adesivo para o teste de microcisalhamento imediato e o restante dos corpos de prova continuaram armazenados para a realização do teste após seis meses.

O ensaio de microcisalhamento foi realizado em máquina de ensaio universal EZ Test- L (Shimadzu Corporation, Tokyo, Japão) à velocidade de 0,5 mm/minuto. Os corpos de prova foram fixados ao mordente inferior da máquina de ensaio universal, para isso, cada corpo de prova foi alojado horizontalmente numa luva metálica. No mordente superior foi fixada a extremidade do dispositivo utilizado para o carregamento de tração contendo fio ortodôntico de 0,3 mm de diâmetro por 5 cm de comprimento, formando uma alça que envolvia o corpo de prova de resina aderido à superfície de esmalte (Figura 15), para realizar o esforço de cisalhamento, resultando no microcisalhamento.



Figura 15:Corpo de prova posicionado na máquina de ensaio universal EZ Test- L.

A resistência ao microcisalhamento, em Mega Pascal (MPa), foi calculada após a mensuração da área adesiva com um paquímetro digital, de acordo com a fórmula.

$$R = \frac{\text{Força (Kgf)} \times 9,8}{\text{Área (mm}^2\text{)}}$$

Onde R= Força em MPa.

ANÁLISE ESTATÍSTICA

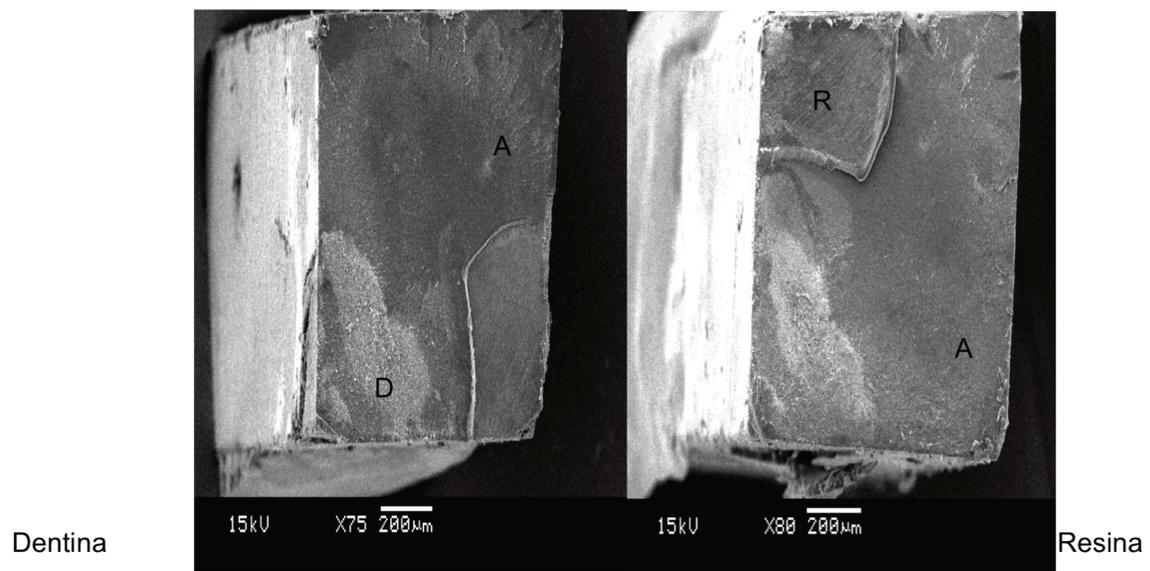
Os resultados obtidos no teste de microcisalhamento foram tabulados e analisados estatisticamente, por meio da análise de variância (ANOVA) com medidas repetidas e Teste de Tukey com nível de significância de 0,05 ($p \leq 0,05$).

ANÁLISE DO PADRÃO DE FRATURA - LUPA ESTEREOSCÓPICA

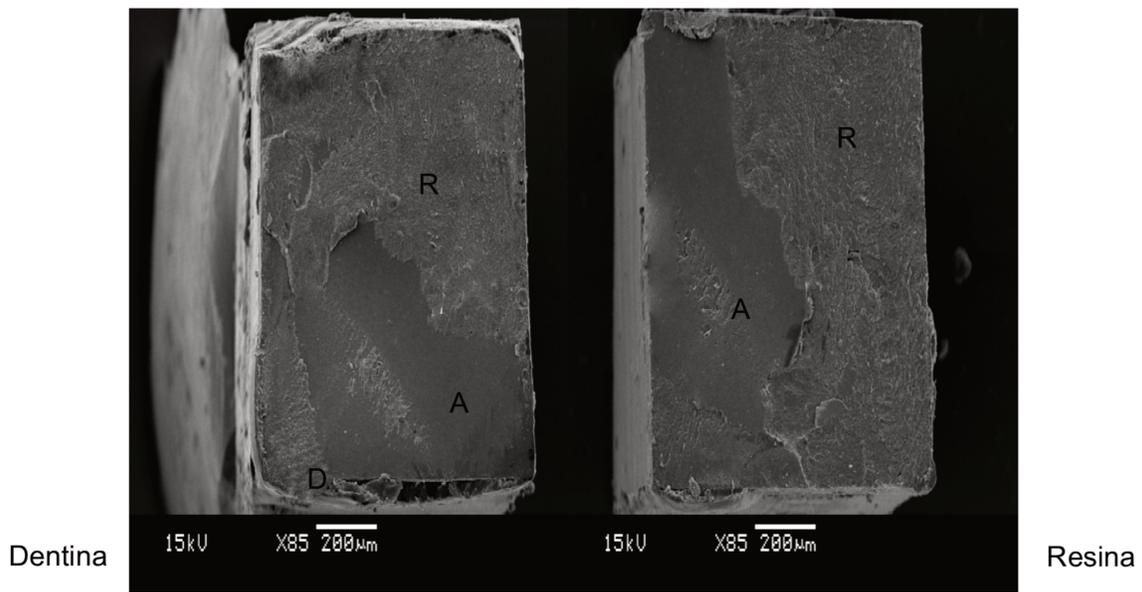
Após o teste de microcisalhamento o padrão de fratura de cada espécime foi avaliado com o auxílio de uma lupa estereoscópica (Meiji 200, Meiji Techno, Tokyo, Japan), com aumento de 40 vezes. Para avaliar os padrões de fratura e estes padrões foram classificados como: (1) coesiva em esmalte, (2) adesiva, (3) coesiva na resina e (4) mista.

APÊNDICE 2

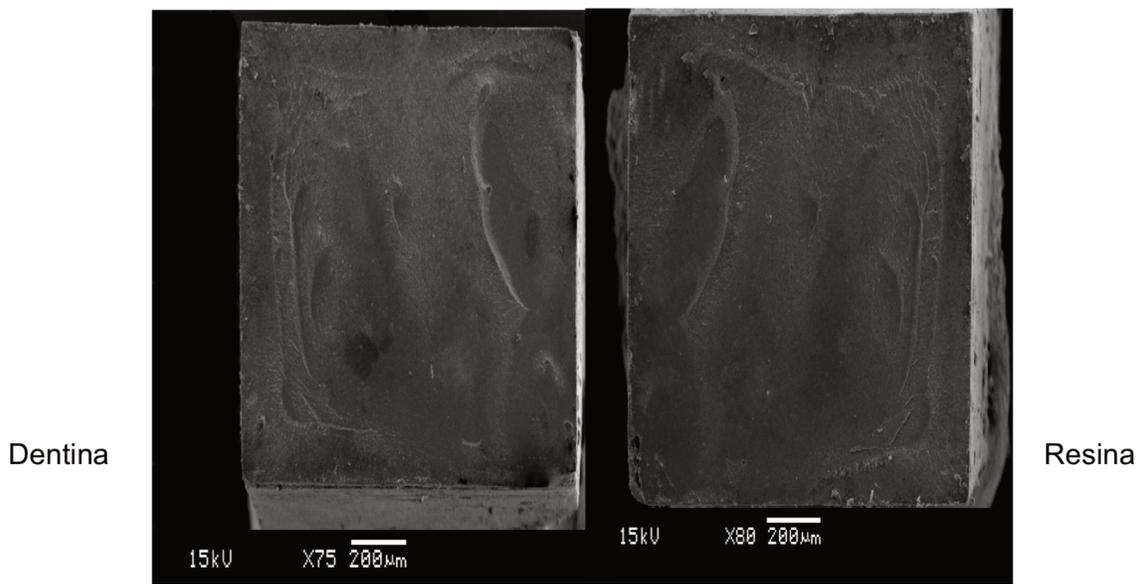
2- Microscopias Eletrônicas – Padrão de fraturas



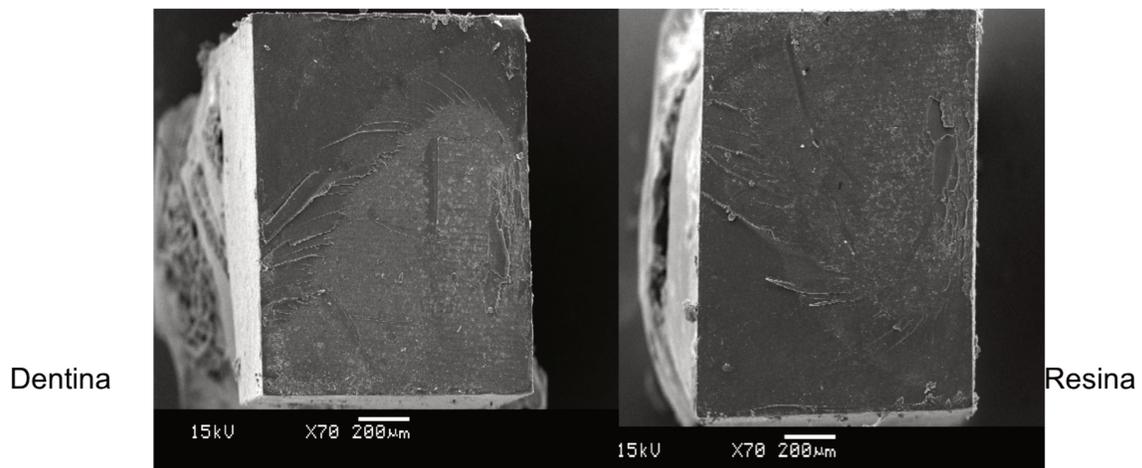
Figuras 1 e 2: Padrão de fratura mista do sistema adesivo Filtek P90. Fratura predominante nos tempos de 24h e 6 meses.



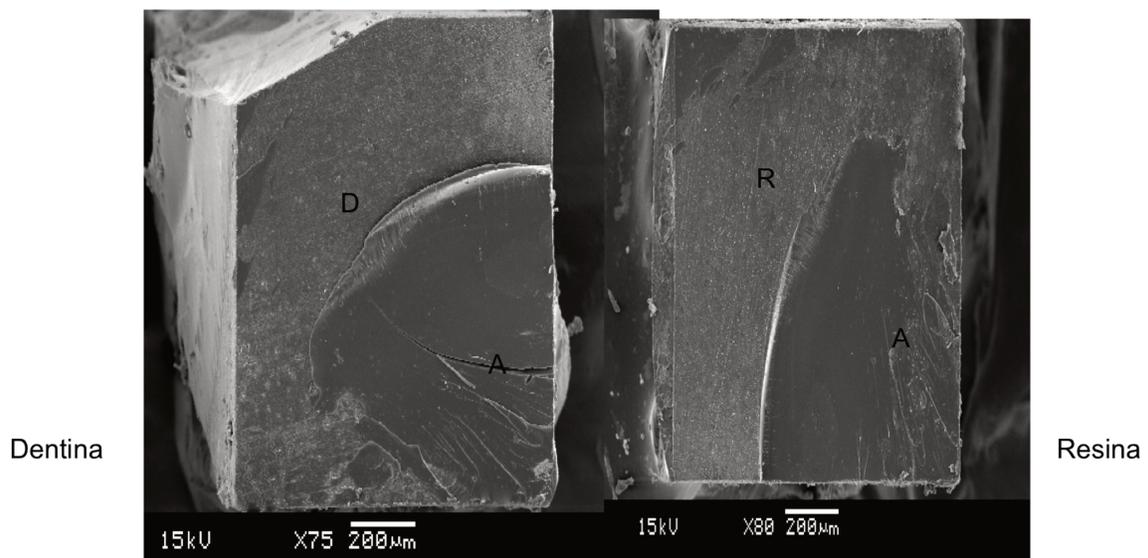
Figuras 3 e 4: Padrão de fratura mista do sistema adesivo Adper Single Bond 2. Fratura predominante no tempo de 24h.



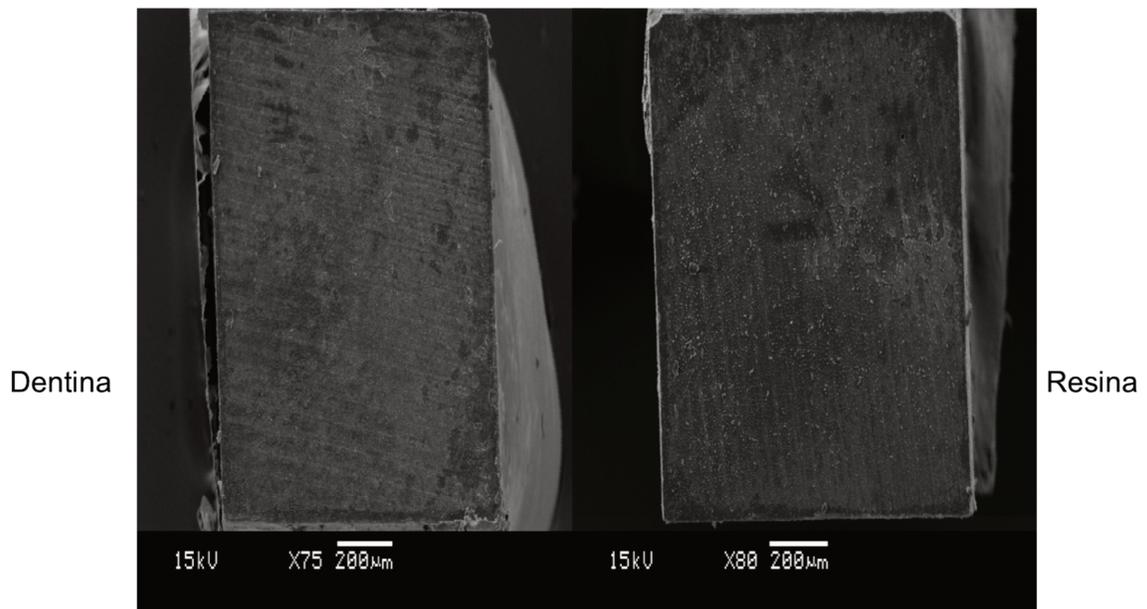
Figuras 5 e 6: Padrão de fratura adesiva do sistema adesivo Adper Single Bond 2. Fratura predominante no tempo de 6 meses.



Figuras 7 e 8: Padrão de fratura adesiva do sistema adesivo Adper SE Plus. Fratura predominante nos tempos de 24h e 6 meses.



Figuras 9 e 10: Padrão de fratura mista do sistema adesivo Adper Scotchbond Multipurpose. Fratura predominante no tempo de 24h.



Figuras 11 e 12: Padrão de fratura adesiva do sistema adesivo Adper Scotchbond Multipurpose. Fratura predominante no tempo de 6 meses.



**COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**



CERTIFICADO

O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa **"Avaliação de diferentes sistemas adesivos na resistência de união de um compósito a base de silorano, após 24 horas ou 6 meses de armazenamento"**, protocolo nº 001/2013, dos pesquisadores Giulliana Panfiglio Soares e Flávio Henrique Baggio Aguiar, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde - Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 16/01/2013.

The Ethics Committee in Research of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that the project **"Evaluation of different adhesive systems on the bond strength of a silorane based resin after 24 hours or 6 months of storage"**, register number 001/2013, of Giulliana Panfiglio Soares and Flávio Henrique Baggio Aguiar, 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 01/16/2013.

Profa. Dra. Livia Maria Andaló Tenuta
Secretária
CEP/FOP/UNICAMP

Prof. Dr. Jacks Jorge Junior
Coordenador
CEP/FOP/UNICAMP

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.

Certificado do Comitê de Ética em Pesquisa, FOP-UNICAMP

ANEXO