



UNICAMP

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



LUCIANA ANDREA SALVIO

Cirurgiã - Dentista

**RESISTÊNCIA DA UNIÃO E QUALIDADE DE CAMADA HÍBRIDA
SEGUNDO A FORMA DE INTERAÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS
COM A DENTINA**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do grau de Doutora em Materiais Dentários. Área de Materiais Dentários.

**PIRACICABA
2006**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

LUCIANA ANDREA SALVIO

Cirurgiã - Dentista

**RESISTÊNCIA DA UNIÃO E QUALIDADE DE CAMADA HÍBRIDA
SEGUNDO A FORMA DE INTERAÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS
COM A DENTINA**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do grau de Doutora em Materiais Dentários. Área Materiais Dentários.

Orientador:

Prof. Dr. Mário Fernando de Goes

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Carlos Eduardo Francci
Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho
Profa. Dra. Marcela Rocha de Oliveira Carrilho
Prof. Dr. Paulo Henrique dos Santos

**PIRACICABA
2006**

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

Bibliotecário: Marilene Girello – CRB-8ª / 6159

Sa39r

Salvio, Luciana Andrea.

Resistência da união e qualidade de camada híbrida segundo a forma de interação dos sistemas adesivos com a dentina. / Luciana Andrea Salvio. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2006.

Orientador: Mário Fernando de Goes.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Nitrato de prata. 3. Metenamina. I. Goes, Mário Fernando de. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

(mg/fop)

Título em inglês: Tensile bond strength and quality of hybrid layer of adhesive systems according to dentin interaction

Palavras-chave em inglês (*Keywords*): 1. Dental materials. 2. Silver nitrate. 3. Methenamine

Área de concentração: Materiais Dentários

Titulação: Doutor em Materiais Dentários

Banca examinadora: Mário Fernando de Goes, Paulo Henrique dos Santos, Carlos Eduardo Francci, Marcela Rocha de Oliveira Carrilho, Lourenço Correr Sobrinho

Data da defesa: 02/03/2006



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 02 de Março de 2006, considerou a candidata LUCIANA ANDREA SALVIO aprovada.

PROF. DR. MARIO FERNANDO DE GOES

PROF. DR. PAULO HENRIQUE DOS SANTOS

PROF. DR. CARLOS EDUARDO FRANCCI

PROFa. DRa. MARCELA ROCHA DE OLIVEIRA CARRILHO

PROF. DR. LOURENÇO CORRER SOBRINHO

Dedicatória

Aos meus pais, **Claudinei** e **Suzana**,

Pelo ensinamento, incentivo, permissão e sustento de vãos tão altos; nos quais,
ao longo de toda trajetória, adquiri conhecimentos e títulos; mas principalmente,
por ter criado raízes tão fortes para que sempre pudesse voltar.

Às minhas irmãs, **Ana Gabriela** e **Ana Carolina** e, ao meu noivo, **José Eduardo**,

Por toda amizade, paciência e amor durante as diferentes etapas percorridas, os
quais serviram de alicerce para que pudesse alcançar os objetivos.

E a todos meus **Familiares**,

Pelo carinho, compreensão e apoio recebidos.

Agradecimento Especial

Ao Prof. Dr. Mário Fernando de Goes,

Merecedor da designa “Mestre”, pelo enriquecido saber e busca incansável de novos conhecimentos. A você, que incondicionalmente aceitou, acreditou e fez este momento tornar-se realidade na minha vida, meus sinceros agradecimentos.

Agradecimentos

À Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do seu Diretor Prof. Dr. Thales Rocha de Mattos Filho e do Diretor Associado Prof. Dr. Mário Fernando de Goes.

Ao Prof. Dr. Simonides Consani, Titular da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela competência e constante colaboração durante o Programa de Pós-Graduação.

Ao Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, Titular da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela amizade e, em especial, pela orientação segura durante o curso de mestrado do Programa de Pós-Graduação.

Ao Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, Professor Doutor da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela amizade e ensinamentos transmitidos no transcorrer de minha formação profissional.

À Prof^a. Dr^a. Regina Maria Puppim Rontani, Professora Doutora da Área de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pelos conhecimentos transmitidos durante o Programa de Pós-Graduação.

À Prof^a. Dr^a. Marcela Rocha de Oliveira Carrilho, Professora colaboradora da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela amizade, convívio e conhecimentos transmitidos durante o Programa de Pós-Graduação.

Ao Engenheiro Mecânico Marcos Blanco Cangiani, Técnico Especializado da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela amizade e constante auxílio na solução das dificuldades encontradas durante o Programa de Pós-Graduação.

À funcionária Selma Aparecida Barbosa Segalla, Técnica de Laboratório da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela amizade, confiança, carinho, paciência e presteza durante o Programa de Pós-Graduação.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pela concessão de bolsa de doutorado.

Ao Biólogo Adriano Luis Martins, pela amizade e co-orientação técnica para a realização do presente estudo.

À Eliene Aparecida Orsini Narvaes Romani, pela amizade e conhecimentos transmitidos.

À secretária Luciane Aparecida Duarte Sattolo, pela compreensão e apoio nas horas mais difíceis.

À bibliotecária Marilene Girello, pela organização das referências bibliográficas.

Ao meu colega, Murilo Baena Lopes, pela amizade e críticas construtivas, mesmo à distância, durante nossa formação profissional.

Ao meu colega, Vinícius Di Hipólito, pela amizade e constante auxílio na parte técnica do presente estudo.

Às minhas amigas Juliana, Naná, Ana Flávia e Fabíola pela amizade, pelo convívio e apoio durante esta fase.

E a todos, que de uma forma ou de outra, participaram durante esta etapa da minha vida e me ajudaram a concretizá-la.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS.

SUMÁRIO

| | |
|--|----|
| RESUMO..... | 01 |
| ABSTRACT..... | 03 |
| 1 – INTRODUÇÃO..... | 05 |
| 2 – REVISÃO DE LITERATURA..... | 11 |
| 2.1 Esmalte..... | 11 |
| 2.2 Dentina..... | 12 |
| 2.2.1. Composição e Estrutura Micromorfológica..... | 12 |
| 2.2.2 Propriedades Físicas..... | 15 |
| 2.2.3 Estratégias de união..... | 18 |
| 2.2.3.1 Técnica úmida de hibridização..... | 20 |
| 2.2.3.2 Sistemas adesivos autocondicionantes..... | 22 |
| 2.3 Nanoinfiltração..... | 26 |
| 2.4 Microscopia Eletrônica..... | 33 |
| 2.5 Testes mecânicos para avaliação da resistência da união..... | 35 |
| 3 – PROPOSIÇÃO..... | 37 |
| 4 – MATERIAIS E MÉTODO..... | 39 |
| 4.1 Avaliação da resistência da união à tração..... | 39 |
| 4.1.1 Obtenção dos espécimes | 39 |
| 4.1.2 Teste de tração da união à dentina | 42 |
| 4.2. Avaliação da qualidade da camada híbrida..... | 44 |
| 4.2.1 Preparação das amostras..... | 44 |
| 4.2.2 Procedimentos de união..... | 45 |
| 5 – RESULTADOS..... | 51 |
| 5.1 Ensaio de resistência de união à tração..... | 51 |
| 5.2 Análise do padrão de fratura..... | 53 |
| 5.3 Qualidade de camada híbrida..... | 61 |
| 6 – DISCUSSÃO | 69 |
| 7 – CONCLUSÕES..... | 79 |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 81 |
| ANEXOS..... | 93 |

RESUMO

O objetivo foi avaliar a resistência da união e qualidade de camada híbrida de acordo com o modo de interação de diferentes sistemas adesivos com a dentina. Para a avaliação da resistência da união à tração foram utilizados sete terceiros molares humanos hígidos, os quais foram submetidos cortes perpendiculares ao longo eixo do dente para obtenção de superfícies planas de dentina média. Estas foram seccionadas em quatro partes iguais, por dois cortes perpendiculares entre si. Os sistemas de “passo único” Adper Prompt (ADP) e Xeno III (XE); de “dois passos” Clearfil SE Bond (SE) e Adhe SE (ADSE); e o Single Bond (SB) foram aplicados sobre as superfícies dentinárias seguindo as instruções dos fabricantes. Sobre a dentina tratada foi construído um bloco de resina composta (Filtek Z250, 3M/ESPE) com 5 mm de altura. Após 24 h, cada espécime foi seccionado de modo a obter espécimes com formato de “palito” com área média de 1mm² para a realização do teste de tração. Os padrões de fratura foram examinados em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os valores foram submetidos à análise da variância e ao teste Tukey (p<0,05). Para a avaliação da qualidade de camada híbrida foram utilizados 15 terceiros molares, dos quais, através de cortes perpendiculares ao longo eixo, foram obtidas duas superfícies planas e adjacentes de dentina média por dente. Sobre estas duas superfícies adjacentes, foi aplicado o mesmo sistema adesivo. A seguir, entre as superfícies hibridizadas foi aplicada uma resina de baixa viscosidade de modo a uni-las formando um bloco composto por dentina-resina-dentina após a polimerização. Decorridas 24h cada bloco foi cortado no sentido méso-distal criando 12 interfaces por adesivo; 4 interfaces foram submetidas à técnica de pigmentação com nitrato de prata amoniacal; 4 à técnica de pigmentação com metenamina de prata; e 2 serviram de controle. Todas as interfaces foram observadas sob MEV. As médias de resistência de união, em MPa, foram: SE (51,48 ± 15,24); ADSE (37,08 ± 12,55); XE (36,24 ± 11,95); SB (26,20 ± 4,39) e ADP (24,92 ± 6,17). Houve predominância de fraturas do tipo mista entre adesivo e camada híbrida para SB, ADSE e XE; e fratura coesiva na camada de adesivo

para SE e ADP. Em relação à qualidade de camada híbrida, SB mostrou maior intensidade na deposição de grãos de prata metálica na camada híbrida quando comparado aos outros sistemas. SE e ADSE apresentaram deposições de grãos de prata metálica semelhantes entre si e em menor intensidade comparada com os demais grupos. XE e ADP mostraram quantias moderadas de grãos prata metálica na camada híbrida e, diferentemente dos demais, dentro da camada de adesivo. Áreas de nanoinfiltração no interior da interface de união puderam ser identificadas tanto pela solução de nitrato de prata amoniacal como também pela solução de metenamina de prata. De acordo com o modo de interação dos sistemas adesivos com a dentina há formação de diferentes padrões de camada híbrida que, provavelmente, influenciou nos valores de resistência de união.

ABSTRACT

This study evaluated the bond strength and hybrid layer formation between different adhesive systems and dentine. To evaluate the bond strength, seven molars fresh extracted were sectioned in multiple parallel layers. The middle dentine layers were selected and sectioned into four equal pieces perpendicular to the previous sections. The “one step” self-etching adhesive systems Adper Prompt (ADP) and XENO III (XE); the “two steps” self-etching adhesive systems Clearfil SE Bond (SE) and Adhe SE (ADSE) and the “total-etch” adhesive Single Bond (SB) were applied on dentine surfaces according to the manufactures’ instructions. A block of resin (Filtek Z250, 3M/ESPE) of 5 mm height was built in three increments, each one light cured for 20 seconds, on the treated dentine. The specimens were stored in 37°C distilled water for 24h and then sectioned in X and Y directions to obtain 1 mm² area sticks. The sticks were submitted to a microtensile bond strength test in a universal testing machine (Instron 4411) at a crosshead speed of 0.5mm/min. The results were submitted to one-way analysis of variance and Tukey’s test at a 5% level of significance. To evaluate the hybrid layer, 15 third molars were used. Two adjacent flat surfaces of middle dentine were obtained for each tooth. The same adhesive system was applied on these two adjacent surfaces, which were applied according to manufacturers' instructions. A resin “sandwich” block of dentine/resin/dentine was made filling the two adjacent slices with a low viscosity resin, which was polymerized for 20s. After 24 h, each block was mesio-distally sectioned producing 12 interfaces per adhesive. Four interfaces were stained with ammoniacal silver nitrate solution and 4 with silver methenamine solution. The other four were kept without stain and used as a control group. All the interfaces were observed under SEM. The bond strength means, in MPa, were: SE (51.48 ± 15.24); ADSE (37.08 ± 12.55); XE (36.24 ± 11.95); SB (26.20 ± 4.39) and ADP (24.92 ± 6.17). There was prevalence of mixed failure between adhesive and hybrid layer for SB, ADSE and XE; and prevalence of cohesive failure in the adhesive layer for SE and ADP. According to the hybrid layer, SB showed a greater intensity of silver grains deposition than the other

systems. SE and ADSE presented similar silver grains depositions but in a small quantity. XE and ADP differing from the others, not only showed moderate amounts of silver grains in the hybrid layer, but also inside the adhesive layer. It was possible to identify nanoleakage inside the bond interface with both used stains. According to the interactions of the adhesive systems with dentine, there were different hybrid layer patterns, which may influence the bond strength.

1 INTRODUÇÃO

A utilização de sistemas adesivos como forma de união efetiva entre o material restaurador e o substrato dental tem proporcionado intervenções clínicas restauradoras com remoção mínima de tecido dental (Van Meerbeek *et al.*, 2003) durante o preparo cavitário.

Nakabayashi *et al.*, em 1982, utilizando ácidos fracos produziram a desmineralização da superfície da dentina e condições para a difusão de monômeros hidrófilos e hidrófobos nos espaços deixados pela hidroxiapatita e o envolvimento das fibrilas colágenas. Após a polimerização, a região de interdifusão composta pelas fibrilas colágenas envolta pela rede de polímeros produziu o selamento da dentina e uma zona ácido-resistente responsável pela união entre o compósito odontológico restaurador e a dentina, denominada camada híbrida.

Conceitualmente existem duas formas para o procedimento técnico de interação dos sistemas adesivos com o tecido dentário para obtenção da camada híbrida (Kanca, 1992; Tay *et al.*, 1996a; Ferrari & Tay, 2003; Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005a). Na primeira delas, denominada de técnica úmida, o condicionamento é feito com ácido fosfórico na concentração de 30 a 40% aplicado diretamente e simultaneamente sobre as superfícies do esmalte e da dentina. No esmalte o ácido fosfórico produz microporosidades por meio da dissolução seletiva dos cristais de hidroxiapatita; e, na dentina, remove totalmente a *smear layer* e desmineraliza de 5 a 8 μm da região subjacente (Perdigão *et al.*, 1992). Os sistemas que utilizam a técnica úmida podem se apresentar em duas diferentes formas comerciais de acordo com os passos de aplicação clínica. Uma das formas comerciais apresenta as soluções do *primer* e do adesivo contidos em frascos separados. O *primer* apresenta em sua composição monômeros hidrófilos (HEMA, 2 - hidroxietil metacrilato) dissolvidos em solventes orgânicos (acetona, álcool e/ou água). Os *primers* são responsáveis pela modificação da superfície

das fibrilas colágenas e manutenção dos espaços na região desmineralizada do substrato dentinário. Em outro frasco, a solução de adesivo é composta por monômeros hidrófobos (BisGMA, TEGDMA e UDMA) em maior quantidade e, em menor concentração, os monômeros hidrófilos. Cabe ao adesivo a função de difundir radicais livres na massa de compósito restaurador para produzir a copolimerização e união com a dentina. Uma versão simplificada dos sistemas que utilizam a técnica úmida para hibridização reuniu concentrações quimicamente balanceadas de monômeros hidrófilos e hidrófobos, dissolvidos em solventes orgânicos, em um único frasco. Nesta versão, inicialmente, a solução é fluida e se comporta como *primer*. Após a volatilização do solvente, a solução torna-se mais viscosa e comporta-se como adesivo para unir-se ao compósito restaurador.

A segunda forma, denominada de técnica autocondicionante, utiliza monômeros hidrófilos ácidos para a desmineralização do esmalte e dentina simultaneamente a infiltração. Os monômeros hidrófilos ácidos são constituídos por moléculas bifuncionais. Em um dos lados a molécula apresenta grupamentos fosfóricos, responsáveis pela desmineralização do substrato; e do outro lado, grupamentos orgânicos (HEMA) que preparam a superfície desmineralizada para a união com o adesivo (Watanabe *et al.*, 1990; 1992; 1994). Dessa forma, o monômero é aplicado sobre a dentina seca, atravessa a lama dentinária, desmineraliza entre 1 a 3µm do tecido adjacente e ao mesmo tempo se infiltra nos espaços entre as fibrilas colágenas. Neste procedimento, a lavagem da superfície dentinária não é necessária, proporcionando a simplificação da técnica (Watanabe *et al.*, 1990; 1992; 1994).

Com isso, a técnica úmida é considerada mais crítica em função da dificuldade em manter a umidade na superfície dentinária desmineralizada e, ao mesmo tempo, os espaços entre as fibrilas colágenas (Pashley *et al.*, 1993; Sano *et al.*, 1995a; Tay *et al.*, 1996b; Perdigão *et al.*, 1999). O excesso de água ou a desidratação da dentina pode comprometer negativamente a resistência da união entre o tecido dental e o compósito odontológico restaurador (Tay *et al.*, 1998b; Spencer & Swafford, 1999). Além disso, elevadas concentrações de ácido

fosfórico e tempo de aplicação deste (Hashimoto *et al.*, 2000) podem produzir uma desmineralização maior que a capacidade de penetração do adesivo deixando a região mais profunda da dentina desmineralizada sem o completo preenchimento pelo adesivo (Paul *et al.*, 1999; Perdigão *et al.*, 1999). Dessa forma, as fibrilas colágenas expostas ao meio intrinsecamente úmido e complexo tornam-se susceptíveis à degradação hidrolítica e ao possível ataque de enzimas (Hashimoto *et al.*, 2001; 2003b). Vários estudos sugerem que as fibrilas colágenas expostas e não encapsuladas pelos monômeros promoveram diminuição da resistência da união e, conseqüentemente, comprometimento da longevidade da restauração (Perdigão *et al.*, 1999; Spencer & Swafford, 1999; Sano *et al.*, 1994b e 1995a; Tay *et al.*, 2000; Hashimoto *et al.*, 2001 e 2003b; Armstrong *et al.*, 2003). Clinicamente, a discrepância entre as áreas desmineralizadas e não infiltradas é responsável pela sensibilidade pós-operatória e dor quando forças oclusais incidirem sobre a restauração (Tay *et al.*, 1998a).

No caso dos sistemas autocondicionantes, o monômero ácido que possui um pH igual a 2, não desmineraliza totalmente a superfície da dentina e deixa cristais de hidroxiapatita entre as fibrilas colágenas que também são envolvidas pelo adesivo, proporcionando assim, além da retenção mecânica uma união química entre o remanescente mineral e o monômero ácido (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Yoshida *et al.*, 2004). Assim, de maneira geral, os sistemas autocondicionantes desmineralizam parcialmente a dentina e simultaneamente infiltram-se pela região envolvendo as fibrilas colágenas e os cristais de hidroxiapatita residuais, formando camadas híbridas homogêneas, contínuas e menos espessas que àquelas constituídas pelos sistemas adesivos que utilizam a técnica úmida. Apesar desse conceito de desmineralização e difusão simultânea do adesivo, ainda é possível observar áreas na base da camada híbrida na qual as fibrilas colágenas não foram totalmente envolvidas pelo adesivo, segundo De Goes & Montes (2004). Além disso, é provável que o conteúdo de água presente na composição, fique retido no interior da interface de união adesivo-dentina e seja responsável por uma incompleta polimerização da camada híbrida, com

conseqüente redução nos valores de resistência de união (Moll & Haller, 2000; Jacobsen & Söderholm, 1995).

Comercialmente, os sistemas autocondicionantes apresentam-se em dois frascos separadamente. Em um frasco estão contidos os monômeros hidrófilos ácidos bifuncionais; e em outro frasco estão os monômeros hidrófobos. Neste tipo de sistema o pH é igual a 2 e são necessárias duas etapas para a obtenção da camada híbrida. Para facilitar e agilizar o procedimento de união, os fabricantes desenvolveram sistemas adesivos autocondicionantes (*all-in-one*) que reúnem as três etapas do procedimento de união em uma única e simples aplicação da solução sobre a superfície dentinária. Entretanto, a simplificação do procedimento técnico também alterou o pH da solução para aproximadamente 1 ou 1,5 (Van Meerbeek, 2003). Além disso, a instabilidade química dos componentes dos adesivos contidos em um único frasco e a maior quantidade de água, utilizada como solvente e como iniciadora na ionização do ácido (Van Meerbeek *et al.*, 1999; Tay & Pashley, 2001) são fatores que influenciam na obtenção de uma camada híbrida estável. Uma das evidências resultantes desses fatores está relacionada à significativa redução na resistência de união (Bouillaguet *et al.*, 2001).

Apesar das diferentes maneiras dos adesivos interagirem com o substrato dentinário, a camada híbrida sempre é formada e representa o elo responsável pela união. Entretanto, Sano *et al.*, em 1994a, demonstraram que esta camada híbrida não é maciça e que apresenta microporos mesmo na ausência de fendas marginais. Estes poros foram evidenciados através da penetração de solução traçadora de nitrato de prata e o fenômeno foi denominado de nanoinfiltração. No entanto, Tay *et al.*, em 2002a, questionaram a agressividade da solução traçadora de nitrato de prata. De acordo com estes autores, esta solução apresenta pH igual a 4,2 na qual os espécimes permaneciam imersos durante 24 horas. Assim, a acidez da solução poderia provocar a dissolução de cristais de hidroxiapatita e fosfato de cálcio amorfo remanescentes na interface e a desmineralização poderia ser maior que a real, exacerbando a nanoinfiltração. Assim sendo, uma versão

básica da solução (pH igual 9,5) vem sendo utilizada para identificar a permeabilidade dos sistemas adesivos e resolver o problema da acidez da solução de nitrato de prata convencional. (Sano *et al.*, em 1995b; Pereira *et al.*, 2001; Tay *et al.*, 2002a, 2002b, 2003a, 2003b, 2003c; Reis *et al.*, 2004; Carvalho *et al.*, 2004a).

Além disso, um segundo fator deve ser considerado. Durante o procedimento técnico para isolar a superfície dos espécimes e expor somente as margens da união resina-dentina são aplicadas duas camadas de verniz cosmético. A secagem do espécime é essencial para que o verniz cosmético possa se unir à dentina. Além disso, a evaporação do solvente existente na composição do verniz cosmético leva aproximadamente 15 minutos (Chan & Glyn-Jones, 1993) e a dentina restaurada pode se alterar em 12 minutos (Hansen, 1982). Desta forma, os resultados também poderão ser distorcidos (Agee *et al.*, 2003). Existe ainda a possibilidade de haver uma abertura localizada entre a camada isolante de verniz cosmético e a restauração. Esta fenda, se realmente presente, servirá como entrada adicional para a solução traçadora de nitrato de prata, produzindo uma falsa zona de infiltração, de acordo com Spencer & Swafford, em 1999.

Por outro lado, a solução de metenamina de prata (pH 8.1) preparada a partir de tetramina hexametileno, nitrato de prata e borato de sódio tem sido usada, com sucesso, tanto para a visualização histológica de carboidratos em tecido animal (Gromori, 1946; Grocott, 1955) como também para identificar o colágeno em áreas hipo e não mineralizadas dos tecidos duros dos dentes humanos (Søgaard-Pedersen, 1985; Matthiessen *et al.*, 1985; Søgaard-Petersen *et al.*, 1990) e após o processo de desmineralização com ácido fosfórico e preenchimento com adesivo dentinário All-Bond 2 (Perdigão *et al.*, 1992). Estas prerrogativas indicam que esta solução pode ser aplicada com vantagens na identificação de regiões desmineralizadas da dentina que não foram totalmente infiltradas pela resina adesiva e deixaram as fibrilas colágenas expostas (De Goes & Montes, 2004), sem a necessidade do espécime sofrer desidratação durante o

processamento técnico para observação da interface no microscópio eletrônico de varredura. Além disso, a solução de metenamina também pode ser utilizada nas áreas da interface de união dentina-resina onde o adesivo não foi completamente polimerizado em função da inibição produzida pela água e que apresenta afinidade para colorações específicas a base de sais de prata.

De maneira geral, durante o processo evolutivo dos sistemas adesivos, foram identificadas algumas modificações na composição química e nas concentrações dos monômeros hidrófobos e hidrófilos com a finalidade de simplificar a aplicação clínica. Entretanto, os agentes adesivos contidos em frasco único produzem uma delgada camada híbrida os quais podem apresentar baixo grau de conversão dos monômeros em decorrência da inibição causada pelo oxigênio concentrado no corpo e na superfície da camada de adesivo. Além disso, a adição de monômeros hidrófilos e/ou grupos funcionais ácidos e água, tornou a camada híbrida formada por estes materiais mais permeável à difusão da água proveniente do substrato dentinário para a região entre o adesivo e a resina não polimerizada (Tay *et al.*, 2002b e 2004). A água retida ao longo da interface dentina-resina tanto pode inibir a polimerização da resina adesiva com conseqüente redução da resistência, quanto agir como uma fonte de deterioração da integridade estrutural da zona de união estabelecida com o substrato dental, podendo, assim, comprometer a longevidade da restauração. Dessa forma, este estudo procurou avaliar a resistência de união produzida entre o adesivo e a dentina quando o condicionamento foi feito pela técnica úmida ou autocondicionante, além de verificar se a presença de monômeros hidrófilos, etanol e água na composição dos diferentes adesivos afetam a integridade estrutural da camada híbrida e periferia da área de união dentina-resina adesiva.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 ESMALTE

A união de materiais restauradores tem sido um dos principais objetivos da Odontologia Restauradora desde que Buonocore, em 1955, apresentou um método simples para união de resina acrílica à superfície de esmalte. Neste estudo, o autor verificou que a adesão de discos de resina acrílica à superfície de esmalte poderia ser substancialmente elevada quando este era condicionado com ácido fosfórico a 85% por 30 segundos, do que quando não recebia nenhum tratamento previamente à colocação da resina acrílica. Sua teoria baseou-se em observações referentes à utilização do ácido fosfórico na indústria com a função de promover melhor adesão de tintas e coberturas acrílicas sobre superfícies metálicas. Explicações para tal fenômeno estão relacionadas com aumento da área de superfície devido à remoção de alguns cristais de hidroxiapatita pelo condicionamento ácido e aumento da capacidade de umedecimento da superfície, permitindo assim, contato íntimo da resina acrílica com o esmalte. Entretanto, depois de muitos estudos, fala-se que a união ao esmalte é confiável e estabelecido. Tal premissa baseia-se na homogeneidade e elevada porcentagem de mineralização de sua matriz, pois apresenta cerca de 92 - 96% de material inorgânico e apenas uma pequena quantidade de substância orgânica (1 - 2%) e água (3 - 4%) (Giannini *et al.*, 2004). A dureza do esmalte está relacionada ao elevado conteúdo de mineral e a sua friabilidade é devido ao alto módulo de elasticidade e baixa resistência à tração. Apesar do esmalte ser um tecido extremamente forte, fraturas são identificadas freqüentemente. De acordo com estudo realizado, o esmalte, por ser um substrato anisotrópico, suas propriedades mecânicas são dependentes do tipo e direção das tensões incidentes, assim como a orientação prismática (Giannini *et al.*, 2004). Assim sendo, quando o esmalte é tencionado perpendicularmente à orientação de seus prismas, cargas de baixa intensidade são suficientes para provocar uma fratura. Por outro lado, quando as tensões apresentam-se na direção paralela aos prismas, há necessidade de

triplicar a intensidade para provocar um rompimento na interface (Giannini *et al.*, 2004).

Os objetivos do condicionamento ácido no esmalte são remoção, primeiramente, da película aderida orgânica que o reveste naturalmente; e remoção de cristais prismáticos e interprismáticos da superfície. Essa rugosidade microscópica em decorrência da perda de hidroxiapatita promove aumento da energia superficial favorecendo a infiltração de monômeros no interior das microporosidades. O embricamento micromecânico formado pelos monômeros dentro do esmalte modificado é o fator responsável pela união estável entre resina/ esmalte. Dependendo da concentração do ácido, tipo e tempo de aplicação utilizado para condicionar e desmineralizar a superfície do esmalte há formação de diferentes padrões morfológicos sobre esta superfície (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Entretanto, Pashley *et al.*, em 2001, observaram que a eficiência dos sistemas adesivos autocondicionantes sobre o esmalte intacto é independente da variação da acidez entre os adesivos. Embora, haja formação de padrão de condicionamento diferente dos sistemas convencionais, os adesivos autocondicionantes conseguem estabelecer união estável entre os substratos.

2.2 DENTINA

A dentina, por sua vez, apresenta aspectos peculiares que a diferencia intensamente do esmalte e dos demais tecidos do corpo humano. Assim, faz-se necessário o conhecimento da composição, estrutura micromorfológica e propriedades físicas desse substrato para o total entendimento e compreensão de resultados que envolvem este tecido.

2.2.1 COMPOSIÇÃO E ESTRUTURA MICROMORFOLÓGICA

Dentinogênese é um processo rítmico de formação de dentina durante o desenvolvimento do dente que altera fases de atividade e repouso (Ten Cate, 1994). A dentina é composta quimicamente por 50% em volume de minerais na forma de cristais de apatita, 20% em volume de água e 30% em volume de matriz

orgânica amplamente composta por fibrilas colágenas do tipo I. Entretanto a porcentagem volumétrica dos seus componentes varia de acordo com o tamanho, a forma do elemento dentário, sua localização no arco e com alterações relacionadas a idade ou doenças (Marshall *et al.*, 1997; Ten Cate, 1994).

Micromorfológicamente, a dentina apresenta diversas estruturas tais como: túbulos dentinários, dentina intratubular e intertubular, áreas de calcificação deficiente (dentina interglobular), linhas de crescimento incremental e apenas na porção radicular apresenta a camada granular de Tomes (Marshall *et al.*, 1997). As linhas incrementais de crescimento apresentam-se dispostas perpendicularmente aos túbulos dentinários e revelam o padrão rítmico linear normal de deposição de dentina. Dentre as linhas de crescimento incremental destacam-se as linhas de contorno de Von Ebner e de Owen. A primeira é formada através de deposições diárias de dentina formando linhas separadas por intervalos de 20 µm. A linha de Owen é resultante de curvaturas secundárias simultâneas entre túbulos dentinários adjacentes apresentando centuada deficiência na mineralização (Ten Cate, 1994).

Dentina interglobular refere-se a um termo usado para descrever áreas de dentina não mineralizadas ou hipomineralizadas onde as zonas globulares de mineralização (calcosferitos) não se fusionaram em massa homogênea dentro da dentina madura. Tais áreas são prevalentes em dentes humanos com deficiência de vitamina D ou exposição a elevados níveis de fluoreto durante a dentinogênese. A dentina interglobular é observada, mais freqüentemente, na dentina circumpulpar logo abaixo da dentina do manto, onde o padrão de mineralização é bastante globular. Como tal irregularidade da dentina é um defeito de mineralização e não de formação da matriz, o padrão arquitetural normal dos túbulos permanece inalterado e eles seguem sua orientação ininterrupta através das áreas interglobulares; porém, não se observa dentina intratubular onde os túbulos atravessam os glóbulos (Ten Cate, 1994).

A camada granular de Tomes apresenta-se somente na porção radicular logo abaixo do cemento. Anteriormente, acreditava-se que tais grânulos fossem

diminutas áreas hipomineralizadas de dentina interglobular, porém representam espaços verdadeiros no interior da dentina radicular (Ten Cate, 1994).

Inicialmente, os túbulos dentinários desempenham um importante papel na composição da dentina. No interior dos túbulos dentinários estão contidos os prolongamentos citoplasmáticos dos odontoblastos. Os túbulos convergem em direção à câmara pulpar e, como conseqüência a densidade e orientação tubular variam com a localização dentária. Eles possuem, ainda, maior diâmetro próximo à polpa (2,5 μm) e menor diâmetro próximo à junção amelo-dentinária (JAD), cerca de 0,9 μm (Ten Cate, 1994). Dessa maneira, eles se apresentam em maior número por unidade de área próxima à polpa (45.000 por mm^2) e em menor densidade próximo a JAD (20.000 por mm^2) (Perdigão *et al.*, 1992). Assim, o conteúdo de água é menor na dentina superficial quando comparado com a dentina profunda, pois quantia significativa do total de água está confinada dentro dos túbulos dentinários. Na dentina radicular a densidade tubular é baixa (Marshall *et al.*, 1997).

A natureza tubular da dentina confere um grau incomum de permeabilidade a esse tecido duro e intrinsecamente úmido. De acordo, com a teoria hidrodinâmica, quando o esmalte é perdido e a dentina apresenta-se exposta, estímulos externos causam movimentação do fluido contido dentro dos túbulos dentinários, os quais ativam os nervos pulpares causando dor. Essa movimentação dos fluidos no interior dos túbulos dentinários é denominada de permeabilidade transdentinária responsável pela sensibilidade e umidade do substrato. A difusão de substâncias exteriores para o interior dos túbulos dentinários é conhecida como permeabilidade intratubular (Pashley & Carvalho, 1997).

O lúmen dos túbulos dentinários é delimitado por uma matriz altamente mineralizada contendo elevada concentração de cristais de apatita e pouca matriz orgânica formando a dentina intratubular (Marshall *et al.*, 1997). A dentina intratubular foi formada através da deposição de matriz dentinária no interior dos túbulos pelos odontoblastos durante a dentinogênese (Ten Cate, 1994). A

quantidade de mineral apresenta-se relativamente constante por toda extensão dentinária (Nakabayashi & Pashley, 1998).

Os túbulos dentinários estão separados por uma matriz com diferentes características. Essa dentina, denominada de dentina intertubular, é composta por uma rede de fibrilas colágenas do tipo I reforçada por cristais de apatita (Marshall *et al.* 1997). A quantidade de dentina intertubular varia de acordo com a sua localização; ou seja, em menor quantidade próxima à polpa e em maior, distante da câmara pulpar (Nakabayashi & Pashley, 1998).

As fibrilas colágenas existentes na dentina intertubular são do tipo I e possuem diâmetro de 50 a 100 nm distribuídas oblíqua ou perpendicularmente ao redor dos túbulos dentinários (Miguez *et al.* 2004). As fibrilas colágenas possuem duas cadeias $\forall 1$ e uma cadeia $\forall 2$ as quais giram entre si formando uma hélice tripla. Já na dentina intratubular, as fibrilas de colágeno estão orientadas circunferencialmente ao redor dos túbulos. A quantidade de fibrilas colágenas por volume de dentina diminui da dentina superficial para a profunda. Isso ocorre devido ao fato da dentina profunda possuir túbulos dentinários mais largos do que a dentina superficial (Nakabayashi & Pashley, 1998).

Na matriz dentinária, estão presentes proteínas não-colagenosas distribuídas ao longo das fibrilas colágenas tais como fosforina e sialoproteína dentinária constituindo cerca de 10% do conteúdo protético da dentina; e, também, os glicosaminoglicanos (Ten Cate, 1994). A mistura das fibrilas colágenas, proteínas não-colagenosas, glicosaminoglicanos e água formam uma matriz capaz de absorver grande quantidade de água. Esse conjunto é insolúvel devido à presença de ligações cruzadas e do embricamento molecular e, ainda, é responsável pela manutenção da umidade do substrato (Ten Cate, 1994).

2.2.2 PROPRIEDADES FÍSICAS

A composição e estrutura da dentina proporcionam propriedades físicas particulares a este tecido. A dentina por ser menos friável que o esmalte fornece apoio para este absorvendo as tensões incidentes provenientes da mastigação

(Graig & Peyton, 1958). A dentina mineralizada possui módulo de elasticidade menor (14 a 19 GPa) e resistência máxima à tração (104 MPa) maior que o do esmalte conferindo-lhe características de resiliência. As forças complexas que incidem sobre o esmalte durante a ação fisiológica da mastigação são dissipadas em direção à dentina através da junção amelo-dentinária. Esta inter-relação estrutural e física entre um tecido friável (esmalte) e um tecido resiliente (dentina), através da junção amelo-dentinária, proporcionam ao dente um comportamento biomecânico característico em que a dentina protege o esmalte. Assim, os dentes são capazes de absorver e dissipar as forças provenientes da ação fisiológica da mastigação e da flutuação térmica a que a estrutura dental é submetida durante toda a vida (Ten Cate, 1994; De Goes, 2001).

Entretanto, se a dentina for exposta, patológica ou acidentalmente, poderá se desgastar rapidamente devido a sua menor dureza quando comparado ao esmalte (Marshall *et al.*, 1997). A microdureza expressa em relação à deformação da dentina diminui com o aumento da profundidade da dentina causada pela diminuição na rigidez da matriz intertubular. Essa diminuição na rigidez é devida à distribuição não uniforme das fibrilas de colágeno ou do conteúdo mineral (Nakabayashi & Pashley, 1998).

Um gradiente dinâmico envolvendo fluidos fornece características de permeabilidade na dentina. A permeabilidade dentinária intratubular está relacionada ao movimento de fluido dentro dos túbulos e à difusão de substâncias, por exemplo, monômeros pelos túbulos; mencionada anteriormente. Outro tipo de permeabilidade dentinária que está relacionada à difusão de monômeros para dentro dos espaços criados na dentina intertubular após o condicionamento ácido é a permeabilidade intertubular (Pashley & Carvalho, 1997). Desta forma, a permeabilidade do substrato aumenta em direção à dentina profunda; e quanto maior a permeabilidade da dentina, maior a citotoxicidade dos materiais que podem irritar a polpa quando colocados sobre esta (Pashley *et al.*, 1993).

A dentina apresenta cor amarelada e densa, diferentemente do esmalte que possui elevada translucidez em função do alto conteúdo inorgânico. (Ten Cate, 1994).

Freqüentemente, a dentina é exposta após procedimentos clínicos de remoção de tecido cariado ou qualquer outro tipo de preparo para sustentação de próteses. Desta maneira, ao removermos o tecido cariado com instrumentos rotatórios ou manuais, a dentina fica coberta por uma camada que contém restos da estrutura dental cortada, saliva e bactérias que foi denominada de **Smear Layer** ou **Lama Dentinária**. Esta camada proporciona uma barreira física contra qualquer agente físico e químico incidente no substrato, pois as raspas de dentina obliteram a entrada dos túbulos dentinários formando os *smear plugs*. A *smear layer* possui uma rápida desmineralização em ácidos e lenta dissolução em fluidos orais devido ao pequeno tamanho de suas partículas (0,05 a 10 µm em diâmetro), as quais aumentam a área de superfície, facilitando a rápida desmineralização e lenta dissolução (Pashley *et al.*, 1993). Durante o processo de formação da lama dentinária ocorre compressão desta contra a superfície subjacente tornando impossível sua remoção através apenas de esfregação ou enxágüe. Possui espessura de 0,5 a 2 µm dependendo de como ou onde são preparadas. Sua composição reflete a composição dos tecidos duros a partir dos quais são formados (Perdigão *et al.*, 1992; Pashley *et al.*, 1993; Nakabayashi & Pashley, 1998).

A *smear layer* possui excelente capacidade tampão devido à presença de fibrilas de colágeno e fosfato trivalente na hidroxiapatita. Entretanto, o efeito de tamponamento é excedido quando grandes quantidades de substâncias ácidas são colocadas sobre ela; e, ainda, quando essa camada de esfregação for muito espessa. A desagregação da *smear layer* em subunidades facilmente penetráveis e a presença de canais interconectantes tridimensionais presentes na parte superficial da camada são responsáveis também pela diminuição da capacidade tampão. Assim sendo, essas características inerentes da *smear layer* promovem

maior difusão dos componentes resinosos e permitem que eles cheguem mais facilmente na porção basal da camada (Tay & Pashley, 2001).

Em determinadas situações, a dentina precisa sofrer um processo de desmineralização para que se obtenha sucesso nos procedimentos restauradores adesivos. Em consequência a dentina desmineralizada apresentará propriedades físicas e características micromorfológicas particulares. Isso porque após o condicionamento ácido, componentes minerais e algumas proteínas não-colagenosas são solubilizadas e parte dos cristais é extraída da superfície dentinária expondo as fibrilas colágenas. Este fato produz diminuição geral em todas as propriedades físicas; principalmente, no módulo de elasticidade e na dureza máxima, tornando a dentina macia e elástica (Marshall *et al.*, 1997; Nakabayashi & Pashley, 1998; Miguez *et al.*, 2004).

2.2.3 ESTRATÉGIAS DE UNIÃO

A heterogeneidade do tecido dentinário o torna um substrato complexo para o procedimento de união. Buonocore *et al.*, em 1956, verificaram a união da resina acrílica sobre a superfície dentinária associando o condicionamento com ácido hidrocloreídrico a 7% e a subsequente utilização de adesivo. Os autores verificaram que a resistência de união foi, aproximadamente, o dobro após o condicionamento ácido da superfície da dentina. Este fato mostrou ser possível a união de materiais resinosos com o substrato úmido. Assim sendo, os monômeros eram aplicados diretamente sobre a lama dentinária e, como o mecanismo de união era fundamentado em interações químicas com o substrato, forneciam baixos valores de resistência de união (aproximadamente 5 MPa). Devido ao pouco conhecimento em relação à dentina como substrato para a união e pobre molhamento da superfície fornecido pelas resinas disponíveis não foi possível a completa infiltração destas no substrato dentinário (Marshall *et al.*, 1997).

Houve significativo sucesso quando Fusayama *et al.*, em 1979, defenderam o condicionamento com ácido fosfórico em toda superfície dentária, margens em esmalte e em dentina, com o objetivo de remoção da *smear layer*.

Nesta ocasião, Fusayama recomendava escavar apenas a dentina cariada e não estender o preparo até dentina sadia. A dentina afetada pela cárie, que apresenta característica esclerótica e menor grau de permeabilidade que a dentina sadia (Marshall *et al.*, 1997; Yoshiyama *et al.*, 2002), era mantida. Seguindo esta recomendação, o ataque ácido para remoção da *smear layer* não aumentava a permeabilidade dentinária. Entretanto, muitos clínicos estendiam o preparo cavitário além da dentina afetada pela cárie (relativamente impermeável) até a dentina sadia (relativamente permeável). Além disso, os monômeros utilizados naquela época não apresentavam características hidrófilas compatíveis com o tecido dentário sadio, produzindo significativa irritação pulpar como resultado da invasão bacteriana ao longo da margem cavitária. Assim, ficou estabelecido que as irritações pulpares crônicas eram causadas pela invasão microbiana e liberação dos produtos bacteriológicos ao invés dos efeitos dos ácidos sobre a polpa (Pashley *et al.*, 1992).

Resultados satisfatórios foram obtidos, quando Nakabayashi *et al.*, em 1982, condicionaram a dentina com solução de cloreto férrico a 3% em ácido cítrico a 10% (solução 10-3) em conjunto com a aplicação da resina 4-META/metil metacrilato-tri-*n*-butil borano (MMA-TBB). Diferentemente dos antigos sistemas de união, nos quais os monômeros não penetravam pelo substrato, com a utilização da solução 10-3 foi possível remover a *smear layer* e os *smear plugs* desmineralizando 5 µm do topo da superfície da dentina intertubular. Através de estudos cuidadosos de microscopia eletrônica de varredura, os autores demonstraram ser possível a penetração em profundidade de monômeros adesivos na dentina desmineralizada e em volta das fibrilas colágenas formando uma nova estrutura, a qual eles denominaram de **camada híbrida**. O entrelaçamento entre resina polimerizada e substrato dentinário age como um envoltório ácido resistente e sela a dentina, prevenindo a hipersensibilidade pós-operatória e cáries recorrentes (Nakabayashi *et al.*, 1982).

2.2.3.1 TÉCNICA ÚMIDA DE HIBRIDIZAÇÃO

Atualmente, duas estratégias são aceitas para a obtenção desta interação física entre resina e dentina (Kanca, 1992; Tay *et al.*, 1996a; Ferrari & Tay, 2003; Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005a). A primeira denominada de técnica úmida de hibridização baseia-se na remoção completa da *smear layer* e conseqüentemente desmineralização da dentina subjacente. O condicionamento é realizado através da aplicação de ácido fosfórico de 30 a 40% durante 15 segundos. Segue-se com a remoção do ácido e seus subprodutos através de abundante lavagem com água produzindo uma diminuição da energia superficial da dentina (Nakabayashi & Pashley, 1998). A diminuição da energia superficial é resultado do processo de dissolução dos cristais de apatita expondo fibrilas colágenas. A grande quantidade de matriz orgânica promove formação de maior ângulo de contato entre a dentina e os monômeros dificultando a infiltração (Nakabayashi & Pashley, 1998). Para que os monômeros possam prontamente ser absorvidos por capilaridade para o interior das microporosidades criadas pelo tratamento ácido, há necessidade de preparação desta superfície através da aplicação de *primers* (Nakabayashi & Pashley, 1998). *Primers* são soluções balanceadas de monômeros hidrófilos (HEMA) e solventes orgânicos (acetona, álcool e/ou água), que modificam a superfície das fibrilas colágenas e mantêm os espaços interfibrilares da região desmineralizada do substrato dentinário melhorando o umedecimento deste (Nakabayashi & Pashley, 1998). Em seguida, ocorre a aplicação de um material, denominado de adesivo, constituído principalmente por monômeros hidrófobos (BisGMA, TEGDMA e UDMA) e baixas concentrações de monômeros hidrófilos. O adesivo, que apesar de ser mais viscoso que o líquido monomérico do *primer*, possui fluidez adequada e espessura suficiente para, respectivamente, infiltrar a superfície dentinária e ser prontamente absorvido formando uma rede de colágeno interconectada com a resina após seu processo de polimerização *in situ* e ser capaz de absorver tensões incidentes melhorando a interface de união (Montes *et al.*, 2001). A fotoativação, por sua vez, não é completa deixando significativa quantia de grupos metacrilatos não reagidos

exibindo incompleta conversão das ligações duplas (Jacobsen & Söderholm, 1995; Tay & Pashley, 2003a). Mas, mesmo assim, as micro-retenções mecânicas formadas nesta camada representam a principal forma de união dos materiais restauradores resinosos ao substrato dental (Nakabayashi & Pashley, 1998).

Durante o processo de união à dentina, a aplicação dos sistemas adesivos que utilizam a técnica úmida deve ser realizada sobre substrato úmido. A umidade da dentina deve ser mantida, pois após o condicionamento ácido e lavagem da superfície ocorre desmineralização da dentina intra e intertubular e, conseqüentemente, exposição de uma malha de fibrilas colágenas separadas por espaços de 15 a 20 nm de largura apenas sustentadas pela água que preenche esses espaços (Nakabayashi & Pashley, 1998). Entretanto, se a superfície de dentina for excessivamente desidratada, as fibrilas colágenas, sem o suporte mineral, colapsam formando pontes de hidrogênio intermolecular com os peptídeos do colágeno adjacente mais próximo, e os espaços microscópicos retentivos entre elas são ocluídos (Pashley *et al.*, 1993; Nakaoki *et al.*, 2002). Se água ou um *primer* aquoso (HEMA – hidroxietil metacrilato é um monômero com características hidrófilas) for aplicado na dentina seca haverá redimensionamento dos espaços pré-existentes devido à formação de pontes de hidrogênio das moléculas da água com os peptídeos colagenosos, quebrando as pontes intermoleculares e recuperando os valores de resistência de união (Perdigão *et al.*, 1999; Carvalho *et al.*, 2003; Ferrari & Tay, 2003). Por outro lado, o excesso de umidade na superfície dentinária prejudica a resistência de união e o selamento dos túbulos mesmo quando sistemas adesivos à base de acetona são utilizados (Tay *et al.*, 1996a). A falência de função das fibrilas colágenas, em situações de supersecagem ou supermolhamento, impede a penetração dos monômeros na matriz dentinária desmineralizada e a formação adequada da camada híbrida podendo causar problemas de sensibilidade pós-operatória e degradação da união (Kanca *et al.*, 1992; Pashley *et al.*, 1993; Tay *et al.*, 1996b, 1998a e 1998b; Spencer & Swafford, 1999; Hashimoto *et al.*, 2001; Tay *et al.*, 2000a e 2002d; Armstrong *et al.*, 2003). Estudos mostraram, ainda, através de técnicas de elevada

resolução que os agentes adesivos não conseguiram penetrar completamente a região de dentina desmineralizada, criando uma zona porosa (tamanho estimado das porosidades é de 10 a 50nm). Nestes estudos, concluíram que nem monômeros hidrófilos de baixa viscosidade ou partículas inorgânicas microscópicas (7nm aproximadamente) são capazes de fechar ou preencher estes espaços (Paul *et al.*, 1999; Li *et al.*, 2000; Pioch *et al.*, 2001; Carvalho *et al.*, 2005).

Clinicamente, os sistemas que utilizam a técnica úmida de hibridização podem apresentar dois ou três passos operatórios para a união. Os sistemas de três passos realizam o condicionamento da superfície dentária com ácido fosfórico a 30-40%, aplicação do *primer* e, por último, o adesivo. A outra forma de apresentação desses adesivos é representada por sistemas simplificados que utilizam apenas dois passos operatórios. Nestes sistemas, os componentes hidrófilos do *primer* e os componentes hidrófobos do adesivo estão balanceados quimicamente e reunidos em um único frasco. Quando aplicado, inicialmente funcionam como um *primer* que após a volatilização do solvente adquire viscosidade semelhante à do adesivo. Porém, a manutenção do equilíbrio químico entre monômeros hidrófilos e hidrófobos é extremamente difícil de ser obtida. Em estudo realizado por Van Meerbeek *et al.*, em 1999, comparando a efetividade da hibridização dentinária entre adesivos de dois e três passos, observaram que a simplificação dos sistemas torna a técnica crítica e sensível em relação à manutenção da rede fibrilar de colágeno e ao aumento da viscosidade do adesivo.

Embora esta técnica úmida de hibridização venha demonstrando eficácia, o procedimento em si é muito vulnerável e sensível a alterações, uma vez que é difícil produzir um estado de umidade adequado, uniforme e satisfatório na superfície condicionada (Tay *et al.*, 1996b).

2.2.3.2 SISTEMAS ADESIVOS AUTOCONDICIONANTES

A segunda estratégia de hibridização utiliza monômeros ácidos, denominados de *primers* autocondicionantes, que desmineralizam parcialmente a *smear layer* e a dentina subjacente incorporando-as e usando-as como substrato

para união (Pashley & Carvalho, 1997; Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005a).

A união à dentina coberta pela *smear layer* não teve sucesso até 1990 devido à incapacidade de penetração dos monômeros através desta cobertura. Tal situação foi minimizada por Watanabe *et al.*, 1990 e Watanabe em 1992, que desenvolveram o primeiro sistema adesivo autocondicionante. Este novo sistema baseava-se em uma solução aquosa de Fenil-P a 20% em HEMA a 30% (20P-30H) para união ao esmalte e dentina desgastados. (Watanabe *et al.*, 1994).

Durante a aplicação clínica do sistema adesivo, não há necessidade de lavar a superfície após o condicionamento ácido, tornando desnecessária a manutenção dos espaços interfibrilares pela umidade; pois, os produtos da desmineralização e resíduos do condicionador ácido, são incorporados e polimerizados juntamente com o agente de união (Tay & Pashley, 2001). A permanência parcial de *smear layer* e dos *smear plugs* reduz a sensibilidade pós-operatória; assim como, os problemas de união associados com a transdução do fluido dentinário através dos túbulos observados na técnica úmida de união (Tay *et al.*, 2002a).

Com o desenvolvimento das pesquisas e estudos, foram desenvolvidos inúmeros monômeros ácidos específicos (4-MET, 4-metacriloxi-etil tri-metílico; 10-MDP, 10-metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato; PHENYL-P, 2-metacriloxietil fenil hidrogênio fosfato) derivados de radicais carboxílicos, que, além de proporcionar maior estabilidade às formulações, são capazes de desmineralizar e infiltrar o substrato dentinário simultaneamente. O processo simultâneo de desmineralização e infiltração diminui a discrepância existente entre ambos; além de reduzir significativamente a sensibilidade técnica e tempo clínico de aplicação (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Entretanto a incorporação de cristais de apatita dissolvidos, resíduos da *smear layer* e solvente permanecem dentro da interface de união; e, pouco se sabe se o comportamento destas partículas influencia na qualidade de camada híbrida (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Baseado nas novas formulações, os sistemas adesivos autocondicionantes classificam-se em

diferentes graus de agressividade, baixa ou alta, dependendo respectivamente da presença de um ou mais grupamentos carboxílicos ou fosfato incorporados ao monômero ácido (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Tay & Pashley, 2001; Tay *et al.*, 2002b; De Munck *et al.*, 2005a). Os adesivos autocondicionantes de agressividade alta apresentam pH menor ou igual a um. Esta elevada acidez resulta em profunda desmineralização dentinária semelhante ao condicionamento realizado pelos sistemas que utilizam a técnica úmida; onde a dentina apresenta fibrilas de colágeno expostas e cristais de apatita dissolvidos (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Tay *et al.*, 2002b). Frequentemente, estes adesivos apresentam baixos valores de resistência de união e elevado número de fraturas previamente aos testes mecânicos (Inoue *et al.*, 2001). Por outro lado, os sistemas de agressividade leve apresentam pH por volta de dois e desmineralizam a superfície dentinária apenas 1 µm em profundidade. Entretanto, as porosidades criadas são suficientes para proporcionar eficiente embricamento micromecânico; mesmo apresentando camadas híbridas mais finas que as produzidas pelos sistemas autocondicionantes de elevada agressividade. Neste tipo de desmineralização ocorre dissolução parcial dos cristais de apatita, mantendo-os unidos às fibrilas colágenas (Tay *et al.*, 2002d; Van Meerbeek *et al.*, 2003). A presença residual de hidroxiapatita favorece a união química aos grupamentos carboxílicos dos monômeros, MDP, (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Yoshida *et al.*, 2004; De Munck, *et al.*, 2005a e 2005b) e promove a proteção das fibrilas colágenas contra a hidrólise, prevenindo degradação da união (Sano *et al.*, 1999; Hashimoto *et al.*, 2003b). Outros sistemas recentemente introduzidos no mercado são classificados como sistemas autocondicionantes com agressividade intermediária, pois apresentam pH igual a 1,5. Apesar do pH com valor intermediário, estes sistemas adesivos alcançam adequada retenção micromecânica e, ainda, possuem uma interação química entre os cristais residuais de hidroxiapatita com alguns grupos funcionais dos monômeros ácidos, de maneira similar à observada com os sistemas autocondicionantes de agressividade leve (Van Meerbeek *et al.*, 2000 e 2003; Yoshida *et al.*, 2004; De Munck *et al.*, 2005a).

Comercialmente, os sistemas autocondicionantes podem ser classificados de acordo com o número de passos operatórios para sua aplicação, em sistemas autocondicionantes de “dois passos” ou “passo único” (*all-in-one*). Os sistemas autocondicionantes de “dois passos” possuem em sua composição monômeros ácidos ou derivados, monômeros hidrófilos e água, contidos em um frasco (*primer ácido*); enquanto que um segundo frasco apresenta concentrações balanceadas de monômeros hidrófilos e hidrófobos (Clearfil SE Bond /Kuraray - agressividade leve; Adhe SE /Ivoclar-Vivadent – agressividade intermediária). Os radicais fosfatos (10-MDP e phenil-P) e o radicais carboxílicos (4-MET) dos monômeros ácidos são responsáveis pelo condicionamento das estruturas dentais após a ionização deste na presença de água (Tay *et al.*, 2001); enquanto que o componente metacrilato da molécula disponibiliza-se para a co-polimerização com o adesivo e o compósito restaurador (De Goes, 2001).

Para simplificar ainda mais, os fabricantes desenvolveram um sistema denominado de “todos em um” ou *all-in-one*, onde os três componentes básicos (ácido, *primer* e adesivo) estão balanceados quimicamente dentro de um único frasco ou podem apresentar-se separadamente em dois; porém, a hibridização do substrato dentinário é obtida através de um único passo clínico. Na primeira forma de apresentação comercial, a solução é aplicada simplesmente sobre a superfície dentária seca. Após a volatilização do solvente, forma-se uma fina camada de monômeros hidrófobos capazes de proporcionar a retenção micromecânica depois da fotoativação. Entretanto, a dificuldade em conseguir concentrações quimicamente estáveis fez com que estes sistemas *all-in-one* se apresentassem em dois frascos separados e, somente no momento de uso, as soluções fossem misturadas. A separação dos componentes em dois frascos preveniu alterações dos fotoiniciadores, os quais são sensíveis à acidez, com o decorrer do tempo (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Exemplos comerciais de adesivos *all-in-one* com as soluções contidas separadamente em dois frascos são Adper Prompt (3M ESPE) que apresenta agressividade severa e o adesivo Xeno III (Dentsply), porém com agressividade intermediária.

Alguns estudos relatam que os valores de resistência de união produzidos por sistemas adesivos de passo único são inferiores em relação aos sistemas que utilizam a técnica úmida de união (Bouillaguet *et al.*, 2001; Inoue *et al.*, 2001; De Munck *et al.*, 2003;) e, também, inferiores aos autocondicionantes de dois passos (Van Meerbeek *et al.*, 2003). A inferioridade mecânica dos adesivos *all-in-one* pode estar relacionada à interferência da acidez sobre a reação de polimerização (Pashley & Tay, 2001; Tay *et al.*, 2003d); e, ainda, à formação de camadas extremamente finas de adesivo em decorrência da volatilização de grandes quantidades de solvente e diluente fraturando-se coesivamente. A camada de adesivo extremamente fina pode sofrer influência do oxigênio do ar e, as moléculas de O₂ se difundirem por toda a camada do adesivo comprometendo a polimerização e, conseqüentemente, toda a união (Pashley, *et al.*, 2002).

Entretanto, independente do valor numérico obtido por cada sistema adesivo, o ideal seria aquele material que melhor interagisse com o substrato dental proporcionando um bom selamento da interface e suficiente resistência de união para suportar as tensões químicas, térmicas e cíclicas incidentes sobre esta interface de união *in vivo*; assim como ocorre na junção entre o esmalte e a dentina (valor de resistência da união da junção amelo-dentinária aproximadamente de 46,9 MPa) (Giannini *et al.*, 2004).

2.3 NANOINFILTRAÇÃO

A cavidade oral com as respectivas variações de temperatura, constante incidência de tensões e ataques químicos provenientes de ácidos e enzimas é responsável pelo grande desafio de sobrevivência da união dente-material restaurador ao longo do tempo.

Inicialmente, o termo microinfiltração foi definido como a passagem de produtos bacterianos, fluidos orais, moléculas ou íons através das paredes cavitárias e dos materiais restauradores (Kidd, 1976). Essa passagem ou fenda marginal é decorrente das tensões induzidas na interface de união durante a contração dos materiais restauradores. Como conseqüência da microinfiltração;

cl clinicamente, observa-se a presença de descoloração marginal, relatos de sensibilidade pós-operatória, cáries recorrentes e patologias pulpares. Esta infiltração através da interface dente/material restaurador está relacionada negativamente com a longevidade da união (Sano *et al.*, 1995a e 1999). Assim, a capacidade de selamento do material restaurador com o substrato dental é o fator determinante na escolha dos materiais restauradores adesivos.

Em um estudo *in vitro* realizado por Sano *et al.*, em 1994a, revelaram a existência de espaços nanométricos na interface de sistemas adesivos que utilizam a técnica úmida de união com a dentina. A identificação dessas nanoporosidades de aproximadamente 20 a 100 nm em amplitude, comprovada no ano seguinte (Sano *et al.*, 1995a), foi de grande supresa para a comunidade científica; pois apareceram no interior da camada híbrida de restaurações com ausência de fendas marginais. Esta infiltração de fluidos através de camadas híbridas porosas pode provocar a hidrólise do colágeno e afetar a resistência (Hashimoto *et al.*, 2000) e durabilidade da união (Hashimoto *et al.*, 2003b). Este tipo de infiltração em restaurações livres de fendas marginais foi denominada de **nanoinfiltração** por Sano *et al.*, em 1994a.

Para identificar a nanoinfiltração ocorrida na interface dente/compósito, cavidades restauradas classe I foram submetidas à técnica traçadora com nitrato de prata convencional a 50% (pH igual 4,2). Esta técnica consiste no isolamento com verniz cosmético de 1 mm aquém das restaurações seguida da imersão por 24 horas em solução aquosa de nitrato de prata a 50% no escuro. Decorrido este período, as amostras são lavadas e imersas em solução fotoreveladora por 8 horas sob luz fluorescente para reduzir os íons prata. Baseado nos resultados deste estudo, os autores concluíram que os nanoespaços preenchidos pela prata foram penetrados lateralmente através dos canais formados após a remoção de alguns cristais de apatita e, também, em volta das fibrilas colágenas. Ainda, através deste estudo, os autores comprovaram que as nanoporosidades estavam presentes na base da camada híbrida, ou seja, na dentina desmineralizada e não preenchida completamente pela resina durante o procedimento de união. Este tipo

de infiltração pode permitir o ingresso de produtos bacterianos, ácidos e enzimas, e fluidos dentais ou orais ao longo da interface o que resultaria em um ataque hidrolítico tanto no adesivo assim como nas fibrilas colágenas dentro da camada híbrida comprometendo a estabilidade da união resina/dentina (Hashimoto *et al.*, 2003a e 2003b).

No ano seguinte, Sano, *et al.* 1995b, identificaram a nanoinfiltração dentro de camadas híbridas formadas por sistemas adesivos que utilizam a técnica úmida por meio da microscopia eletrônica de varredura e transmissão. Neste estudo comprovaram a eficiência da solução traçadora e a presença de grãos de prata metálica na maioria das camadas híbridas formadas. Os autores sugeriram que a nanoinfiltração nestes sistemas adesivos ocorreu em decorrência de alguns fatores, tais como: incompleta infiltração dos monômeros, contração de polimerização do adesivo levando à contração da camada híbrida e extração de monômeros hidrófilos não-polimerizados completamente durante as 24 horas de imersão na água. Ambas metodologias em microscopia eletrônica foram eficientes em evidenciar depósitos de grãos de prata metálica no interior da camada híbrida.

Ainda neste ano (1995a), Sano *et al.* realizaram outro estudo para comprovar a existência de uma zona porosa na base da camada híbrida de sistemas que utilizam a técnica úmida e um sistema experimental autocondicionante de dois passos. Os autores concluíram que o sistema autocondicionante experimental apresentou menor grau de nanoinfiltração na camada híbrida comparado com os sistemas que utilizam a técnica úmida devido a sua limitada capacidade de desmineralização e simultânea penetração dos monômeros.

A partir deste fato e com o advento dos novos modos de interação com o substrato dental, ou seja, a maciça introdução de sistemas adesivos autocondicionantes no mercado odontológico, Tay *et al.*, em 2002a, ao realizarem praticamente a mesma metodologia de Sano (1994a), porém interagindo sistemas com características mais hidrófilas com a dentina, identificaram o fenômeno das ***water treeing***. O fenômeno das *water treeing* na indústria é responsável pela

deterioração induzida através da água dentro de cabos elétricos após o envelhecimento (Tay & Pashley, 2003a). As *water trees* constituem-se em espaços submicroscópicos preenchidos por água e autopropagáveis formados eletroquimicamente através da transformação de polímeros hidrófobos em estruturas mais hidrófilas por meio da oxidação, seguida pela condensação da umidade dentro dessas regiões hidrófilas. Tais estruturas são responsáveis pela redução nas propriedades do material que as compõem; além de serem locais de início de uma possível fratura de todo o corpo (Pereira *et al.*, 2001).

Na interface dente/compósito, este campo elétrico não é necessário para a iniciação e propagação das *water trees*. Isso porque os monômeros hidrófilos e água se encontram presentes nos adesivos autocondicionantes e, também, nos adesivos que utilizam a técnica úmida de hibridização especialmente os adesivos simplificados de frasco único, onde o *primer* está balanceado junto com o adesivo (Tay & Pashley, 2003a; Tay *et al.*, 2003b).

Entretanto, uma questão permanecia sem resposta: *como poderia ocorrer nanoinfiltração em sistemas adesivos autocondicionantes que desmineralizam e infiltram simultaneamente o substrato dentário?* (Tay *et al.*, 2002b).

Primeiramente, achava-se que a nanoinfiltração observada nestes sistemas era resultado de um atestado de técnica produzindo microporosidades artificiais levando a resultados falso-positivos. Esta técnica, além de possibilitar informações sobre a microinfiltração em restaurações, informa a qualidade da camada híbrida formada entre dente/compósito com auxílio do microscópio eletrônico de varredura (Li *et al.*, 2003). A concentração de nitrato de prata é de 50% em volume com pH igual a 3,4 apresentando, assim, característica suficientemente ácida para desmineralizar a dentina o que poderia comprometer a veracidade dos resultados (De Goes *et al.*, 2004). Havia, pois, a possibilidade de ocorrência de dissolução de cristais de apatita e fosfato de cálcio amorfo remanescentes na interface dos sistemas adesivos autocondicionantes após a

imersão por 24 horas na solução de nitrato de prata convencional moderadamente ácida (pH = 4,2) (Pereira *et al.*, 2001; Li HP *et al.*, 2001).

Partindo desse princípio, surgiu a hipótese de utilização de uma versão básica (pH = 9,5) para a solução traçadora de nitrato de prata a 50%. Tay *et al.*, em 2002a, avaliaram se realmente existia diferença entre a versão convencional (ácida) e a amoniacal (básica) utilizando sistemas adesivos autocondicionantes. Constataram, através dos resultados, a presença de nanoinfiltração na interface adesiva independente da acidez da solução traçadora, caracterizada pela aparência reticular (origem do nome *water trees*). Entretanto, ao utilizar a versão amoniacal, outro padrão de nanoinfiltração foi descoberto. Este padrão apresentava-se com aspecto granular na camada de adesivo. A ocorrência do padrão reticular em ambas versões deve-se à presença da água contida nos sistemas autocondicionantes que não foi completamente removida; ao invés de discrepância entre a infiltração dos monômeros e a profundidade de desmineralização do substrato (Tay *et al.*, 2002b; Li *et al.*, 2003; Carvalho *et al.*, 2005).

Com o problema da acidez resolvido, permanecia ainda a desidratação inerente à técnica. Para a realização do procedimento técnico com nitrato de prata amoniacal há necessidade de aplicação de verniz cosmético para isolar a amostra e somente expôr as margens da restauração. O tempo para volatilizar o solvente contido no esmalte cosmético é extremamente longo (aproximadamente 15 minutos) (Chan & Glyn-Jones, 1993) e capaz de induzir alterações (Hansen, 1982) nas margens da restauração levando a resultados distorcidos (Agee *et al.*, 2003). A técnica de pigmentação com metenamina de prata foi, inicialmente, desenvolvida para visualizar derivados de carboidratos em tecidos animais por Gromori em 1946 e fungos, posteriormente, por Grocott (1955). O mecanismo de ação desta técnica é específico para pigmentar as fibrilas de colágeno expostas em áreas hipo ou não-mineralizadas do substrato dental sem a necessidade de desidratação da amostra (Søgaard-Pedersen, 1985 e 1990; Matthiessen *et al.*, 1985; De Goes & Montes, 2004). A técnica de pigmentação com metenamina de

prata utiliza um agente oxidante para oxidar algumas moléculas de aminoácidos nas fibrilas colágenas a aldeído. Os grupos de aldeídos reduzem o nitrato de prata ou cloreto de prata a prata metálica. De acordo com Sögaard-Pedersen, os lugares reativos da metenamina de prata na dentina e pré-dentina são fibrilas colágenas não-mineralizadas, uma vez que a metenamina de prata cora essas fibrilas não-especificamente. A técnica de pigmentação com metenamina de prata não exige que os espécimes sejam desidratados para fixar a cobertura de verniz cosmético. Isso porque a solução pigmentadora de metenamina de prata possui afinidade exclusiva por colágenos de áreas hipo e não-mineralizadas dos tecidos dentais, além de elevado pH e menor conteúdo de prata (apenas 10% em volume) (Gromori, 1946 e Grocott, 1955). Assim sendo, a metenamina de prata não é uma técnica traçadora e sim uma solução pigmentadora que pode ser usada para identificar fibrilas colágenas expostas no interior de camadas híbridas. De acordo com De Goes e Montes, em 2004, não houve depósitos de grãos de prata metálica no interior da camada híbrida em interfaces de união que sofreram depleção das fibrilas colágenas. Entretanto, para identificar o máximo de nanoinfiltração na base da camada híbrida formada por sistemas adesivos há necessidade de modificar a técnica. Esta modificação se refere à exclusão da lavagem dos espécimes com cloreto de ouro após a imersão na solução de metenamina de prata a 10%. A não lavagem dos espécimes com cloreto de ouro faz com que os grãos de prata que não reduziram permaneçam no interior dos nanoespaços juntamente com as fibrilas colágenas expostas na base da camada híbrida.

Além das técnicas traçadoras e de pigmentação, a composição dos sistemas adesivos influencia nos padrões de nanoinfiltração (Tay *et al.*, 2002b). A água presente em todos os sistemas adesivos autocondicionantes exerce importante função de ionização dos monômeros ácidos para que estes possam realizar a desmineralização dos tecidos dentais (Tay *et al.*, 2002d). Dessa maneira, torna-se impossível a remoção total da água nos sistemas durante o procedimento de união; e, a sua presença residual promove a formação de

glóbulos de polimerização incompleta na camada de adesivo que, conseqüentemente, permitem a entrada de oligômeros hidrófilos para dentro destas regiões e redução nos valores de resistência da união (Moll & Haller, 2000; Jacobsen & Söderholm, 1995).

A orientação do padrão reticular em decorrência da nanoinfiltração na interface adesiva é pré-determinado pela orientação dos espaços interfibrilares dentro da matriz de colágeno desmineralizada (Tay, *et al.*, em 2002a). Especula-se que o calor de polimerização gerado durante a ativação da luz resulta em movimentos convectivos da água residual a partir da dentina formando as *water trees* mais verticalmente na base da camada de adesivo. Em regiões acima dos túbulos dentinários, as *water trees* devem ser formadas através da saída de água por movimentos osmoticamente induzidos durante o condicionamento ácido (Tay, *et al.*, em 2002a).

Para a formação das *water trees*, observou-se, também, que elas são criadas através da diferença entre gradientes de concentração que se formam quando sistemas adesivos que utilizam a técnica úmida e autocondicionantes são polimerizados tardiamente ou aplicados junto com materiais de dupla ativação (Tay *et al.*, em 2003d). O movimento de água através do adesivo polimerizado ocorre na presença de elevadas concentrações de íons inorgânicos dissolvidos, não polimerizados, solúveis em água provenientes de reações ácido-base (Tay *et al.*, em 2002c; Carvalho *et al.*, 2004a) e monômeros hidrófilos ou, também, na presença de componentes colagenosos/proteoglicanos dentro da camada inibitória de oxigênio dos adesivos polimerizados (Tay *et al.*, 2002c). A formação de diferentes gradientes de concentração provoca o movimento de água do gradiente de menor concentração (túbulos dentinários) para o de maior (interface de união entre adesivo e a resina composta). Esse fato resulta na formação de *water trees* e de estruturas microscópicas bolhosas “captadoras” de água (Tay *et al.*, em 2002c; 2003d; 2004). Ainda, tais regiões permitem elevada taxa de difusão da água para dentro da interface de união, acelerando o processo de sorção de água e extração de monômeros não-polimerizados ou degradados ao longo do tempo

(Tay *et al.*, 2002b, 2003c; Chersoni *et al.*, 2004). Infelizmente, estas regiões *in vivo* podem ser responsabilizadas pela diminuição de 40 a 60% na resistência da união devido ao contato direto das margens da restauração com a água presente na cavidade bucal (Carvalho *et al.*, 2004b).

Outro fator relacionado com a presença das *water trees* nas interfaces adesivas de sistemas refere-se à presença de uma estrutura permeável, sólida, flexível, microporosa e insolúvel em água identificada por hidrogéis de poliHEMA (Tay *et al.*, 2002b, 2002c; Hashimoto *et al.*, 2004). Os hidrogéis constituem-se em estruturas microporosas de 10 a 100 nm em diâmetro formadas após a polimerização do monômero hidroxietil metacrilato na presença de água (Tay *et al.*, 2002c). O monômero hidrófilo HEMA está presente na composição dos sistemas autocondicionantes para atuar como diluente polimerizável, pois a maioria dos monômeros ácidos não é solúvel em água (Tay *et al.*, em 2002b). Assim, quanto maior a quantidade de monômeros ácidos (sistemas com agressividade alta), maior será a necessidade de adição de HEMA; e, conseqüentemente, maior permeabilidade do sistema e aumento da susceptibilidade hidrolítica (Tay *et al.*, 2001, 2002c; Reis *et al.*, 2004; Van Landuyt *et al.*, 2005).

A presença de uma camada de monômeros hidrófilos não polimerizada ou o incompleto preenchimento da base desmineralizada da dentina, freqüentemente observados na técnica úmida de união e nos sistemas adesivos autocondicionantes, representam os locais mais susceptíveis à hidrólise e degradação da interface de união entre o material restaurador e a dentina (Van Meerbeek *et al.*, 1999; Yiu *et al.*, 2004).

2.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma ferramenta indispensável nos estudos odontológicos. Desde 1950, a MEV vem sendo utilizada para avaliar a micromorfologia do esmalte e da dentina. Somente depois do advento da hibridização do substrato dental é que a MEV tornou-se

exaustivamente usada para a observação dos mecanismos de união entre materiais restauradores resinosos e substrato dental. A microscopia eletrônica de varredura é um método bem qualificado para examinar a interface de união formada entre estes substratos (Perdigão *et al.*, 1995; Sano *et al.*, 1995a; Van Meerbeek *et al.*, 2000). O método utilizado para avaliar a qualidade de união da interface dentina-resina é através de teste de penetração com substâncias corantes denominadas de “solução traçadora”. Os corantes usados em MEV migram facilmente para dentro da interface e através da variação dos contrastes (regiões eletro-densas) é possível identificar nanoespaços no interior da camada híbrida. A substância mais utilizada é o nitrato de prata (Pioch T., *et al.*, 2001).

Para melhor observação das regiões eletro-densas no interior das interfaces de união, o microscópio eletrônico de varredura deve estar operando no modo de elétrons secundários ou retroespalhados (*backscattered*). A diferença entre os modos de obtenção de imagens está relacionada com o próprio funcionamento do microscópio. Imagens obtidas através de elétrons secundários fornecem essencialmente informações topográficas da interface; assim, o reconhecimento do elemento traçador, que geralmente possui elevado número atômico (Ag^{47}), é freqüentemente escondido pelo “efeito de margem”. Por outro lado, imagens formadas a partir dos elétrons retroespalhados são obtidas em decorrência da diferença entre os números atômicos que formam a superfície. Assim, o contraste é determinado pelo número atômico dos elementos que compõem a amostra. Como a prata reflete mais elétrons, pois possui alto número atômico, a imagem aparecerá muito mais brilhante onde ela estiver presente (Li *et al.*, 2000). Essa análise qualitativa pode ser complementada e comprovada pela espectrometria de energia dispersiva a partir de raio-X (EDS). Assim, interpretações errôneas de imagens podem ser excluídas; pois a micro-análise permite quantificar e identificar os elementos químicos presentes nas interfaces de união (Pioch T., *et al.*, 2001).

Outro método de se observar a qualidade da camada híbrida, atualmente utilizada em grande escala, é a microscopia eletrônica de transmissão

(TEM). Sano, *et al.*, em 1995b, relataram a superioridade da microscopia eletrônica de transmissão em determinar a exata distribuição dos grãos metálicos dentro da camada híbrida, pois o volume de dentina e de prata que é examinado é aproximadamente 10% das observações em microscopia eletrônica de varredura. Entretanto, a TEM apresenta uma desvantagem: como as secções ultrafinas de dentes precisam ser totalmente embebidas em resina epóxica; durante a inclusão, as porosidades presentes na zona desmineralizada e 25% do volume de água contido na dentina têm que serem substituídos pela resina. Dessa maneira, a penetração das soluções traçadoras pode ser impedida (Pioch T., *et al.*, 2001).

2.5 TESTES MECÂNICOS PARA AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DA UNIÃO

Sano *et al.*, em 1994b, desenvolveram o teste de microtração com o objetivo de minimizar possíveis erros freqüentemente proporcionados pelos testes convencionais de tração. Ou seja, o teste de microtração fez com que o número de falhas coesivas no substrato diminuísse devido a uma melhor uniformidade na distribuição das forças na região de interface de união. O teste recebeu esta denominação devido ao tamanho diminuto dos espécimes utilizados. Os espécimes são obtidos através de finas secções seriadas do substrato, com áreas reduzidas de secção transversal, o que permite uma melhor distribuição das forças em razão da homogeneidade das estruturas tornando possível uma real mensuração da resistência da união (Sano *et al.*, 1994b).

Os resultados dos testes de microtração apresentam relação inversa à área de superfície unida (Sano *et al.*, 1994b; Shono *et al.*, 1999; Phrukkanon *et al.*, 1998a, 1998b; Pashley *et al.*, 1999) e, por maior que sejam os valores de resistência da união, a maioria das fraturas ocorre na região de interface de união entre o adesivo e o substrato. Outras vantagens do teste de microtração em relação ao teste convencional de tração são as possibilidades de avaliação da

resistência da união em diversas regiões do mesmo substrato, a utilização de menor número de dentes, o cálculo da média e do desvio-padrão em um único dente e, ainda, testar a resistência de união em superfícies irregulares (Pashley *et al.*, 1999). Finalmente, o teste de microtração permite verificar a efetividade da união a estruturas clinicamente relevantes como tecido cariado (Nakajima *et al.*, 1995) e dentina esclerótica (Tay *et al.*, 2000b). Por outro lado, a grande dificuldade deste teste está relacionada à sensibilidade técnica na obtenção dos espécimes. Embora, os espécimes possam apresentar-se com diferentes formas geométricas (palitos, ampulhetas ou cilindros) e com áreas de secção transversal variando entre 0,5 a 1,5 mm deve-se tomar cuidado para impedir ou reduzir a formação de micro-fraturas na interface de união durante o preparo dos espécimes (Ferrari & Cardoso, 2002).

Para prever o comportamento mecânico de um sistema de união, os valores numéricos obtidos através dos testes não são suficientes. Assim, grande atenção tem sido dada à análise das superfícies fraturadas dos espécimes. Desse modo, os testes que utilizam área de secção transversal reduzida, como é o caso do teste de microtração, possibilitam a análise completa da área fraturada. As superfícies fraturadas contêm importantes informações em relação à integridade das estruturas envolvidas na interface de união.

Apesar dos avanços nos testes mecânicos laboratoriais, avaliações clínicas são os testes conclusivos quanto à eficácia dos sistemas de união. No interior da cavidade bucal, a interface de união é exposta a diferentes forças as quais agem simultaneamente. Assim sendo, esta avaliação *in vivo* não permite determinar com precisão o real motivo da falha que levou ao insucesso da restauração (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Diferentemente, nos testes *in vitro*, o efeito de uma única variável pode ser examinado isoladamente, mantendo as demais condições constantes (Van Meerbeek *et al.*, 2003), permitindo o estudo das propriedades dos materiais de maneira independente.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência da união de sistemas adesivos que utilizam a técnica úmida e a técnica autocondicionante com o substrato dentinário; e , adicionalmente, examinar a qualidade da interação desses sistemas adesivos com a dentina usando soluções de nitrato de prata amoniacal e metenamina de prata.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O projeto deste estudo foi submetido ao Comitê de Ética em Pesquisa Odontológica da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas e aprovado sob o número 047/2005.

4.1 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À TRAÇÃO

4.1.1 Obtenção dos espécimes

Sete terceiros molares humanos hígidos recém-extraídos foram utilizados para o teste de resistência da união à tração. Depois de limpos, o esmalte oclusal foi removido utilizando disco de diamante (Isomet, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL) sob refrigeração à água para expor superfície dentinária média. Em seguida, foi feito segundo corte para remoção da região radicular dos dentes. O espaço deixado pela câmara pulpar foi submetido ao desgaste com broca esférica diamantada e, em seguida, restaurado utilizando o sistema adesivo Single Bond (3M/ESPE) e resina composta Filtek Z250 (Cor A3; 3M/ESPE) seguindo as indicações dos fabricantes (Tabela 1). Com o objetivo de padronizar a *smear layer*, as superfícies dentinárias foram submetidas ao desgaste com lixas de carbetto de silício de granulação 600 sob refrigeração à água. Terceiro e quarto cortes perpendiculares entre si foram realizados seccionando cada disco de dentina em 4 partes iguais (Figura 1 – Esquema da metodologia do teste tração).

Para a realização dos procedimentos técnicos de união, o sistema adesivo Single Bond (SB) foi utilizado representando técnica úmida de hibridização. Para representar a técnica autocondicionante, os sistemas de “dois passos” (Clearfil SE Bond - SE e Adhe SE - ADSE) e os sistemas de “passo único” (Adper Prompt – AP e Xeno III – XE) foram utilizados. Tais sistemas foram aplicados sobre a superfície de dentina dos quadrantes de dentes seguindo as instruções dos fabricantes. Composição, lote, técnicas de aplicação e fabricantes estão apresentados na Tabela 1.

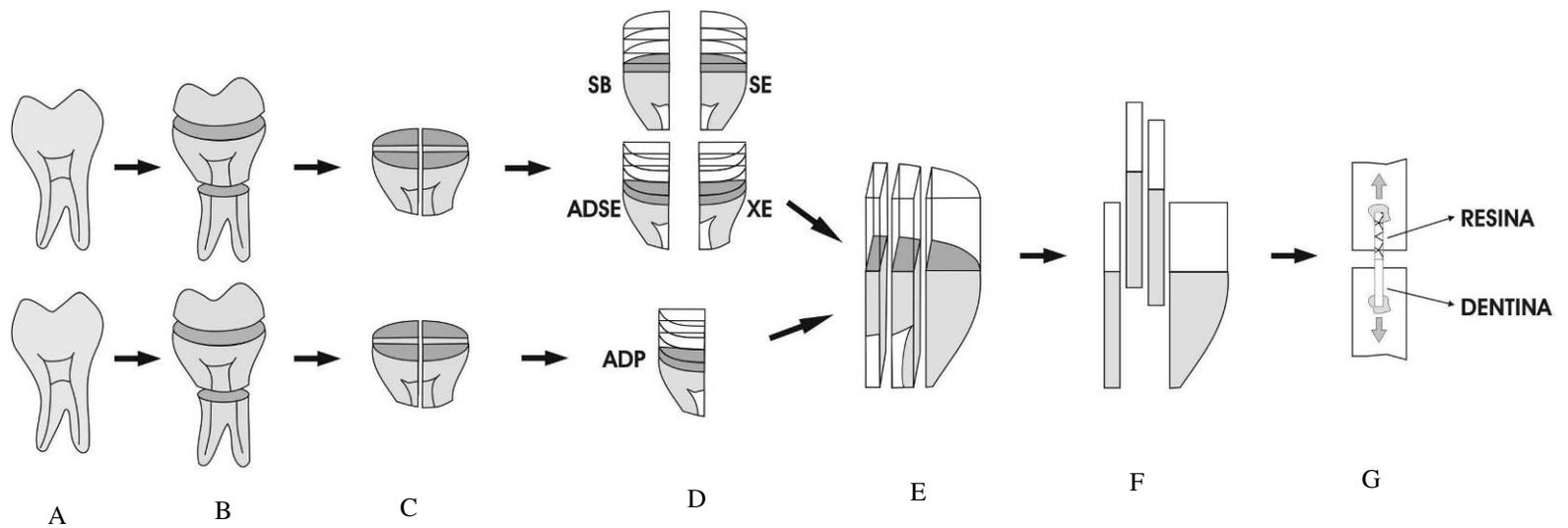


Figura 1 – Seleção dos dois dentes humanos hígidos (A); Remoção do esmalte coronário e da porção radicular (B); Secção dos discos de dentina em 4 partes perpendiculares entre si (C); Construção de um bloco de compósito sobre a superfície hibridizada com cada sistema adesivo (D); Secções em séries dos conjuntos dente-restauração (E), Espécime em forma de palito (F); Posicionamento do espécime para a realização do teste de resistência à tração.

Tabela 1 – Métodos de interação dos sistemas adesivos com a dentina, nomes comerciais (Lot#), composições, técnicas de aplicação e fabricantes dos sistemas adesivos utilizados neste estudo.

| Métodos de interação | Nome Comercial (Lote) | Composição | Técnica de Aplicação | Fabricantes |
|----------------------------------|--------------------------|--|---|---------------------------|
| Técnica úmida | Single Bond (55144) | <i>Condicionador:</i> ácido fosfórico a 35% <i>Adesivo:</i> água, etanol, Bis-GMA, HEMA, copolímero do ácido polialquênico, dimetacrilato, canforoquinona | a (15s); b (15s); c; d; e; j (20s) | 3M ESPE, St Paul, MN, USA |
| Autocondicionantes "dois passos" | Clearfil SE Bond (51196) | <i>Primer:</i> 10 MDP; HEMA; dimetacrilatos hidrofílicos; canforoquinona; N,N dietanol-p-toluidina; água. <i>Adesivo:</i> 10 MDP; Bis-GMA; HEMA; dimetacrilatos hidrofóbicos; canforoquinona; N,N dietanol-p-toluidina; sílica coloidal silanizada. | f (20s); e; g; j (10s) | Kuraray, Osaka, Japão |
| | Adhe SE (F18766,F19257) | <i>Primer:</i> água; ácido fosfórico acrilato; Bis-acrilamida; iniciadores e estabilizadores <i>Adesivo:</i> dimetacrilato; hidroetil metacrilato; dióxido de silicone altamente dispersados; iniciadores e estabilizadores | f (20s); e; g; j (10s) | Ivoclar Vivadent |
| Autocondicionantes "all-in-one" | Adper Prompt (133511) | <i>Prompt A:</i> ésteres do ácido fosfórico; metacrilatos; BisGMA; canforoquinona; BAPO. <i>Prompt B:</i> água; HEMA; copolímero do ácido polialcenóico | h; i (moderada pressão durante 15s); e; j (10s) | 3M ESPE, St Paul, MN, USA |
| | Xeno III (0210000481) | <i>Líquido A:</i> água; etanol; HEMA; 2,6-Di-tert-butil-p hidroxí toluene; nanopartículas. <i>Líquido B:</i> piro-HEMA; PEM-F; UDMA; BHT; canforoquinona; EPD. | h; i (repouso por 20s); e (2s); j (10s) | Dentsply |

Bis-GMA, bisfenol- A diglicidil eter dimetacrilato; HEMA, 2-hidroxietil metacrilato; UDMA, uretano dimetacrilato; 10-MDP, 10-metacriloxietil dihidrogênio fosfato; BAPO, bis-acil fosfina óxido; piroHEMA, tetrametacriloxietil pirofosfato; PEM-F, pentametacriloxietil ciclo- fosfazen mono fluorido; BHT, 2,6-di-terc-butyl-p-hidroxí tolueno; EPD, p-dimetilamino etil benzoato.

Técnicas de aplicação: a) condicionamento ácido; b) lavagem da superfície; c) secagem da superfície com papel absorvente; d) aplicação do adesivo que utiliza a técnica úmida de hibridização; e) leve secagem para volatilização do solvente; f) aplicação do *primer* ácido sobre a superfície dentinária seca exercendo leve pressão; g) aplicação do adesivo; h) misturar quantias iguais das soluções A e B durante 5 segundos; i) aplicação da solução final; j) fotoativação.

Sobre as superfícies dos adesivos foram aplicados três incrementos de 2mm cada de compósito odontológico restaurador (Filtek Z250; Cor A3 – 3M ESPE) e fotoativados por 40 segundos cada utilizando aparelho fotoativador Threelight Elipar (ESPE) formando um bloco com aproximadamente 5 mm de altura. Decorridas 24 horas, as amostras foram cortadas no sentido mésio-distal e vetíbulo-lingual longitudinalmente para a obtenção de espécimes com formato de palitos com área média de 1 mm² (n = 25), onde de um lado da interface de união do espécime se encontrava o compósito restaurador e do outro lado o substrato dentinário.

4.1.2 Teste de tração da união à dentina

Após a obtenção dos espécimes em formato de palito, procedeu-se a imersão em água deionizada a 37°C por 24 horas até o momento de serem submetidos ao teste de tração. Com auxílio de uma cola a base de cianocrilato (Super Bond Gel – Locite Brasil Ltda) e de uma substância aceleradora de presa (Zapit D.V.A., Corona, CA, USA), os espécimes foram fixados aos *grips* do dispositivo de microtração. O dispositivo foi acoplado a uma máquina universal de ensaio (Instron 4411, Corona, CA, USA) utilizando uma célula de carga de 500 N (Static Load Cell – Instron).

O teste de tração foi conduzido à velocidade de 0,5 mm/min (Figura 1) até a ruptura do espécime, obtendo-se valores de resistência de união em quilogramas-força. A conversão dos valores da união em Mega Pascals foi realizada após a mensuração da área de secção transversal dos espécimes com um paquímetro digital eletrônico (Starret 727 – Starret Indústria e Comércio LTDA – Itu – SP – Brasil) de acordo com a seguinte fórmula:

- 1) $\frac{\text{Área do espécime em mm}^2}{100} = \text{Área do espécime em cm}^2$
- 2) $\frac{\text{Valor de resistência de união em quilograma-força}}{\text{Área do espécime em cm}^2} = \text{Kgf/cm}^2$
- 3) $\text{Kgf/cm}^2 \times 0,098 = \text{MPa}$

Os resultados obtidos foram submetidos à Análise de Variância, um fator, e posteriormente ao teste de Tukey com 5% de significância.

Os palitos fraturados foram armazenados secos por um período não superior a 24 horas e fixados em *stubs* de alumínio com auxílio de fita dupla face de carbono (Electron Microscopy Sciences, Washington19034 – USA). Em seguida, todos os espécimes receberam cobertura de ouro-paládio (Balzers, modelo SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL- 9496 – Germany) e foram observados em microscópio eletrônico de varredura (JEOL, JSM – 5600 LV, Tokyo, Japan) a uma aceleração de voltagem de 15 KV, WD=30mm e spotsize 28mm.

Os padrões de fratura foram classificados de acordo com as seguintes categorias:

Tipo I – fratura coesiva na camada de adesivo;

Tipo II – fratura coesiva no compósito;

Tipo III – fratura coesiva na dentina;

Tipo IV – fratura coesiva na camada híbrida;

Tipo V – fratura mista, entre a camada de adesivo e a camada híbrida;

Tipo VI – fratura mista, entre a camada de adesivo e a dentina.

4.2 AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DA CAMADA HÍBRIDA

4.2.1 Preparação das amostras

O restante dos dentes (total de 15 terceiros molares) foi utilizado nesta segunda parte do estudo. O esmalte coronal de cada dente foi removido utilizando disco de diamante (Isomet, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL) sob refrigeração à água para expor superfície dentinária extremamente superficial (Figura 2). Em seguida, foi realizado segundo corte com 2 mm (respeitando variação anatômica de cada dente) abaixo do primeiro para assim expor superfície dentinária média (Figura 3). Então, terceiro corte foi feito próximo à junção cemento-esmalte para remoção das raízes dos dentes (Figura 4). O espaço deixado pela câmara pulpar foi restaurado utilizando o sistema adesivo Single Bond (3M/ESPE) e compósito restaurador Filtek Z250 (Cor A3; 3M/ESPE) de acordo com as instruções dos fabricantes (Tabela 1). Sobre as superfícies adjacentes de dentina média, obtidas através do segundo corte (Figura 5), a *smear layer* foi padronizada através da utilização de lixas de carbeto de silício de granulação 600 sob refrigeração à água.

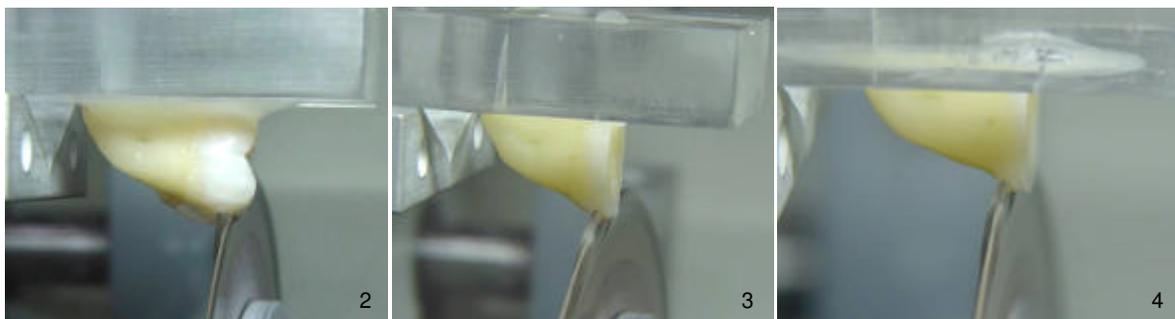


Figura 2 – Imagem ilustrativa do primeiro corte realizado para remoção do esmalte oclusal utilizando disco de diamante refrigerado à água.

Figura 3 – Imagem ilustrativa do segundo corte realizado com 2 mm abaixo do primeiro para assim expor dentina média. Corte foi feito utilizando disco de diamante refrigerado à água.

Figura 4 – Imagem ilustrativa do terceiro corte realizado, com disco de diamante refrigerado à água, próximo à junção cemento-esmalte para remoção das raízes dos dentes.



Figura 5 – Imagem ilustrativa obtida após a realização do terceiro corte na qual dois discos de dentina média foram obtidos.

4.2.2 Procedimentos de união

Os mesmos sistemas adesivos avaliados na primeira parte do estudo foram, novamente, utilizados para a qualificação das camadas híbridas formadas. Assim sendo, os sistemas foram aplicados conforme as técnicas descritas na tabela 1 sobre as superfícies adjacentes de dentina média (Figura 5).

Após a aplicação de cada sistema adesivo e, subsequente, polimerização, compósito restaurador de baixa viscosidade (Filtek Flow, Cor A2 – 3M ESPE) foi aplicado sobre a camada de adesivo presente em cada disco de dentina (Figura 6). Em seguida, um disco de dentina foi sobreposto ao outro, como mostra na figura 7, constituindo um “sanduíche de resina”.

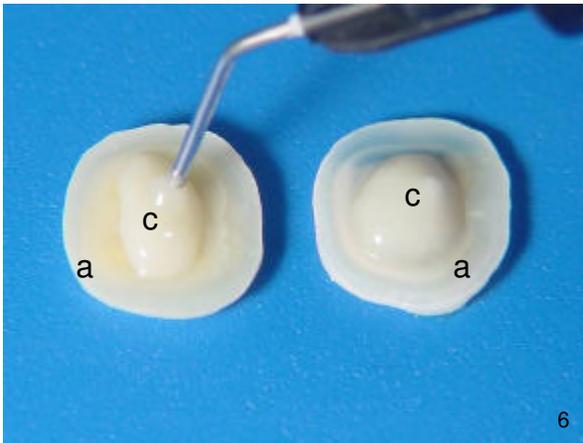


Figura 6 – Imagem ilustrativa da aplicação de compósito de baixa viscosidade sobre a camada de adesivo de cada disco de dentina. a) disco de dentina; c) compósito restaurador de baixa viscosidade.

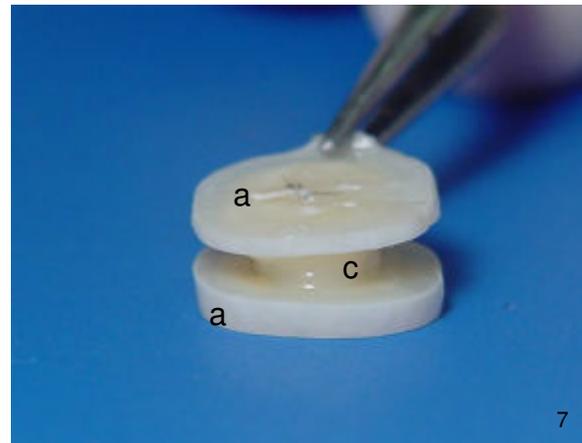


Figura 7 – Imagem ilustrativa da sobreposição de um disco de dentina sobre o outro constituindo um “sanduíche de resina”. a) disco de dentina; c) compósito restaurador de baixa viscosidade.

Em seguida, esta camada de compósito restaurador com 2 mm de altura foi fotoativada utilizando aparelho fotoativador Threeligh Elipar/ESPE (3M) por 160 segundos em 6 diferentes direções constituindo um bloco de dentina/compósito/dentina.

Cada bloco, depois de armazenado em água destilada por 24 horas a 37°C, foi cortado no sentido méso-distal com disco de diamante (Isomet, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL) sob refrigeração à água obtendo, dessa maneira, 4 interfaces por dente, conseqüentemente 12 interfaces para cada sistema adesivo avaliado (Figura 8). Estas interfaces foram incluídas em resina epóxica e após a sua polimerização foi realizado o acabamento com lixa de carbetto de silício de granulação 600. Em seguida, o bloco de resina epóxica contendo as interfaces foi dividido em dois semi-blocos (Figura 9).

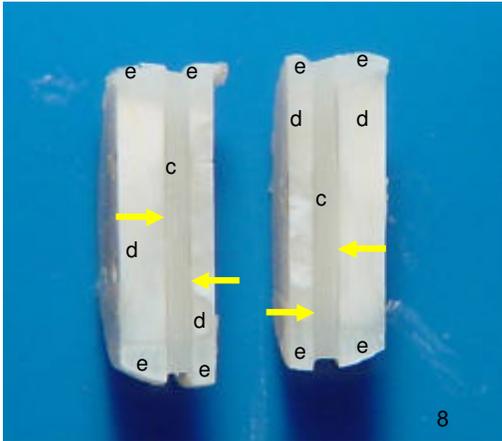


Figura 8 – Imagem ilustrativa das interfaces dentina/resina/dentina cortados no sentido mésio-distal (setas). c)compósito de baixa viscosidade; d)dentina; e) esmalte.

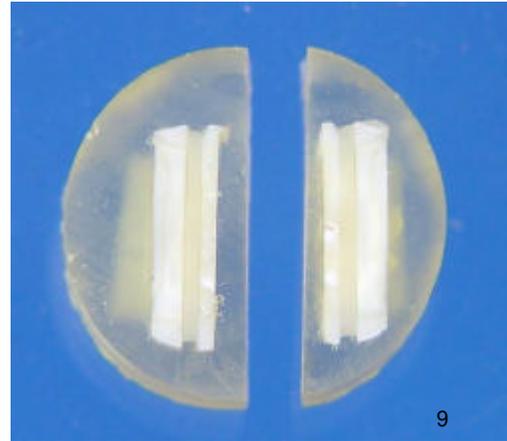


Figura 9 – Imagem ilustrativa das interfaces separadas em dois semi-blocos de resina epóxica.

Dois semi-blocos contendo quatro interfaces do mesmo sistema adesivo foram submetidos à solução traçadora de nitrato de prata amoniacal; dois, à técnica de pigmentação com metenamina de prata; e o restante dos semi-blocos serviu como controle.

Nitrato de prata amoniacal: Os semi-blocos foram completamente cobertos com duas camadas de verniz cosmético de secagem rápida (Revlon, Nail Enamel 1/2Oz / 14,7 mL) deixando apenas uma distância de 1 mm das interfaces. Após a secagem do esmalte, os semi-blocos foram imersos em água deionizada por 10 minutos previamente à imersão em solução traçadora de nitrato de prata amoniacal.

O nitrato de prata amoniacal foi preparado pela dissolução de 25g de cristais nitrato de prata (Synth; nº lote 74660) em 25mL de água deionizada. Em seguida, hidróxido de amônio (Nuclear; nº lote 04050681) a 28% foi gotejado sobre a solução de nitrato de prata para titular a solução inicialmente transparente, passando para escura e até que se tornasse transparente novamente; transformando, assim, os íons de amônio em íons de prata diamina. A solução resultante foi diluída em água deionizada até 50mL de solução final, garantindo a

concentração de nitrato de prata amoniacal a 50% com pH 9,5. Os semi-blocos cobertos pelo esmalte cosmético foram imersos nesta solução traçadora por 24 horas. Ao término deste período, os semi-blocos foram lavados abundantemente com água deionizada e imediatamente imersos em solução reveladora (Kodak D-76) por 8 horas sob luz fluorescente para reduzir os íons prata diamina em grãos de prata metálica dentro dos espaços existentes ao longo de toda interface de união.

Os semi-blocos foram submetidos ao acabamento com lixa de carvão de silício de granulação 600 sob refrigeração à água para remover toda camada de esmalte. Em seguida, as interfaces foram polidas com lixas de carvão de silício de granulação 1200 e 2000; e, com pastas à base de alumina com granulação decrescente de 1,0; 0,3 e 0,05 μm (Arotec Ind. e Co, Granja Viana, SP, Brasil). A cada etapa, os espécimes foram limpos em água deionizada sob ultrassom durante 10 minutos. Em seguida, os espécimes foram montados sobre *stubs* e desidratados em sílica gel por 2 horas.

Metenamina de prata: Para a realização desta técnica foram preparadas duas soluções (A e B) na hora de uso. Primeiramente, para a obtenção da solução A foram misturados 2mL de solução bórax a 3% (Mercker; n° lote 609121) com 25mL de água deionizada. Para a solução B; 0,2g de cristais de nitrato de prata (Synth; n° lote 74660) foram dissolvidos em 2mL de água deionizada obtendo, assim, solução de nitrato de prata a 10%. Em seguida, desta solução foram retirados 1,75 mL os quais foram misturados com 25 mL de solução de urotropina (Reagen; n° lote 670064) ou, também denominada de metenamina, a 3% formando, finalmente, a solução B. Obtidas as soluções A e B, estas foram misturadas adicionando-se a primeira sobre a segunda. O volume final (\pm 50mL) foi filtrado através de papel absorvente. Os semi-blocos permaneceram imersos nesta solução por 90 minutos em estufa a 60°C. Após este período, os semi-blocos foram lavados em água deionizada por 3 minutos e, em seguida, imersos em solução de tiosulfato de sódio a 2% (JT Baker Cemical; n° lote 35587) durante 5 minutos para reduzir os íons de prata. Os semi-blocos foram lavados

com água deionizada, submetidos ao leve polimento como descrito anteriormente, montados em *stubs* e desidratados em sílica gel por 2 horas.

Com os espécimes montados em *stubs*, todas as interfaces de união obtidas foram cobertas com carbono (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) para observação em microscopia eletrônica de varredura (JEOL, JSM – 5600 LV, Scanning Electron Microscope, Tokyo, Japan) operando no modo alto vácuo com elétrons retroespalhados (*back-scattered*). Regiões elétron-densas foram fotografadas com 2000 vezes de aumento. Em especial para as amostras pigmentadas com metenamina de prata, as regiões fotografadas em retroespalhados foram analisadas qualitativamente através da espectrometria de energia dispersiva de raio-X (EDS, Programa Vantage, versão 1.4 - Thermo Noran, Tokyo, Japan).

Como padrão da segunda parte do estudo, um semi-bloco representativo de cada sistema adesivo foi avaliado seguindo-se o protocolo abaixo descrito e adaptado de Perdigão, 1995.

Após as etapas de acabamento e polimento, as interfaces foram desmineralizadas com solução ácido fosfórico a 50% por 3 segundos. Em seguida, foram lavadas em água deionizada e desproteinizadas em hipoclorito de sódio a 1% por 10 minutos. As interfaces foram submetidas à limpeza em água sob ultrassom por 10 minutos e, em seguida, elas foram imersas em 20mL de álcool a 100% por 10 minutos. Decorrido este período, elas foram imersas por 10 minutos em solução de 10mL de álcool a 100% com 10mL de HMDS (hexametildissilazane). Para finalizar a etapa de desidratação das interfaces, estas foram imersas em HMDS a 100% por 10 minutos. Finalmente, os espécimes foram montados sobre os *stubs* e metalizados com liga de ouro-paládio (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) para observação em microscopia eletrônica de varredura (JEOL, JSM - 5600 LV, Scanning Electron Microscope, Tokyo, Japan) operando no modo alto vácuo com elétrons secundários.

5 RESULTADOS

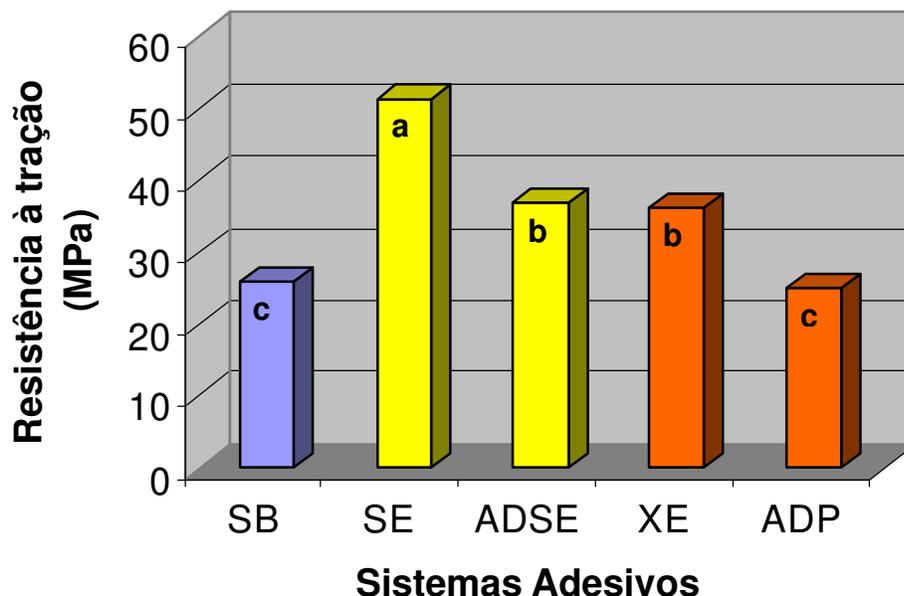
5.1. Ensaio de resistência de união à tração

Os valores obtidos no ensaio de resistência de união à tração para os diferentes sistemas adesivos estão apresentados nas tabelas 3 a 9 (ANEXOS). Os dados originais de resistência da união à tração foram submetidos à análise estatística, um fator, e a comparação entre as médias foi realizada pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade (tabela 9 – ANEXOS). Os resultados estão apresentados na tabela 2 e ilustrados na figura 10.

Tabela 2 - Valores médios de resistência de união à tração entre os diferentes sistemas adesivos (MPa)

| Sistemas Adesivos | Resistência da união em MPa (Desvio Padrão) |
|-------------------|---|
| SE | 51,48 ($\pm 15,24$) a |
| ADSE | 37,08 ($\pm 12,55$) b |
| XE | 36,24 ($\pm 11,95$) b |
| SB | 26,20 ($\pm 4,39$) c |
| ADP | 24,92 ($\pm 6,17$) c |

Letras distintas para cada sistema adesivo diferem entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).



- Sistema adesivo que utiliza a técnica úmida
- Sistemas adesivos autocondicionantes de “dois passos”
- Sistemas adesivos autocondicionantes *all in one*

Médias seguidas da mesma letra minúscula não diferem significativamente pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

Figura 10 - Ilustração gráfica dos valores médios de resistência da união à tração, em MPa, entre os diferentes sistemas adesivos.

De acordo com a tabela 2 e a figura 10, o sistema adesivo autocondicionante de “dois passos”, Clearfil SE Bond (SE), apresentou os maiores valores médios de resistência da união à tração, diferindo estatisticamente dos demais adesivos. Foi verificado que os valores médios de resistência da união registrados para os adesivos Adhe SE (ADSE) e Xeno III (XE) não apresentaram diferença estatística significativa entre si, mas foram superiores aos adesivos Single Bond (SB) e Adper (ADP). Do mesmo modo, através do teste de Tukey, os Single Bond (SB) e Adper (ADP) não apresentaram diferença estatística entre si e apresentaram os menores valores médios de resistência.

5.2 Análise do padrão de fratura

A figura 11 representa uma ilustração gráfica da distribuição percentual dos padrões de fratura observados para cada grupo (SB, SE, ADSE, XE e ADP). O sistema que utiliza a técnica úmida (SB), sistema autocondicionante de “dois passos” (ADSE) e o *all-in-one* (XE) apresentaram maior incidência do padrão de fratura tipo V (Figura 12A, 14A e 15A). O sistema autocondicionante SE apresentou predomínio de fratura tipo I (Figura 13A), assim como o sistema *all-in-one* ADP (Figura 16A).

De acordo com a figura 11 abaixo, pode-se observar a distribuição dos padrões de fratura conforme a classificação estabelecida.

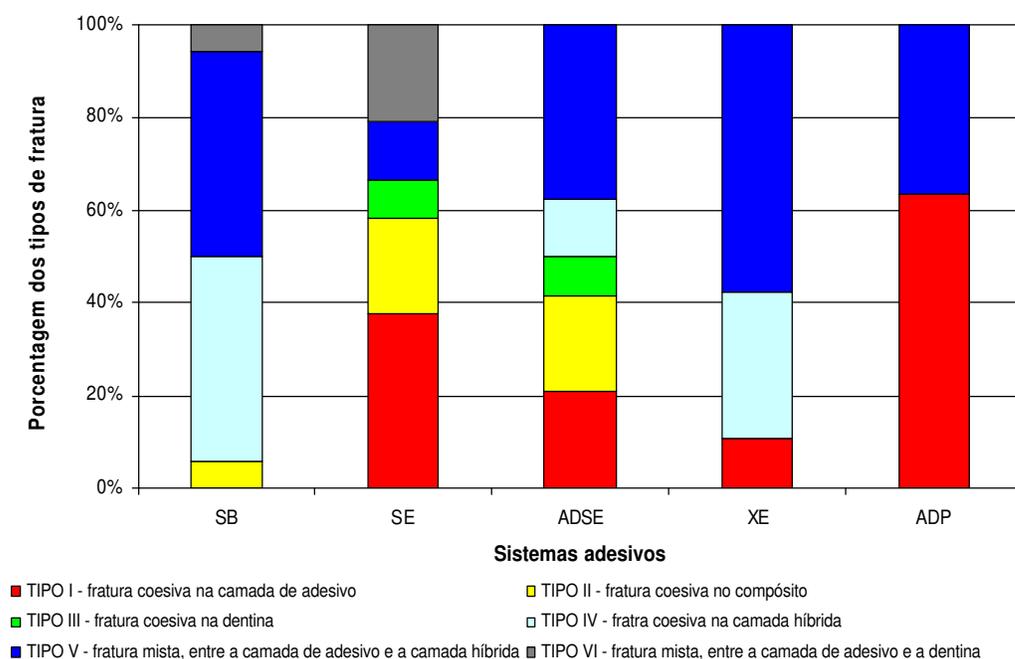


Figura 11 - Ilustração gráfica da classificação e distribuição dos padrões de fratura (%)

As fotomicrografias ilustradas a seguir representam os diferentes tipos de fraturas ocorridos nas interfaces dos adesivos estudados. Cada foto ilustra o tipo predominante de fratura para cada sistema.

Na figura 12A, observa-se a imagem ilustrativa do padrão de fratura do tipo V predominante para o sistema Single Bond (SB). Na imagem pode-se observar a presença de túbulos dentinários e partes da camada de adesivo. A figura 12B representa a região delimitada pelo círculo na figura 12A, na qual é possível visualizar a camada de adesivo (**a**) circundada por *tags* fraturados (**T**). A figura 12C ilustra a parte homóloga do espécime fraturado onde se observa, também, a camada de adesivo (**a**) e túbulos dentinários obstruídos formando a base da camada híbrida (**ch**). A área indicativa da camada híbrida na figura 12C é ilustrada em maior aumento na figura 12D, na qual comprova-se a ocorrência da fratura na base da camada híbrida, devido à presença de grande quantidade de fibrilas colágenas expostas (**seta**) caracterizada pela área esbranquiçada e, também, a presença de *tags* fraturados (**T**).

Na figura 13A, observa-se o padrão de fratura do tipo I predominante para o sistema adesivo Clearfil SE Bond (SE). Notar, ainda, em pequeno aumento a presença de parte da resina composta (**R**) permeando a camada de adesivo (**a**). Para melhor observação destes detalhes, a figura 13B os apresenta em maior aumento (650x). Em algumas regiões da camada de adesivo pode-se observar a presença túbulos dentinários cobertos pelo adesivo caracterizando a segunda maior predominância de fratura do tipo V para este sistema. Este tipo de imagem representa fratura mista onde é possível observar túbulos dentinários obliterados (**T**) e adesivo (**a**) indicando região de topo da camada híbrida, característica diferencial dos sistemas adesivos autocondicionantes (Figuras 13C e 13D).

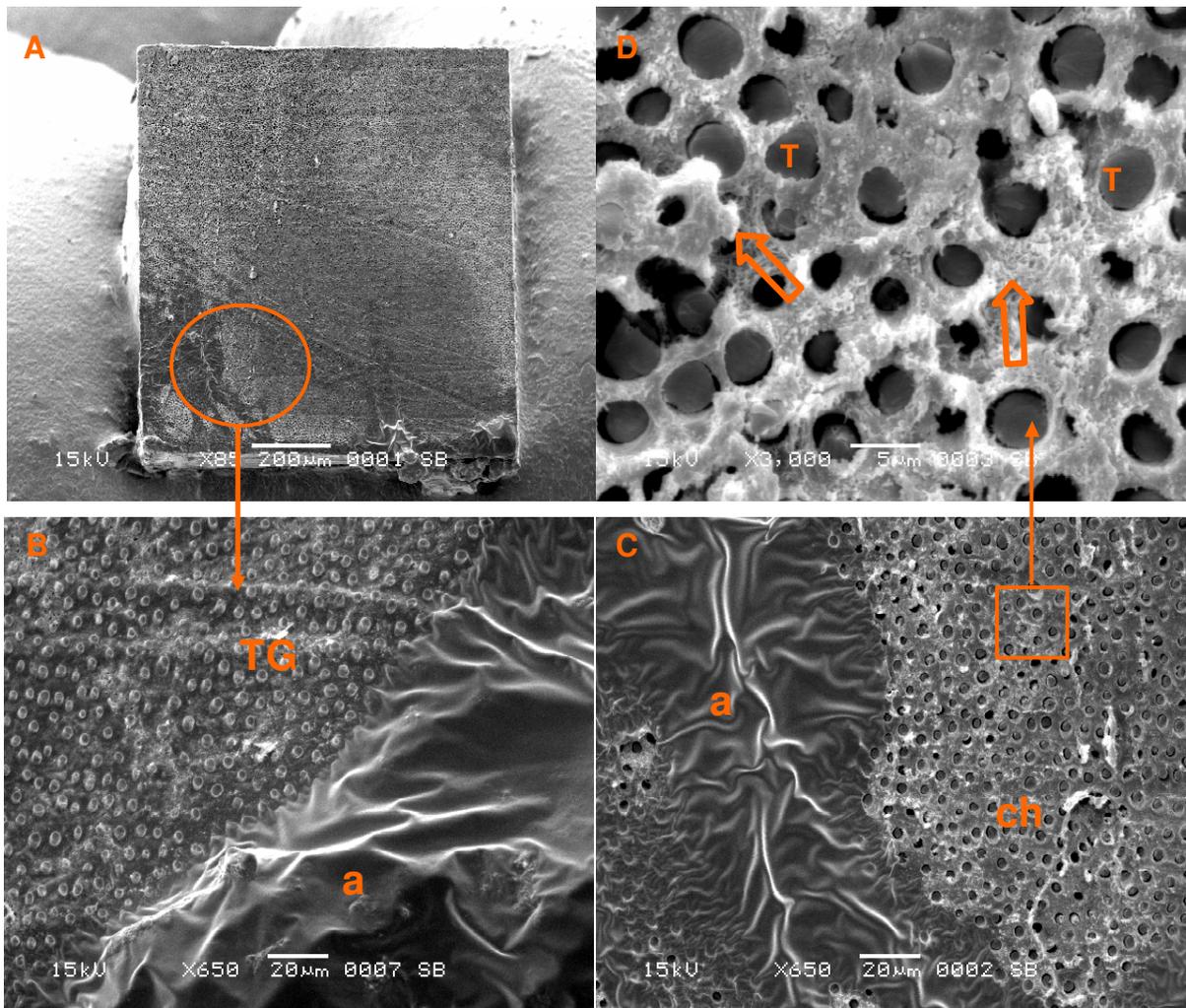


Figura 12 – A) Fotografia em MEV ilustrando o padrão de fratura do tipo V obtido após o teste de tração da interface de união resina-dentina com o sistema Single Bond (SB). B) representa a área marcada da figura A; notar a camada de adesivo (**a**) e os *tags* (**T**) fraturados desprendendo-se da base da camada híbrida. C) ilustra o lado oposto da interface fratura, notar a camada de adesivo (**a**) e túbulos dentinários obstruídos (**ch**) caracterizando a base da camada híbrida. D) observação da base da camada híbrida, a qual está representada pelas fibrilas colágenas expostas (**seta** - área esbranquiçada) e pelos *tags* fraturados (**T**).

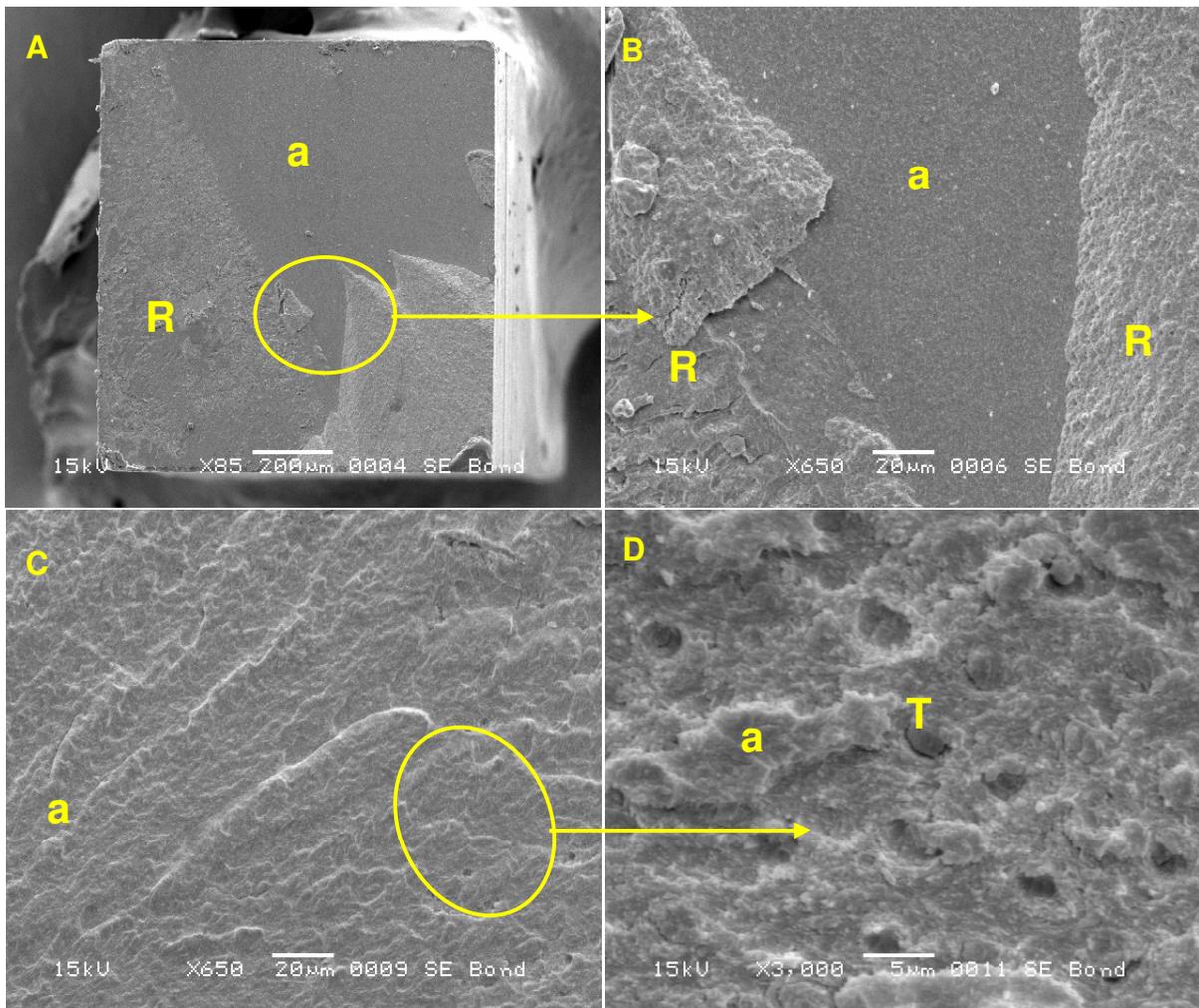


Figura 13 – A) Fotografia em MEV ilustrando o padrão de fratura do tipo I obtido após o teste de tração na interface de união resina-dentina com o sistema Clearfil SE Bond (SE). B) Imagem ilustrativa em maior aumento da área marcada na figura A, onde se nota a camada de adesivo (**a**) circundada pela resina composta (**R**). C) Imagem ilustrativa da fratura ocorrida entre a camada de adesivo (**a**) e o topo da camada híbrida. D) A imagem ilustrada representa a área circundada na figura C, na qual se observa o topo da camada híbrida caracterizada pela presença de túbulos dentinários obliterados (**T**) e cobertos pelo adesivo.

O sistema Adhe SE (ADSE) apresentou predominância de fratura do tipo V representado pela imagem da figura 14A. Nesta imagem observa-se a camada híbrida (**ch**) e partes da camada de adesivo (**a**). A região delimitada pelo quadrado está ilustrada em aumento 650x na figura 14B, na qual observa-se mais nitidamente a camada de adesivo (**a**) e a camada híbrida (**ch**) numa visão horizontal, além da proeminência dos *tags* fraturados. A figura 14C representa a parte homóloga do corpo-de-prova fraturado, onde se observa, também, a camada de adesivo (**a**) e a camada híbrida (**ch**). A figura 14D ilustra a região de camada híbrida da figura 14C em maior aumento. Nesta imagem nota-se túbulos dentinários parcialmente obliterados (**T**) e *tags* fraturados caracterizando fratura no topo da camada híbrida.

A figura 15A ilustra o padrão de fratura tipo V predominante para o sistema Xenon III. Na imagem observa-se a camada de adesivo (**a**) e a camada híbrida (**ch**). Figura 15B representa a área marcada com círculo na figura 15A; onde se pode notar camada de adesivo (**a**) e túbulos dentinários obliterados caracterizando o topo da camada híbrida (**ch**). Figura 15C observa-se os túbulos dentinários obliterados (**TO**) e túbulos parcialmente preenchidos (**TP**). A área delimitada pelo quadrado está representada na figura 15D na qual se visualiza enorme quantidade de bolhas no interior da camada do adesivo (**setas**).

A figura 16A ilustra o padrão tipo I predominante de fratura para o sistema Adper Prompt (ADP). Figura 16B representa em maior aumento (650X) a área marcada da figura 16A; onde se pode notar camada de adesivo (**a**) fraturada em “lasca” e parte da resina composta (**R**). Nas figuras 16C e 16D, se observa a segunda maior incidência de fratura do sistema ADP representada pela camada de adesivo e o topo da camada híbrida, fratura do tipo V.

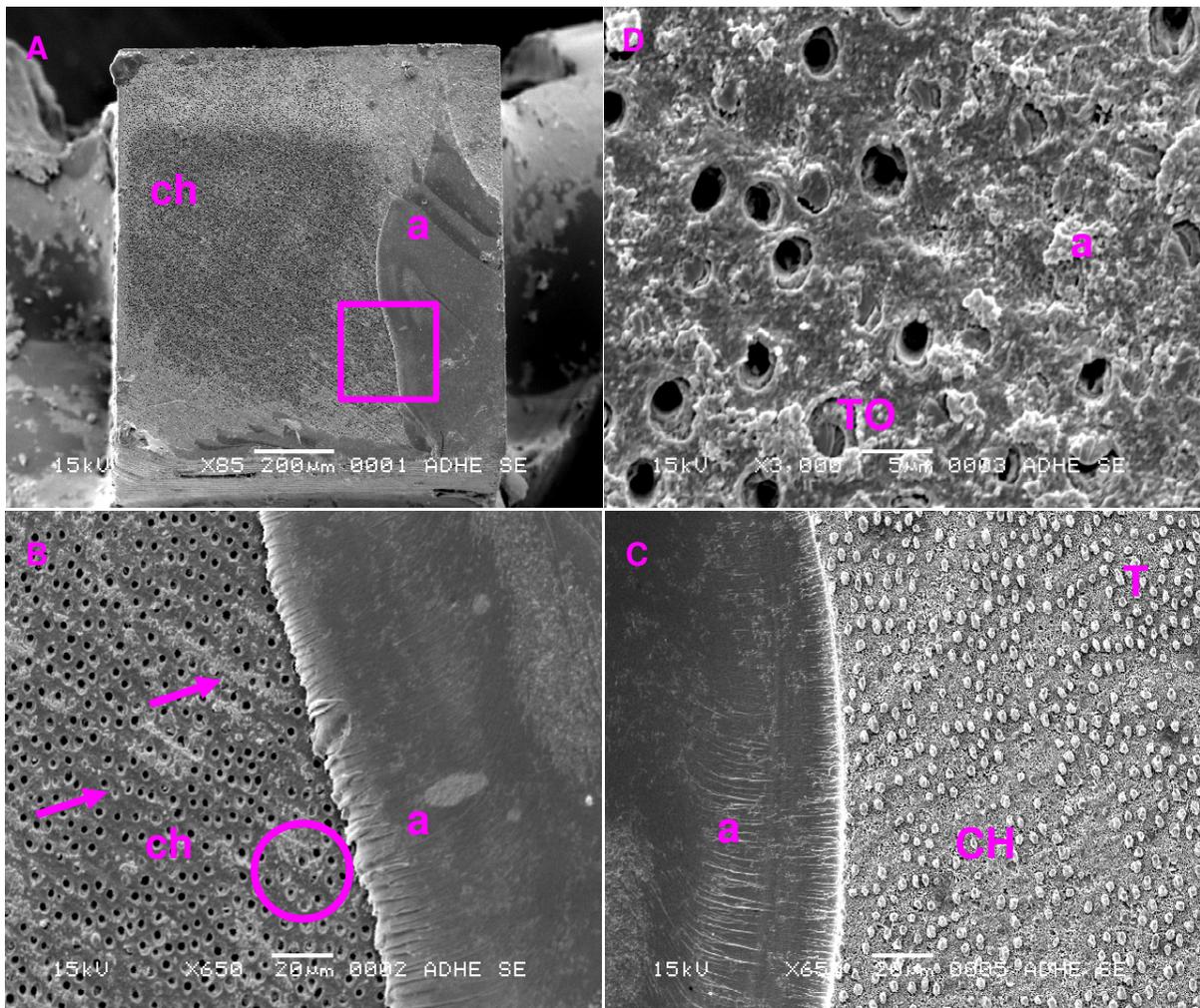


Figura 14 – A) Fotografia em MEV ilustrando o padrão de fratura do tipo V obtido após o teste de tração da interface de união resina-dentina com o sistema ADHE SE (ADSE), (**ch**) representa a camada híbrida e (**a**), a camada de adesivo. B) Representa em maior aumento (650X) a área marcada da figura A pelo quadrado; onde se pode notar camada de adesivo (**a**) e a camada híbrida (**ch**) pelos túbulos dentinários parcialmente obliterados (**setas**). C) Imagem homóloga do corpo de prova fraturado observando, também, a camada de adesivo (**a**) e a camada híbrida (**ch**) representada pelos *tags* fraturados (**T**). D) Representa imagem delimitada pelo círculo na figura B, região de topo da camada híbrida caracterizada pela presença de túbulos dentinários parcialmente obliterados (**TO**) e da camada de adesivo (**a**).

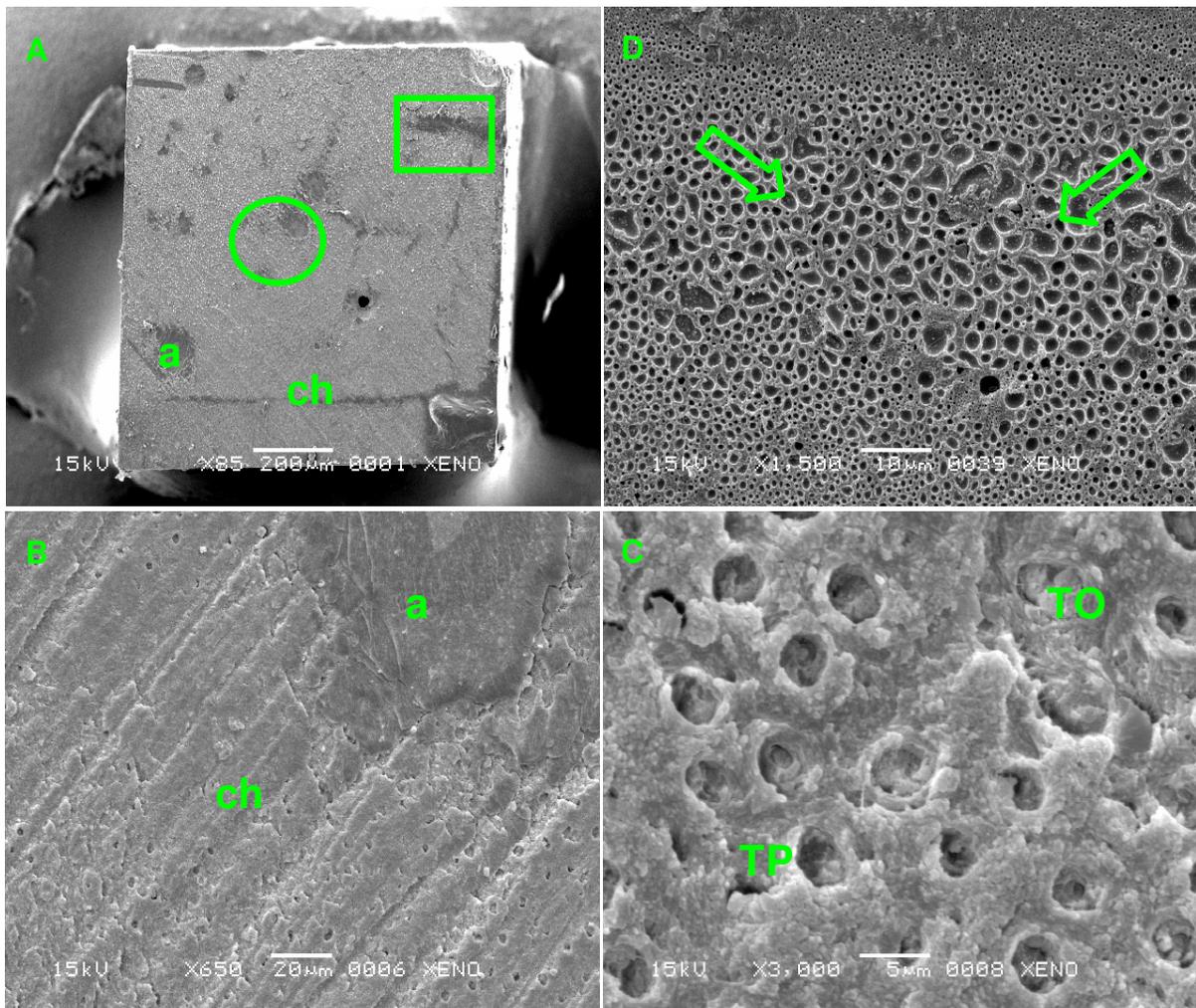


Figura 15 – A) Fotografia em MEV ilustrando o padrão de fratura do tipo V obtido após o teste de tração da interface de união resina-dentina com o sistema Xeno III (XE). B) Representa a área marcada da figura A pelo círculo; onde se pode notar camada de adesivo (**a**) e o topo da camada híbrida (**ch**) representado por túbulos dentinários parcialmente cobertos pela camada de adesivo. C) Imagem ilustrativa da região de camada híbrida da figura B na qual se observam os túbulos dentinários obliterados (**TO**) e os túbulos parcialmente preenchidos pelo adesivo (**TP**) caracterizando o topo da camada híbrida. D) Fotomicrografia ilustrativa da região delimitada pelo quadrado na figura A, identificando a presença maciça de bolhas na camada de adesivo (**setas**).

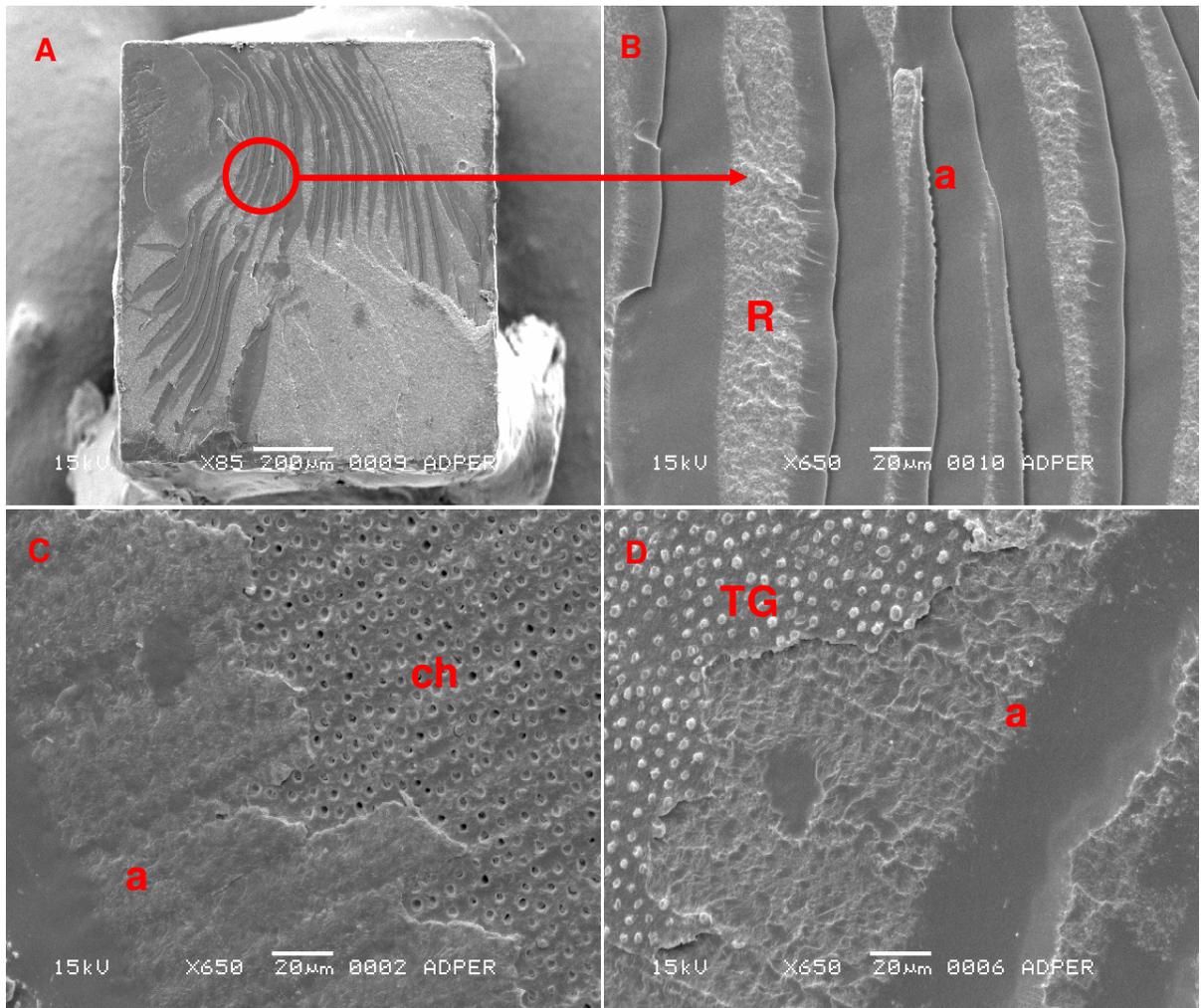


Figura 16 – A) Fotografia em MEV ilustrando o padrão de fratura do tipo I obtido após o teste de tração da interface de união resina-dentina com o sistema Adper Prompt (ADP). B) Representa a área marcada da figura A; onde se pode notar camada de adesivo (**a**) fraturada em “lasca” e partes da resina composta (**R**). C) Fotomicrografia ilustrativa da segunda maior incidência de fratura do sistema ADP, onde se observa a camada de adesivo (**a**) e o topo da camada híbrida (**ch**) caracterizando fratura do tipo V. D) Fotomicrografia ilustrativa da parte homóloga fraturada. Notar a presença de *tags* (**TG**) representativos da camada híbrida (**ch**) e a camada de adesivo (**a**).

5.3 Qualidade de camada híbrida

Imagens ilustrativas das interfaces de união após as deposições de nitrato de prata amoniacal e metenamina de prata, juntamente com as interfaces de união controle estão apresentadas nas figuras 17 a 36.

A figura 17 ilustra a interface de união formada pelo sistema Single Bond (SB) e dentina. A camada híbrida apresentou-se espessa (5,5 a 9,5 μ m) e com *tags* (TG) relativamente longos e conóides, cuja base maior está voltada para a camada de adesivo (a). A interface, a qual foi submetida à solução traçadora de nitrato de prata amoniacal e visualizada por meio da MEV operando com elétrons retroespalhados, apresentou intensa deposição de prata em toda extensão da camada híbrida preenchendo - a completamente desde a base até o topo (figura 18). Pode-se notar, também, a presença de ramificações eletro-densas partindo da camada híbrida para o interior da camada de adesivo. Quando a interface de união SB-dentina foi submetida à solução de metenamina de prata, a pigmentação ficou limitada à área abaixo da camada híbrida.(figura 19). A microanálise por raios-X (EDS) confirmou a presença do elemento prata (Ag) na base da camada híbrida (figura 20). Outros elementos químicos, também, foram detectados compondo a estrutura dentinária (exemplos: cálcio (Ca), fósforo (P) e carbono (C)).

Os sistemas autocondicionantes SE, ADSE e XE apresentaram camada híbrida fina com formação de *tags* cilíndricos e curtos para o SE e longos para o XE (Figuras 21, 25 e 29). Por outro lado, o sistema autocondicionante de ADP apresentou camada híbrida mais espessa do que as camadas formadas pelos sistemas SE, ADSE e XE (Figura 33). Os *tags* produzidos por este sistema (ADP) apresentaram-se com formato semelhante (conóide) àqueles formados pelo sistema que utiliza a técnica úmida (SB), ilustrado na figura 17.

Na camada híbrida formada pelos sistemas autocondicionantes de dois passos, representados pelos sistemas SE e ADSE, após a aplicação do nitrato de prata amoniacal, a deposição de grãos de prata metálica ficou restrita à região hibridizada (Figuras 22 e 26). Para o sistema SE, a deposição de prata ocorreu de forma intermitente em algumas regiões ao longo da interface de união (Figura 22),

enquanto que para o sistema ADSE a deposição da prata aconteceu de maneira mais contínua e moderada (Figura 26). Nos dois casos essas deposições de prata concentraram-se principalmente na região entre a dentina não desmineralizada e a camada híbrida com extensão para a região de adesivo. No entanto, a quantidade de prata metálica depositada foi visualmente menor quando comparada às deposições presentes nos adesivos SB, XE e ADP (Figuras 18, 30 e 34).

Na análise da camada híbrida formada pelo sistema SE, após a ação da solução de metenamina de prata, pontos eletro-densos mostram-se delineando a base de toda extensão da camada híbrida (Figura 23). No caso do sistema ADSE os pontos eletro-densos apresentaram-se mais próximos uns dos outros de modo a formar uma linha de continuidade no visual da pigmentação (Figura 27). A presença da prata metálica nos respectivos pontos eletro-densos identificados nas figuras 23 e 27 foram comprovadas por meio da análise gráfica elementar por EDS (Figuras 24 e 28).

A solução de prata amoniacal produziu intensa deposição de grãos de prata metálica no corpo da camada híbrida formada pelos adesivos autocondicionantes *all-in-one*, representados pelos sistemas XE e ADP. Para o sistema XE a deposição de prata concentrou-se na área hibridizada da interface de união, (Figura 30) com pequenas quantidades de grãos de prata metálica dentro da camada de adesivo próximo à camada de compósito. Para o sistema ADP a característica de penetração da prata metálica no interior da camada híbrida foi semelhante àquela ocorrida na camada híbrida formada pelo sistema que utiliza a técnica úmida com intensa deposição por toda extensão da camada híbrida, além de projeções eletro-densas em direção à camada de adesivo (Figura 34). Quando submetido à solução metenamina de prata, a camada híbrida formada pelos sistemas XE e ADP apresentou grande número de pontos eletro-densos formando uma linha contínua na base da camada híbrida (Figuras 31 e 35). A identificação elementar da prata nessas regiões está ilustrada na Figuras 32 e 36, após a análise pelo EDS.

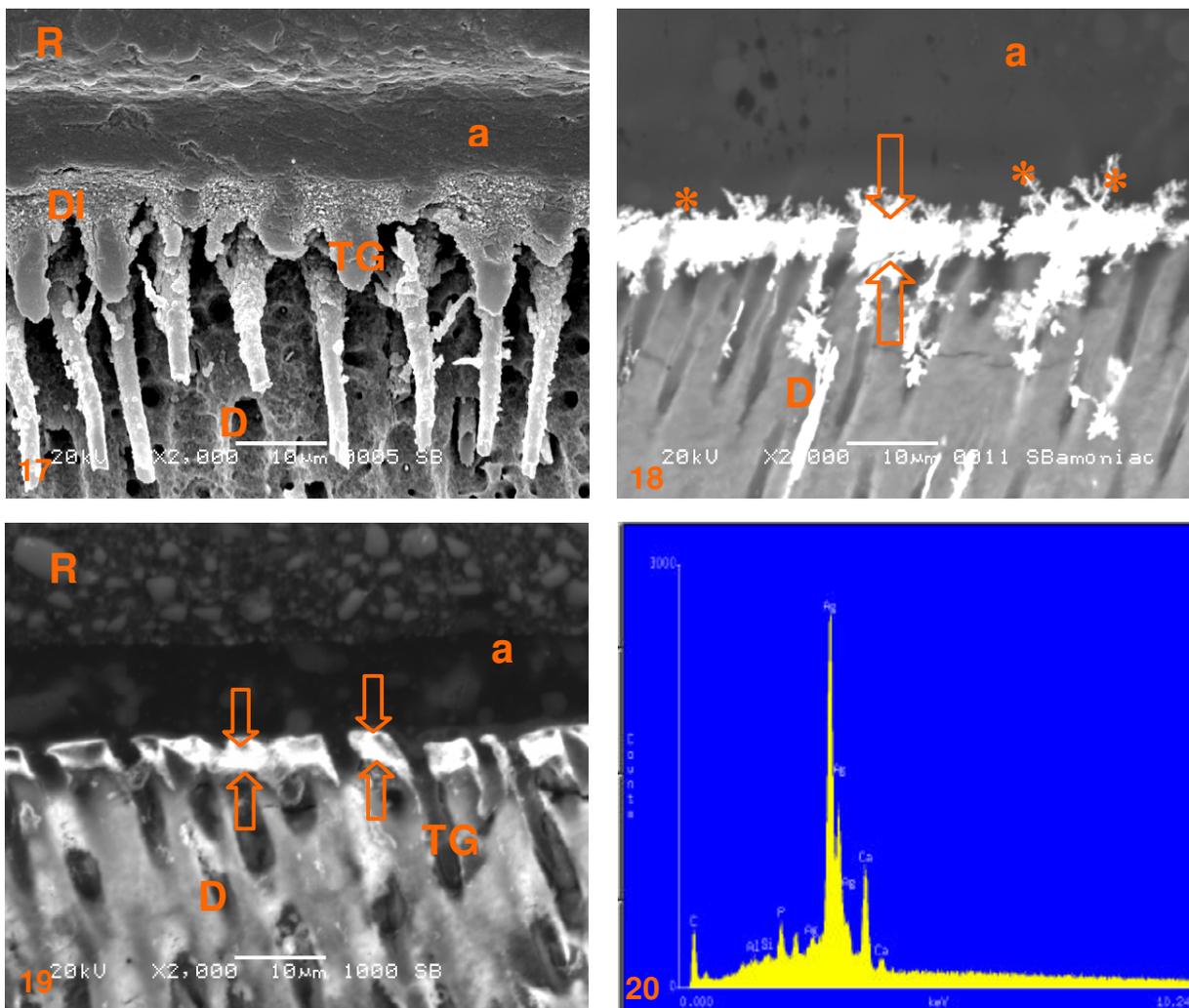


Figura 17 - Fotomicrografia ilustrativa, através de elétrons secundários, (2000x de aumento) da interface de união entre resina (**R**) e dentina (**D**) formada pelo sistema adesivo SB. (**a**) representa a camada de adesivo; (**DI**), a dentina intertubular e (**TG**) identificam os *tags*.

Figura 18 – Fotomicrografia ilustrativa através de elétrons retroespalhados (2000x de aumento) da interface de união formada pelo sistema adesivo SB, submetida à solução traçadora nitrato de prata amoniacal. A área eletrodensa delimitada entre as **setas** demonstra a severa deposição de grãos de prata metálica por toda extensão da camada híbrida; e, os **asteriscos** identificam as *water trees*. Camada de adesivo - (**a**), dentina – (**D**).

Figura 19 – Fotomicrografia em elétrons retroespalhados, aumento de 2000x, ilustrativa da interface de união entre resina e dentina produzida pelo sistema convencional SB. A área eletrodensa entre as **setas** indica a região desmineralizada e não infiltrada pelos monômeros a qual foi pigmentada pela metenamina de prata. (**R**) resina composta; (**a**) adesivo; (**D**) dentina; (**TG**) *tags*.

Figura 20 – Gráfico correspondente à identificação química dos elementos (EDS) presentes na interface de união resina e dentina produzida pelo sistema convencional SB. O pico de Ag é relativo à presença dos nanoespaços preenchidos e corados pela metenamina (**setas**) de prata da figura 19.

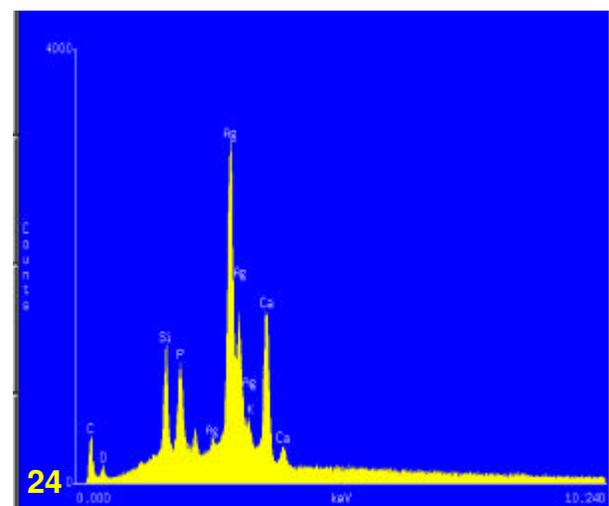
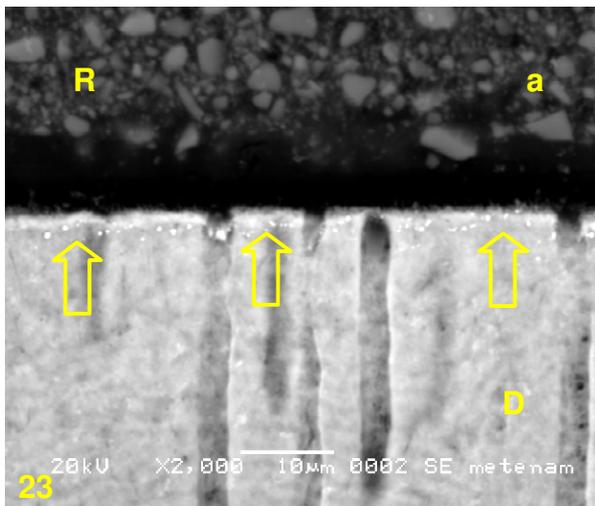
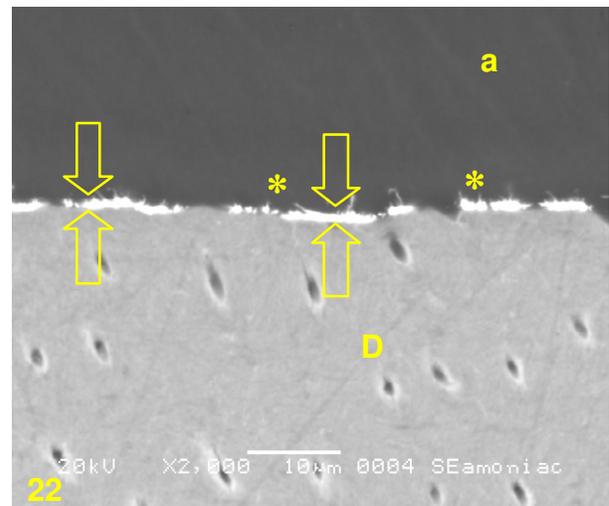
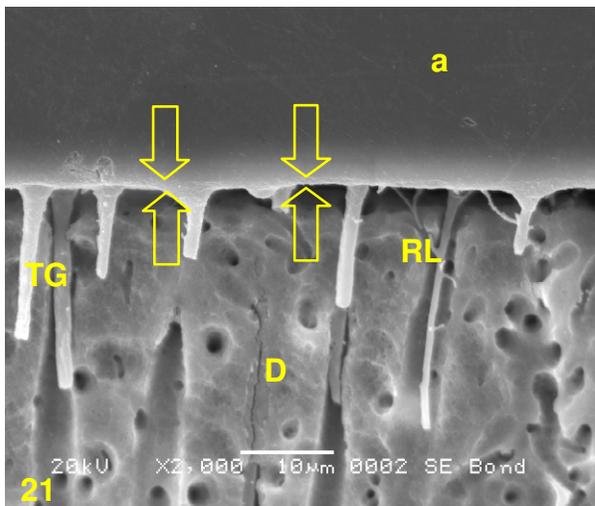


Figura 21 – Fotografia em MEV ilustrando a interface entre resina e dentina formada pelo sistema adesivo SE. Aumento de 2000X. **(a)** - camada de adesivo; **(setas)** delimitam a espessura da camada híbrida; **(TG)** identificam os *tags* com formato cilíndrico e relativamente curto; **(RL)** – ramificações laterais dos túbulos dentinários preenchidos pelos monômeros; **(D)** – dentina.

Figura 22 – Fotografia em MEV ilustrando, em maior aumento (2000X), a quantidade moderada e intermitente de grãos de prata metálica em algumas regiões da interface de união **(setas)**. Os **asteriscos** identificam as *water trees*; **(a)** – camada de adesivo, **(D)** – dentina.

Figura 23– Fotomicrografia em elétrons retroespalhados, aumento de 2000x, ilustrativa da interface de união produzida pelo adesivo autocondicionante SE. Os pontos eletrodensos **(setas)** indicam a presença de fibrilas colágenas pigmentada pela metenamina de prata e depósitos de grãos de prata. **(R)** resina composta; **(a)** adesivo; **(D)** dentina; **(TG)** tags.

Figura 24 – Gráfico correspondente à identificação química dos elementos (EDS) presentes na interface de união formada pelo adesivo autocondicionante SE. O pico de Ag é relativo à presença dos nanoespaços preenchidos por grão de prata e fibrilas colágenas coradas pela metenamina.

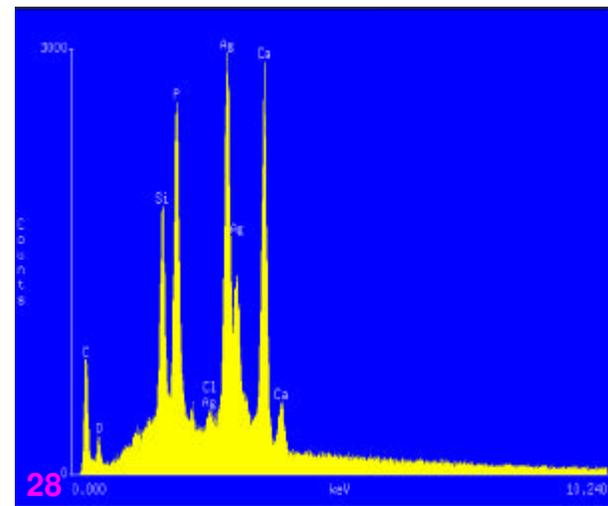
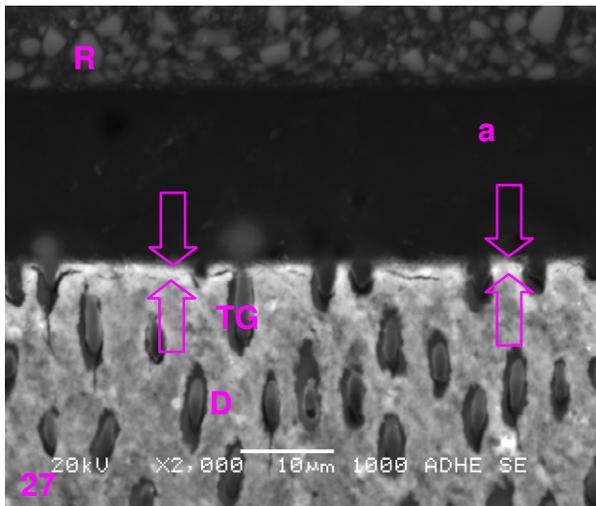
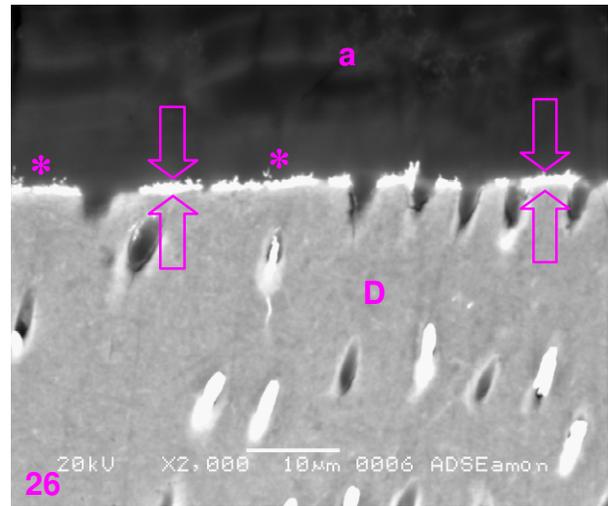
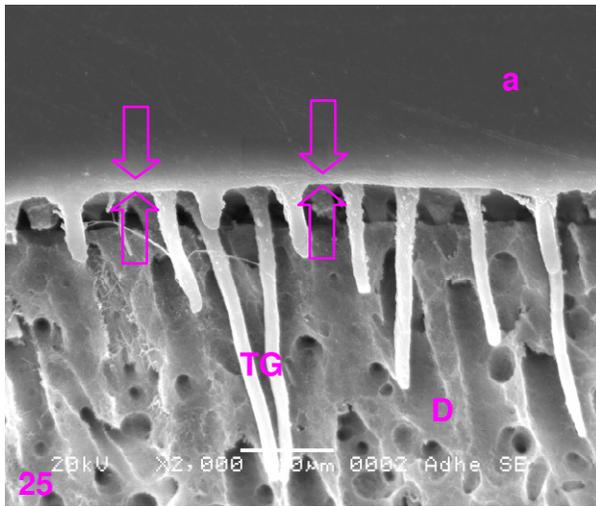


Figura 25 – Fotografia em MEV com elétrons secundários ilustrando a interface de união entre resina e dentina formada pelo sistema adesivo ADHE SE. Aumento de 2000X. (a) representa a camada de adesivo; (setas) delimitam a espessura da camada híbrida; (TG) identificam os tags com formato cilíndrico e relativamente curto.

Figura 26 – Fotografia em MEV ilustrando a presença de regiões eletrodensas através da solução traçadora de nitrato de prata amoniacal (setas) na interface de união do sistema adesivo ADSE. Notar a presença das water trees (asteriscos) no topo da camada híbrida. (a) adesivo; (D) dentina.

Figura 27 – Fotomicrografia em elétrons retroespalhados, aumento de 2000x, ilustrativa da interface de união entre resina e dentina produzida pelo adesivo autocondicionante ADSE. A área entre as setas indica a pigmentação pela metenamina de prata. (R) resina composta; (a) adesivo; (D) dentina; (TG) tags.

Figura 28 – Gráfico correspondente à identificação química dos elementos (EDS) presentes na interface de união entre resina e dentina produzida pelo adesivo autocondicionante ADSE. O pico de Ag é relativo à presença dos nanoespaços preenchidos e corados pela metenamina (setas).

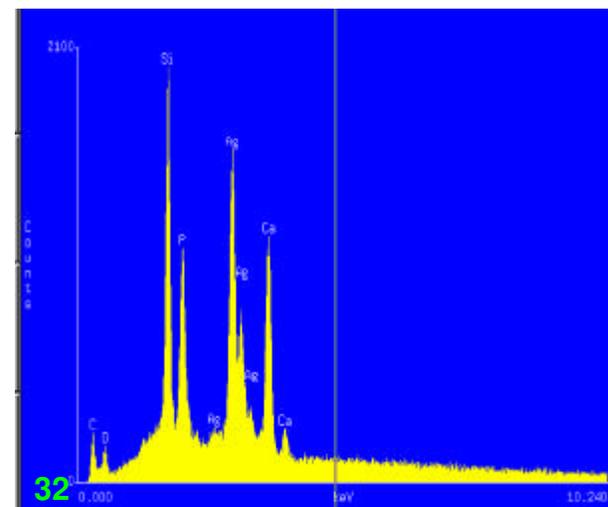
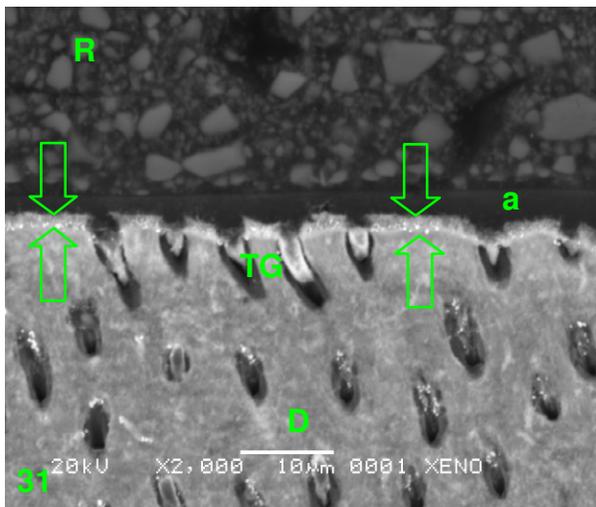
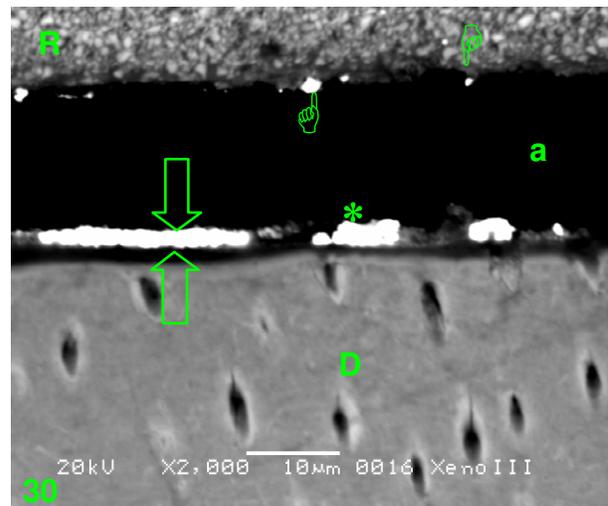
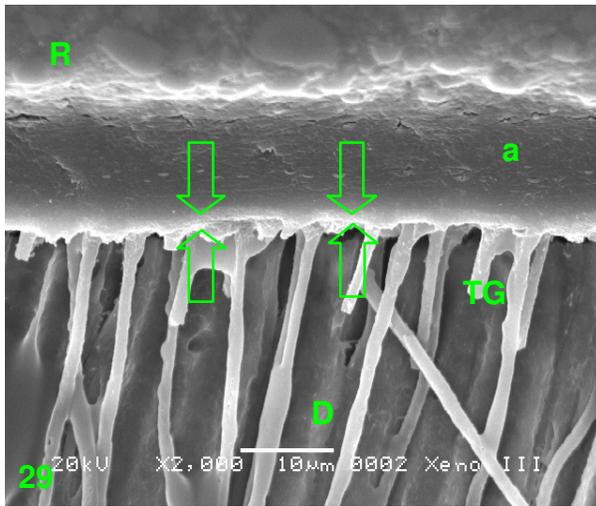


Figura 29 – Fotografia em MEV com elétrons secundários ilustrando a interface de união do sistema adesivo XE. Aumento de 2000X. (R) identifica a resina composta; (a) representa a camada de adesivo; (setas) delimitam a espessura da camada híbrida; (TG) identificam os tags.

Figura 30 – Fotografia em MEV ilustrando, a intensa de deposição de grãos de prata originados da solução amoniacal dentro da camada híbrida (setas) e, no topo da camada de adesivo (ponteiros). Notar a presença das water trees (asteriscos). (a) adesivo; (D) dentina; (R) resina composta.

Figura 31 – Fotomicrografia em elétrons retroespalhados, ilustrativa da interface de união do adesivo autocondicionante XE. A área entre as setas indica a pigmentação das fibrilas colágenas pela metenamina de prata e depósitos de prata. (R) resina composta; (a) adesivo; (D) dentina; (TG) tags.

Figura 32 – Gráfico correspondente à identificação química dos elementos (EDS) presentes na interface de união do adesivo autocondicionante XE. O pico de Ag é relativo à presença dos nanoespaços preenchidos e fibrilas colágenas corados pela metenamina (setas).

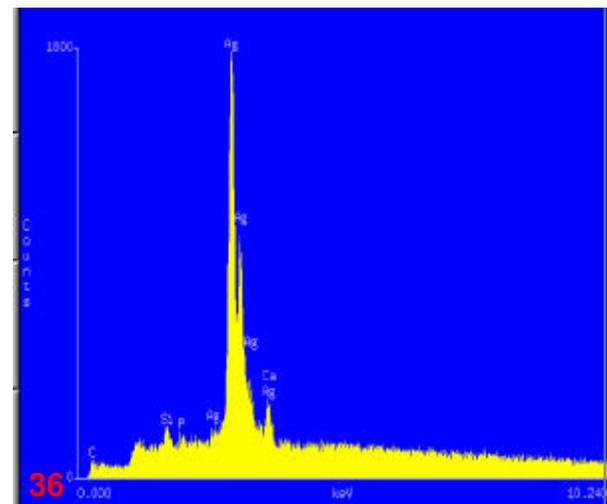
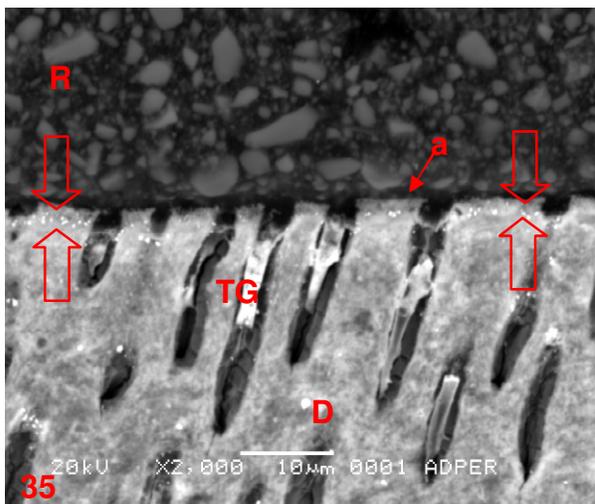
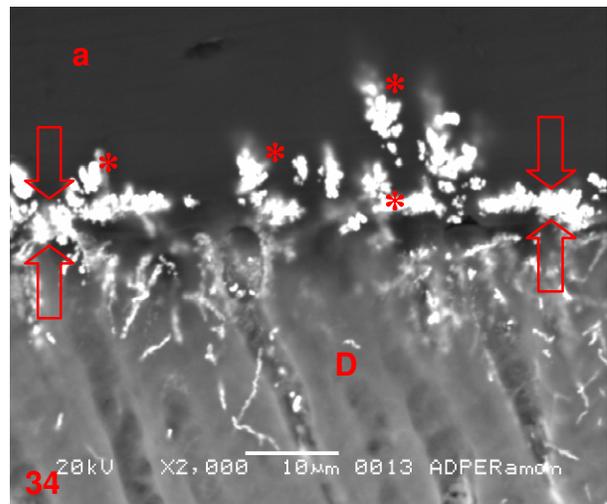
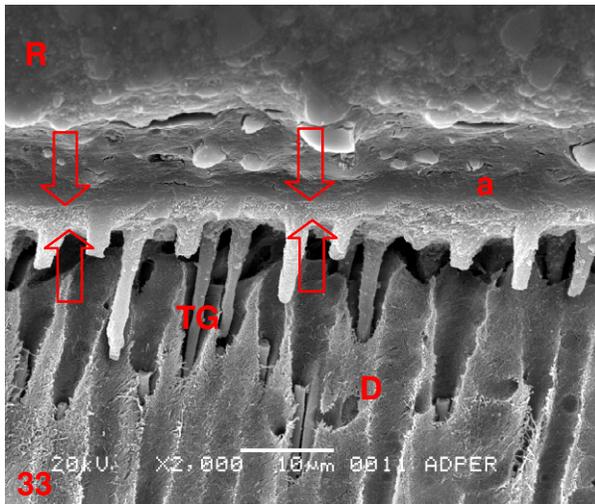


Figura 33 – Fotografia em MEV com elétrons secundários ilustrando a interface de união do sistema adesivo ADP. Aumento de 2000X. (R) identifica a resina composta; (a) representa a camada de adesivo; (D), dentina; (setas) delimitam a camada híbrida espessa; (TG) identificam os tags.

Figura 34 – Fotografia em MEV ilustrativa da intensa quantidade de grãos de prata presentes na camada híbrida (setas) e na camada de adesivo (asteriscos) do sistema ADP. (a) adesivo; (D) dentina.

Figura 35 – Fotomicrografia em elétrons retroespalhados, aumento de 2000x, ilustrativa da interface de união do adesivo autocondicionante ADP. Os pontos eletrodensos compreendidos entre as setas indicam pigmentação da camada híbrida pela metenamina de prata. (R) resina composta; (a) adesivo; (D) dentina; (TG) tags.

Figura 36 – Gráfico correspondente à identificação química dos elementos (EDS) presentes na interface de união do adesivo autocondicionante ADP. O pico de Ag é relativo à presença dos nanoespaços preenchidos e fibrilas colágenas coradas pela metenamina (setas) de prata.

6 DISCUSSÃO

Idealmente, os sistemas adesivos deveriam fornecer suficiente resistência de união aos tecidos duros do dente e completo selamento das superfícies dentinárias. Entretanto, a maioria dos sistemas adesivos apresenta variados valores de resistência da união e determinado grau de nanoinfiltração com notáveis diferenças entre os padrões e localização da deposição de grãos de prata metálica ao longo da região de interface de união, de acordo com a composição e concentração de monômeros hidrófilos e hidrófobos dos adesivos, conforme os resultados deste estudo.

Todos os sistemas adesivos avaliados neste estudo apresentam na sua composição determinada quantidade de água (Tabela 1). Esta água contida na formulação dos adesivos exerce importante função tanto na técnica úmida como também na técnica autocondicionante. Nos sistemas que utilizam a técnica úmida, a água está balanceada com solventes orgânicos, além dos monômeros hidrófilos e hidrófobos em apenas um frasco. Dessa forma, no processo de hibridização, a solução deve funcionar inicialmente como *primer*, em um processo de preparação da superfície das fibrilas colágenas expostas pelo condicionamento produzido pelo ácido fosfórico na superfície da dentina. Em seguida, o solvente e a água deveriam ser totalmente volatilizados para que a solução tornasse mais viscosa, pela presença dos monômeros, e funcionasse como adesivo (Nakabayashi, 1998; Tay *et al.*, 1998b, 2000a; Tay & Pashley, 2001). Nestas circunstâncias, a camada híbrida formada deveria ser totalmente impermeável, conforme descreveu Nakabayashi, 1982. Entretanto, a água e o solvente não são completamente removidos e permanece intrinsecamente na região da união tanto no espaço em que os monômeros envolvem as fibrilas colágenas (área hibridizada), como na camada de adesivo. Dessa forma, a presença da água e/ou do solvente aprisionados na zona de interdifusão (interface de união dentina - adesivo) dos monômeros impede em parte a conversão dos monômeros em polímeros, enfraquecendo mecanicamente a união entre o tecido dentinário e o adesivo

(Jacobsen & Söderholm, 1995; Tay & Pashley, 2003a). Esta ocorrência pode ser constatada em relação aos valores de resistência de união apresentados pelo adesivo SB que não mostrou diferença estatisticamente significativa quando comparado com o sistema autocondicionante ADP, mas a média de resistência de união foi inferior e estatisticamente diferente em relação aos sistemas SE, ADSE e XE.

Na avaliação das interfaces de união dentina - SB e dentina -ADP pela deposição da prata metálica, após aplicação do nitrato de prata amoniacal, praticamente toda espessura e extensão da região de união que inclui a camada híbrida e a camada de adesivo foi marcada pela prata (Figuras 18 e 34). Assim, a presença da água e do solvente produziu uma deficiência na polimerização da camada híbrida, deixando porosidades que foram preenchidas pela prata metálica, caracterizando a desqualificação da interface de união em relação à resistência de união e a polimerização do adesivo (Sano *et al.*, 1995a; Li *et al.*, 2000; Reis *et al.*, 2004). Outro fator que influenciou, principalmente, na qualidade da polimerização do adesivo na região de união foi a condição que cada sistema adesivo usa para produzir a interação com o tecido dentinário. O sistema SB utiliza o ácido fosfórico a 35% como agente condicionador da dentina e recomenda 15 segundos de aplicação. Nesta condição, a dentina é desmineralizada em média de 5 a 8 µm em espessura e o adesivo não é capaz de penetrar totalmente na área desmineralizada (Sano *et al.*, 1994a; Van Meerbeek *et al.*, 1999). A figura 19 ilustra essa deficiência técnica inerente ao sistema que utiliza o condicionamento ácido separadamente. Utilizando a solução de metenamina de prata que é capaz de se depositar na superfície orgânica das fibrilas de colágeno (Søgaard-Pedersen, 1985; Matthiessen *et al.*, 1985; Søgaard-Petersen *et al.*, 1990), a figura 19 evidenciou a presença da prata exatamente entre a dentina mineralizada e a base da camada híbrida, caracterizando a discrepância entre os procedimentos de desmineralização e infiltração do adesivo. A comprovação de que os pontos eletro-densos da figura 19 representam o elemento prata foi realizada através da microanálise dispersiva de raios-X (EDS), na qual os maiores picos caracterizam a

prata (Figuras 20). Quando os sistemas SB e ADP são comparados na mesma área da interface de união, também fica claro que a área desmineralizada pelo ácido foi mais profunda que àquela produzida pelo sistema autocondicionante ADP (Figuras 19 e 35). Essa diferença na área desmineralizada é creditada ao pH do ácido fosfórico (pH= 0,6) e rapidez na ação desmineralizadora em relação ao sistema ADP que conceitualmente utiliza um monômero ácido, cujo pH é menor que 1,0 e depende da água para iniciar o processo de desmineralização do tecido dentinário, além dos demais monômeros que integram a composição do sistema adesivo (Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005). Essa área desmineralizada e não preenchida completamente pelos monômeros representa o local mais propício para o início de uma fratura e também para o processo de degradação hidrolítica das fibrilas colágenas e/ou componentes resinosos expostos à água ao longo do tempo (Perdigão *et al.*, 1999; Spencer & Swafford, 1999; Sano *et al.*, 1994b e 1995a; Tay *et al.*, 2000a; Hashimoto *et al.*, 2001 e 2003b; Reis *et al.*, 2004).

Uma outra evidência dessa diferença na espessura de desmineralização pode ser sugerida no modo de fratura de cada espécime para dos dois sistemas. Para o SB o tipo de fratura predominante foi entre o adesivo e a base da camada híbrida (Tipo V), que significa que a área mais enfraquecida estava localizada na região que foi menos infiltrada pelo adesivo (Figura 12). Por outro lado, para o sistema ADP o modo de fratura predominante foi na camada de adesivo (Tipo I), conforme mostra a figura 16. Neste caso, o balanceamento químico necessário para o equilíbrio entre os monômeros hidrófilos ácidos e hidrófobos, além da água enfraquece o corpo do adesivo (Van Meerbeek *et al.*, 1999; Tay & Pashley, 2001). Apesar dessa diferença no modo de fratura, os valores de resistência de união foram similares entre si, o que demonstra a complexidade do procedimento e a dependência da composição do material.

Os sistemas adesivos autocondicionantes contêm em sua composição elevadas concentrações de monômeros ácidos, monômeros hidrófilos (HEMA) e dimetacrilatos funcionais; os quais, na presença de grande quantidade de água,

contida também na composição do material, condicionam e infiltram simultaneamente a dentina (Tay & Pashley, 2001; Tay *et al.*, 2002b) resultando em menor exposição das fibrilas colágenas (Watanabe I *et al.*, 1994; Tay & Pashley, 2001). Os monômeros ácidos são responsáveis pela remoção quase que total da *smear layer* e condicionamento da dentina intacta subjacente (Tay & Pashley, 2001). Para este processo, a água presente na formulação dos sistemas autocondicionantes é necessária para a ionização desses componentes resinosos ácidos. Da mesma forma, é necessária a presença de monômeros hidrófilos como o 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) na composição dos adesivos para atuarem como solventes e, ao mesmo tempo, serem capazes de se polimerizar. Assim funcionam como auxiliares dos monômeros ácidos, que não são solúveis prontamente em água, no processo de desmineralização e polimerização (Tay *et al.*, 2002b). Outros monômeros bi- ou multifuncionais são incluídos na formulação para aumentar a resistência da matriz polimérica através de ligações cruzadas (Tay *et al.*, 2002b). Dependendo da presença de um ou mais grupamentos carboxílicos ou fosfatos incorporados ao monômero ácido, os adesivos podem apresentar diferentes graus de agressividade (Van Meerbeek *et al.*, 1999; Tay *et al.*, 2002b; De Munck *et al.*, 2005). Quanto maior agressividade de um sistema adesivo, menor o pH e maior será a capacidade de desmineralização do substrato; e, conseqüentemente, será maior a necessidade de incorporação de monômeros hidrofílos (HEMA) e água para a realização desta função (Tay & Pashley, 2001). Dessa maneira, em cada sistema adesivo a água está presente em diferentes concentrações caracterizando a hidrofiliidade e o modo de interação com o substrato dentinário. De acordo com Van Meerbeek *et al.*, em 2003, as versões mais leves (SE) condicionam e atravessam a *smear layer* atingindo a dentina adjacente. Entretanto, deixam cristais de hidroxiapatita inalterados e capazes de formar uniões químicas com os componentes resinosos formando a camada híbrida. Os adesivos de agressividade intermediária dissolvem a *smear layer* deixando, porém, os *smear plugs* intactos (ADSE e XE). Já os sistemas de agressividade severa (ADP) dissolvem completamente a *smear layer* e criam

camadas híbridas tão espessas quanto àquelas constituídas pelos sistemas adesivos que utilizam a técnica úmida de hibridização (SB). De acordo com esse autor, os sistemas adesivos de *all-in-one* apresentam, em função da maior prevalência de ésteres ácidos, elevada acidez e características mais hidrófilas. Esta afirmação foi confirmada neste estudo pelo comportamento do adesivo XE e ADP que apresentaram valores de resistência da união estatisticamente diferentes e inferiores quando comparados com o sistema SE (Tabela 2 e Figura 10). Além disso, a quantidade de água residual no interior da interface de união formada pelos sistemas XE e ADP pode ser comprovada pela presença de grãos de prata metálica por toda extensão da camada híbrida e, também, na camada de adesivo próximo ao compósito (Figuras 30 e 34).

A resistência de união entre o adesivo *all-in-one* XE e a dentina não apresentou valores médios estatisticamente diferentes em relação ao sistema ADSE. A similaridade nos valores médios talvez seja devido à igual capacidade na desmineralização da dentina. Essa identificação pode ser visualizada pela deposição de grãos de prata metálica na região entre a dentina mineralizada e a base da camada híbrida (Figuras 31). Em geral, a metenamina de prata é capaz de pigmentar as fibras colágenas (Grocott, 1955, Gromori, 1946; Sögaard-Pedersen, 1985; Sögaard-Pedersen *et al.*, 1990; Matthiessen *et al.*, 1985; De Goes & Montes, 2004) e como na aplicação da solução a região não foi lavada com cloreto de ouro, também foi possível mostrar a presença de espaços vazios na região. Estes espaços vazios foram realmente preenchidos pelos grãos de prata metálica, os quais foram detectados através da microanálise por meio de raio-X (EDS) ilustrado nos gráficos das figuras 28 e 32. Por outro lado, a diferença estatística proporcionada entre os sistemas ADP e XE (ambos os sistemas *all-in-one*) deve-se, provavelmente, à presença de partículas inorgânicas na composição deste último (Tabela 1), levando a formação de uma camada de adesivo mais espessa capaz de absorver maiores tensões, como observado por Montes *et al.*, 2001. Os padrões de fratura comprovaram esta diferença, pois enquanto o sistema XE apresentou predominância de fratura entre a camada de

adesivo e o topo da camada híbrida (Tipo V), o sistema ADP apresentou principalmente fraturas na camada de adesivo (Tipo I). Esta característica entre os padrões de fratura pode ser creditada ao maior conteúdo de água e monômeros hidrófilos na composição do ADP.

De maneira geral, os sistemas *all-in-one* possuem elevadas concentrações do monômero 2-hidroxietilmetacrilato (HEMA) quando comparado aos sistemas de “dois passos” e, assim sendo, retêm a água no interior do adesivo a qual promove a formação de separação de fase entre os componentes caracterizando-se pela presença de bolhas no interior da camada de adesivo (Figuras 15). Nos sistemas autocondicionantes *all-in-one*, monômeros hidrófobos e hidrófilos são misturados previamente à polimerização. Em decorrência deste fato, bolhas são formadas no interior da solução devido à reação turbulenta de mistura e ao contato direto com o ar. Visualmente, pode-se observar a mudança na transparência da solução tornando-se opaca. Após alguns minutos, a coloração da solução volta ao normal indicando a evaporação do solvente. Uma vez evaporados os solventes, nos quais os monômeros são mutuamente solúveis (HEMA, álcool e acetona), o equilíbrio entre estes e os monômeros é quebrado resultando em separações de fase a partir de outros componentes do adesivo (Van Landuyt *et al.*, 2005). Tal fato, provavelmente, resultou na formação de microestruturas bolhosas captadoras de água e no padrão complexo de deposição de grãos de prata metálica no interior da camada de adesivo dos sistemas *all-in-one* (Figuras 30 e 34); diferentemente do observado nos adesivos de “dois passos” (Figuras 22 e 26), os quais apresenta menor quantidade dos solventes. Ainda, essas bolhas indicativas da separação de fase ocorrida nos sistemas autocondicionantes *all-in-one* foram, também, identificadas nos planos de fratura após o teste de resistência à tração da interface de união entre dentina e o adesivo XENO III no presente estudo (Figuras 15). A separação de fase ocorrida entre os monômeros hidrófilos e hidrófobos no interior da matriz resinosa pode estar relacionada com os baixos valores de resistência da união dos sistemas autocondicionantes *all-in-one*, sendo responsável pela abertura da rede polimérica

(Yiu *et al.*, 2004). A sorção de água para o interior dessas microestruturas causa um “amolecimento” da matriz polimérica através da redução das forças friccionais entre as cadeias de polímeros. Assim sendo, a umidade absorvida atua como um plastificante diminuindo a temperatura de transição vítrea da resina polimerizada e, conseqüentemente, suas propriedades físicas (Yiu *et al.*, 2004). A presença destas microestruturas, ainda, permite o livre e rápido transporte de água através da camada de adesivo resultando em degradação hidrolítica ao longo do tempo. Um pré-requisito necessário para proporcionar razoável comportamento em adesivos autocondicionantes, principalmente em sistemas *all-in-one*, seria uma intensiva secagem com ar após a aplicação dos monômeros ácidos (Van Landuyt *et al.*, 2005).

Diferentemente dos sistemas autocondicionantes *all-in-one*, os sistemas adesivos de “dois passos” possuem leve acidez e característica menos hidrófila. Esta afirmação foi confirmada neste estudo pelo comportamento do adesivo SE que apresentou valores de resistência de união estatisticamente diferentes e superiores quando comparados aos demais sistemas (Tabela 2 e figura 10). Uma das razões está na ocorrência predominante de fraturas coesivas na camada de adesivos (Tipo I) indicando que, mecanicamente, na unidade de união composta por material restaurador/adesivo SE/dentina, a união com o tecido dentinário foi maior que a resistência coesiva do adesivo (Figura 13). Outro fator responsável pelos maiores valores de resistência de união está na menor espessura de desmineralização da dentina produzida pelo sistema SE e a simultânea infiltração dos monômeros para o interior da dentina desmineralizada, com formação da camada híbrida, quando comparado ao sistema que utiliza a técnica úmida de hibridização (Figuras 17, 21 e 25) (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Este tipo de comportamento é típico de sistemas adesivos autocondicionantes de “dois passos” que apresentam maior grau de hidrofobicidade e, portanto, menor quantidade de água e assim melhor comportamento mecânico (Tay *et al.*, 2002b). Dentro dessa idéia, o comportamento dos dois sistemas de “dois passos” SE e ADSE deveria ser semelhante. No entanto, o sistema ADSE apresentou valores de resistência de

união estatisticamente inferiores ao SE e fraturas predominantemente mistas entre a camada de adesivo e a camada híbrida (Tipo V) (Figuras 14). A diferença estatística nos valores de resistência da união entre os dois sistemas está relacionada à maior acidez sistema ADSE e a necessidade de maior quantidade de água e monômeros hidrófilos quando comparado ao SE, conforme afirmou Van Meerbeek *et al.*, 2003. Em decorrência deste fato, a camada híbrida formada pelo sistema adesivo ADSE apresentou visualmente maior deposição de grãos de prata metálica após a aplicação da solução de nitrato de prata amoniacal do que o sistema SE (Figuras 22 e 26); e ambos os sistemas em menor quantidade quando comparado ao sistema que utiliza a técnica úmida (SB) (Figura 18) e autocondicionantes *all-in-one* (XE e ADP) (Figuras 30 e 34). A presença de depósitos de grãos de prata metálica no interior da camada híbrida de sistemas autocondicionantes de “dois passos” deve-se a diferenças no peso molecular entre os monômeros ácidos e não-ácidos provocando uma infiltração seletiva para o interior da dentina. Os monômeros ácidos dissolvem parcialmente os cristais de hidroxiapatita criando nanoespaços entre as fibrilas colágenas. Em decorrência do efeito do tamponamento ácido da dentina, a capacidade de dissolução diminui e cria espaços interfibrilares cada vez menores. No interior desses espaços são encontrados produtos da reação formada pela dissolução de íons cálcio e fosfato liberados durante o condicionamento. Esses produtos agiram como peneiras moleculares que impediram a infiltração de monômeros não-ácidos; deixando, assim, espaços vazios (Carvalho *et al.*, 2005). Tais espaços foram observados nas interfaces de união desses sistemas (SE e ADSE) através da identificação de pontos eletro-densos após a solução de metenamina de prata (Figuras 23 e 27) e confirmados por meio da análise em EDS (Figuras 24 e 28). Ainda, a menor deposição de grãos de prata metálica observada para os sistemas de agressividade leve e intermediária pode ser atribuída à fina camada híbrida formada (Figuras 21 e 25). Isso porque quanto maior for a espessura da camada híbrida formada, maior será o potencial para a nanoinfiltração de íons prata no interior da dentina desmineralizada, da camada híbrida ou dentro da camada de

adesivo parcialmente polimerizada (Pereira *et al.*, 2001; Reis *et al.*, 2004). Outro fator relevante à menor deposição de prata nos sistemas adesivos de “dois passos” e menos agressivos está relacionado à colocação de uma camada de adesivo basicamente hidrofóbico de maior viscosidade sobre o *primer* ácido, a qual deve ter reduzido a sorção de água pelo sistema (Tay *et al.*, 2004). Sistemas adesivos que apresentam os monômeros hidrofóbicos em frascos separados dos hidrofílicos apresentam camadas de adesivo espessas variando de 30 a 50 µm. Assim sendo, quanto maior a espessura da camada de adesivo mais efetivo será o selamento da dentina ao invés de apenas alguns micrometros em espessura (Tay *et al.*, em 2004).

Relacionando-se o tipo de fratura, o comportamento entre os dois sistemas SE e ADSE foi semelhante, pois apesar do SE se fraturar coesivamente na camada de adesivo apresentou também fraturas no topo da camada híbrida semelhantemente ao ADSE. De acordo com Tay *et al.*, em 2002b, todos os adesivos autocondicionantes ao fraturarem-se apresentam rupturas no topo da camada híbrida devido, justamente, à presença da água residual responsável pela formação de microestruturas bolhosas captadoras de água e de hidrogéis de poli-HEMA. Entretanto, ao relacionar o tipo de fratura ocorrido para os sistemas SE e ADP, observa-se predominância de fraturas coesivas na camada de adesivo para ambos os sistemas. Apesar da diferença estatística entre os valores de resistência da união, o adesivo ADP formou uniões mais permeáveis com maior predominância de estruturas microscópicas globulares captadoras de água (*water blisters*) e, também, maior concentração de hidrogéis de poli-HEMA tanto no interior da camada híbrida como também no interior da camada de adesivo. De acordo com Tay *et al.*, 2003d, a formação dessas nanoporosidades deve-se à diminuição no vapor de pressão da água quando esta se apresenta misturada com o monômero hidrofílico HEMA resultando na presença de diferentes formas de hidrogéis evidenciados pela espessa e contínua camada de depósitos de prata (Figura 34). Em decorrência deste fato, este sistema autocondicionante severo apresentou o menor valor médio de resistência da união (Tabela 2 e figura 10)

com predominância de fraturas coesivas na camada de adesivo seguida por fraturas no topo da camada híbrida, provavelmente em locais onde havia maior concentração de microestruturas bolhosas captadoras de água e dos hidrogéis (Tay *et al.*, 2003b).

Neste estudo, a avaliação dos sistemas adesivos, que utilizam a técnica úmida e contidos em um frasco (SB) e a autocondicionante contidos em dois frascos ou em um frasco apenas, revelou que quanto maior for a hidrofobicidade dos sistemas melhor será a interação com o substrato dentinário e maior a efetividade da resistência de união. A tentativa de simplificar a técnica de aplicação usando adesivos contidos em um frasco e com múltiplas funções acarreta menores valores de resistência de união e a presença de porosidades no interior da camada da híbrida e do adesivo adjacente, além de maior quantidade de fibrilas colágenas expostas pela desmineralização e não revestidas pelo adesivo. A consequência clínica gerada pelo uso dos sistemas autocondicionantes *all-in-one* ou adesivos contidos em frasco único indicados para uso na técnica úmida pode variar desde o enfraquecimento da região de união entre o adesivo e a dentina até a provável ação das metaloproteinases nas fibrilas colágenas expostas na base da camada híbrida, provocando a degradação da interface de união (Hashimoto *et al.*, 2003b).

7 CONCLUSÕES

De acordo com os resultados do presente estudo pode-se concluir que :

1. Os adesivos autocondicionantes de “dois passos” apresentaram melhor interação com a dentina gerando valores estatisticamente superiores aos sistemas *all-in-one* e ao sistema que utiliza a técnica úmida de hibridização. O sistema adesivo SE apresentou maior valor de resistência de união sendo estatisticamente diferente em relação aos demais adesivos. Os sistemas adesivos autocondicionante *all-in-one* (ADP) e o SB (um frasco), usado na técnica úmida, produziram os menores resultados de resistência de união. Os valores de resistência de união dos sistemas ADSE e XE não diferiram estatisticamente entre si, mas foram estatisticamente superiores em relação SB e ADP. Houve predominância de fraturas entre a camada de adesivo e a camada híbrida (Tipo V) para SB, ADSE e XE; e fratura coesiva na camada de adesivo para SE e ADP.
2. A interface de união formada pelo sistema adesivo autocondicionante SE apresentou menor deposição de grãos de prata metálica, tanto na técnica usando solução de nitrato de prata amoniacal quanto na técnica usando a metenamina de prata. Os demais sistemas adesivos (ADSE, SB, ADP e XE) apresentaram intensa deposição de grãos de prata metálica por toda extensão da camada híbrida. Nos sistemas XE e ADP as deposições de grãos de prata metálica estavam presentes tanto no interior da camada de adesivo como na camada híbrida.
3. A nanoinfiltração em áreas na região da interface de união dos diferentes sistemas adesivos pode ser identificada tanto pela solução de nitrato de prata amoniacal como também, pela solução de metenamina de prata. A intensidade de deposição de grãos de prata metálica variou de acordo com o modo de interação dos sistemas com a dentina.

Referências*

Agee KL, Pashley EL, Itthagarun A, Sano H, Tay FR, Pashley DH. Submicron hiati in acid etched dentin are iatrogenic artifacts of desiccation. *Dent Mater.* 2003; 19(1): 60-8.

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; 5(1): 47-56.

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

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

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

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

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

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

Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Silva NRFA, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentin. **J Dent.** 2004a; 32(1): 55-65.

Carvalho RM, Tay FR, Gianninni G, Pashley DH. Effects of pre- and post-bonding hydration on bond strength to dentin. **J Adhes Dent.** 2004b; 6(1): 13-7.

Chan MFWY, Glyn-Jones JC. Marginal sealing ability of four restorative materials placed in root surfaces. **European J of Prosthodont and Rest Dent.** 1993; 2(1):23-7.

Chersoni S, Suppa P, Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Yiu C *et al.* *In vivo* and *in vitro* permeability of one-step self-etch adhesives. **J Dent Res.** 2004; 83(6): 459-64.

Craig RG, Peyton FA. Elastic and mechanical properties of human dentin. **J Dent Res.** 1958; 37(4): 710-18.

De Goes MF. Materiais e técnicas restauradoras: como escolher e aplicar os materiais dentários. *In:* Cardoso RJA, Gonçalves EAN. **Dentística laser.** São Paulo: Artes Médicas; 2001. v.1, cap. 6, p.115-31.

De Goes MF, Montes MA. Evaluation of silver methenamine method for nanoleakage. **J Dent.** 2004; 32(5): 391-8.

De Munck J, Van Landuyt KL, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M *et al.* A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. **J Dent Res.** 2005a; 84(2): 118-32.

De Munck J, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. **Oper Dent.** 2005b; 30(1): 39-49.

Ferrari M, Cardoso PEC. SEM evaluation of microtensile sample integrity before being tested. **J Dent Res.** 2002; 81(Special Issue A): #0951 p A-139.

Ferrari M, Tay FR. Technique sensitivity in bonding to vital, acid-etched dentin. **Oper Dent.** 2003; 28(1): 3-8.

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

Giannini M, Soares CJ, Carvalho RM. Ultimate tensile strength of tooth structures. **Dent Mater.** 2004; 20(4): 322-9.

Grocott RG. A stain for fungi in tissue sections and smears using Gromori's methenamine silver nitrate technique. **Am J Clin Pathol.** 1955; 25(8): 975-9.

Gromori G. A new histochemical test for glycogen and mucin. **Am J Clin Pathol.** 1946; 16(10): 177-9.

Hansen EK. Visible light-cured composite resin: polymerisation contraction, contraction pattern and hygroscopic expansion. **Scand J of Dent Res.** 1982; 90(4): 329-35.

Hashimoto M, De Munck J, Ito S, Sano H, Kaga M, Oguchi H *et al.* *In vitro* effect of nanoleakage expression on resin-dentin bond strengths analyzed by microtensile bond test, SEM/EDX and TEM. ***Biomaterials***. 2004; 25(25): 5565-74.

Hashimoto M, Ohno H, Endo K, Kaga M, Sano H, Oguchi H. The effect of hybrid layer thickness on bond strength: demineralized dentin zone of the hybrid layer. ***Dent Mater***. 2000; 16(6): 406-11.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. Resin-tooth adhesive interfaces after long-term function. ***Am J Dent***. 2001; 14(4): 211-5.

Hashimoto M, Tay FR, Ohno H, Sano H, Kaga M, Yiu C *et al.* SEM and TEM analysis of water degradation of human dentinal collagen. ***J Biomed Mater Res B Appl Biomater***. 2003a; 66(1): 287-98.

Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. *In vitro* degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. ***Biomaterials***. 2003b; 24(21): 3795-803.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, *et al.* Microtensile bond strength of eleven contemporary modern adhesives to dentin. ***J Adhes Dent***. 2001; 3(3): 237-45.

Jacobsen T, Söderholm KJ. Some effects of water on dentine bonding. ***Dent Mater***. 1995; 11(2): 132-6.

Kanca J 3rd. Resin bonding to wet substrate. 1. Bonding to dentin. ***Quintessence Int***. 1992; 23(1): 39-41.

Kidd EA. Microleakage: a review. **J Dent.** 1976; 4(5): 199-206.

Li H, Burrow MF, Tyas M. The effect of concentration and pH of silver nitrate solution on nanoleakage. **J Adhes Dent.** 2003; 5(1): 19-25.

Li H, Burrow MF, Tyas MJ. Nanoleakage patterns of four dentin bonding systems. **Dent Mater.** 2000; 16(1): 48-56.

Li HP, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of long-term storage on nanoleakage. **Oper Dent.** 2001; 26(6): 609-16.

Marshall Jr GW, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **J Dent.** 1997; 25(6): 441-58.

Matthiessen ME, Sögaard-Pedersen, Römert P. Electron microscopic demonstration of non-mineralized and hypomineralized areas in dentin and cementum by silver methenamine staining of collagen. **Scand J Dent Res.** 1985; 93(5): 385-95.

Miguez PA, Pereira PNR, Atsawasuan P, Yamauchi M. Collagen cross-linking and ultimate tensile strength in dentin. **J Dent Res.** 2004; 83(10): 807-10.

Moll K, Haller B. Effect of intrinsic and extrinsic moisture on bond strength to dentine. **J Oral Rehabil.** 2000; 27(2): 149-64.

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

Nakabayashi N. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mater Res.** 1982; 16: 265-73.

Nakabayashi N, Pashley DH. **Hybridization of dental hard tissues.** Tokyo: Quintessence Publishing; 1998.

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.

Nakaoki Y, Nikaido T, Burrow MF, Tagami J. Effect of residual water on dentin bond strength and hybridization of a one-bottle adhesive systems. **Oper Dent.** 2002; 27(6): 563-8.

Pashley DH. The effect of acid etching on the pulpo-dentin complex. **Oper Dent.** 1992; 17(6): 224-42.

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

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.

Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. **Dent Mater.** 2001; 17(5): 430-44.

Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. **Quintessence Int.** 1993; 24(9): 618-31.

Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of on unfilled, all-in-one adhesive on dentin bonding. **J Dent.** 2002; 30(2/3): 83-90.

Paul SJ, Welter DA, Ghazi M, Pashley D. Nanoleakage at the dentin adhesive interface vs μ -tensile bond strength. **Oper Dent.** 1999; 24(3): 181-8.

Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G, Lopes ALB. Field emission SEM comparison of four postfixation drying techniques for human dentin. **J Biomed Mater Mater Res.** 1995; 29(9): 1111-20.

Perdigão J, Moore KC, Swift Jr EJ. A scanning electron microscopy study of human dentin and its interaction with third-generation dentin bonding systems. **Acta Microscopia.** 1992; 1(2): 193-203.

Perdigão J, Van Meerbeek B, Lopes MM, Ambrose WW. The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. **Dent Mater.** 1999; 15(4): 282-95.

Pereira PNR, Okuda M, Nakajima M, Sano H, Tagami J, Pashley DH. Relationship between bond strengths and nanoleakage: evaluation of a new assessment method. **Am J Dent.** 2001; 14(2): 100-4.

Phukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. **Dent Mater.** 1998a; 14(2):120-8.

Phukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dent Mater.** 1998b; 14(3):212-21.

Pioch T, Staehle JH, Duschner H, Garcia-Godoy F. Nanoleakage at the composite-dentin interface: A review. **Am J Dent.** 2001; 14(4): 252-8.

Reis A, Arrais CAG, Novaes PD, Carvalho RM, De Goes MF, Giannini, M. Ultramorphological analysis of resin-dentin interfaces produced with water-based single-step and two-step adhesives: nanoleakage expression. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.** 2004; 71(1): 90-8.

Sano H, Shono T, Takatsu T, Hosoda H. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. **Oper Dent.** 1994a; 19(2): 59-64.

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 microtensile bond test. **Dent Mater.** 1994b; 10(4):236-40.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. **Oper Dent.** 1995a; 20(1): 18-25.

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

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

Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russel CM, *et al.* Durability of resin-dentin bonds. **J Adhes Dent.** 1999; 1(3): 211-18.

Sögaard-Pedersen B. Visualization of human predentin and hypomineralized areas of dentin by silver methenamine staining. **Scan J Dent Res.** 1985; 93(2): 139-44.

Sögaard-Pedersen B, Boye H, Matthiessen ME. Scanning electron microscopic observations on collagen in human dentin and pulp. **Scan J Dent Res.** 1990; 98:(2) 89-95.

Spencer P, Swafford JR. Unprotected protein at the dentin-adhesive interface. **Quintessence Int.** 1999; 30(7): 501-7.

Tay FR, Carvalho RM, Yiu CKY, King NM, Zhang Y, Agee K *et al.* Mechanical disruption of dentin collagen fibrils during resin-dentin bond testing. **J Adhes Dent.** 2000a; 2(3): 175-92.

Tay FR, Gwinnet AJ, Wei SHY. The overwet phenomenon: an optical, micromorphological study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. **Am J Dent.** 1996a; 9(1): 43-8.

Tay FR, Gwinnet JA, Wei SHY. Micromorphological spectrum of acid-conditioned dentin following the application of a water-based adhesive. **Dent Mater.** 1998a; 14(5): 329-38.

Tay FR, Gwinnett JA, Pang KM, Wei SHY. Resin permeation into acid-conditioned, moist, and dry dentin: a paradigm using water-free adhesive primers. **J Dent Res.** 1996b; 75(4): 1034-44.

Tay FR, Gwinnett JA, Wei SHY. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. **J Dent.** 1998b; 26(2): 147-56.

Tay FR, Hashimoto M, Pashley DH, Peters MC, Lai SCN, Yiu CKY *et al.* Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. **J Dent Res.** 2003c; 82(7): 537-41.

Tay FR, King NM, Chan K, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? **J Adhes Dent.** 2002b; 4(4): 255-69.

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

Tay FR, Pashley DH, Garcia-Godoy F, Yiu CKY. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part II. Silver tracer penetration evidence. **Am J Dent.** 2004; 17(5): 315-22.

Tay FR, Pashley DH, Peters MC. Adhesive permeability affects composite coupling to dentin treated with a self-etch adhesive. **Oper Dent.** 2003b; 28(5): 610-21.

Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. **J Dent.** 2002c; 30(7/8): 371-82.

Tay FR, Pashley DH, Yiu CKY, Sanares AM, Wei SHY. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. **J Adhes Dent.** 2003d; 5(1): 27-40.

Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. **J Dent Res.** 2002a; 81(7): 472-6.

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

Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. **J Adhes Dent.** 2002d; 4(2): 91-103.

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

Ten Cate AR. **Oral Histology:** Development, structure and function. 4th ed. St. Louis: Mosby; 1994.

Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yishida Y *et al.* Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. **J Dent Res.** 2005; 84(2): 183-8.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijau P *et al.* Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Oper Dent.** 2003; 28(3): 215-35.

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

Van Meerbeek B, Yoshida Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G *et al.* Hybridization effectiveness of a two-step versus a three-step smear layer removing adhesive system examined correlatively by TEM and AFM. **J Adhes Dent.** 1999; 1(1): 7-23.

Watanabe I. Photocure bonding agents to ground dentin. **J Jpn Dent Mater.** 1992; 11: 955-73.

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

Watanabe I, Nikaido T, Nakabayashi N. Effect of adhesion promoting monomers on adhesion to ground dentin. **J Jpn Dent Mater.** 1990; 9(6): 888-93.

Yiu CKY, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho MRO *et al.* Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. **Biomaterials.** 2004; 25(26): 5789-96.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H *et al.* Comparative study on adhesive performance of functional monomers. **J Dent Res.** 2004; 83(6): 454-8.

Yoshiyama M, Tay FR, Doi J, Nishitani Y, Yamada T, Itou K *et al.* Bonding to self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. **J Dent Res.** 2002; 81(8): 556-560.

ANEXOS

Tabela 3 - Resultados dos ensaios de tração em Kgf, medidas dos lados dos palitos, valores transformados em MPa e o tipo de fratura ocorrida para o sistema adesivo Single Bond (SB).

| Amostra | Valor em kgf | Lado 1 | Lado 2 | MPa | Tipo de Fratura |
|---------|--------------|--------|--------|-------|--|
| 1 | 2,123 | 0,94 | 0,97 | 22,96 | Coesiva em camada híbrida |
| 2 | 1,999 | 0,96 | 0,95 | 21,52 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 3 | 2,332 | 0,96 | 1,03 | 23,16 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 4 | 2,019 | 0,95 | 0,94 | 22,20 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 5 | 2,188 | 1,00 | 0,96 | 22,38 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 6 | 2,558 | 0,96 | 0,97 | 26,98 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 7 | 2,252 | 0,95 | 0,96 | 24,25 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 8 | 3,174 | 0,96 | 0,99 | 32,80 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na dentina |
| 9 | 2,268 | 0,98 | 0,95 | 23,92 | Coesiva em camada híbrida |
| 10 | 3,086 | 0,95 | 0,94 | 33,94 | |
| 11 | 2,421 | 0,94 | 0,96 | 26,35 | Coesiva em camada híbrida |
| 12 | 3,035 | 0,95 | 0,95 | 33,02 | Coesiva em camada híbrida |
| 13 | 2,954 | 0,95 | 0,95 | 32,14 | |
| 14 | 2,948 | 0,96 | 0,97 | 31,09 | Coesiva em camada híbrida |
| 15 | 3,156 | 1,02 | 0,95 | 31,98 | |
| 16 | 3,419 | 0,97 | 0,97 | 35,68 | |
| 17 | 2,106 | 0,96 | 0,98 | 21,98 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 18 | 2,765 | 0,97 | 0,95 | 29,47 | |
| 19 | 2,251 | 0,95 | 0,94 | 24,75 | Coesiva em camada híbrida |
| 20 | 2,161 | 0,95 | 0,95 | 23,51 | |
| 21 | 2,246 | 0,95 | 0,96 | 24,18 | Coesiva em compósito |
| 22 | 2,263 | 0,94 | 0,94 | 25,15 | Coesiva em camada híbrida |
| 23 | 2,909 | 1,03 | 1,08 | 25,68 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 24 | 2,340 | 1,06 | 0,95 | 22,82 | Coesiva em camada híbrida |
| 25 | 2,854 | 0,95 | 1,10 | 26,82 | |

Tabela 4- Resultados dos ensaios de tração em Kgf, medidas dos lados dos palitos, valores transformados em MPa e o tipo de fratura ocorrida para o sistema adesivo Clearfil SE Bond (SE).

| Amostra | Valor em kgf | Lado 1 | Lado 2 | MPa | Tipo de Fratura |
|---------|--------------|--------|--------|-------|--|
| 1 | 3,997 | 0,97 | 1,00 | 40,46 | Coesiva no adesivo |
| 2 | 2,777 | 0,94 | 0,94 | 30,86 | Coesiva no compósito |
| 3 | 5,181 | 1,05 | 0,96 | 50,47 | Coesiva no adesivo |
| 4 | 4,479 | 0,98 | 0,95 | 47,24 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 5 | 4,392 | 0,96 | 0,97 | 46,32 | Coesiva no adesivo |
| 6 | 5,587 | 1,04 | 0,97 | 54,39 | Coesiva no compósito |
| 7 | 4,678 | 0,96 | 0,96 | 49,85 | Coesiva no adesivo |
| 8 | 1,890 | 1,03 | 1,08 | 16,68 | Coesiva no compósito |
| 9 | 8,258 | 0,95 | 1,02 | 83,69 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 10 | 6,711 | 0,95 | 1,01 | 68,68 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na dentina |
| 11 | 8,102 | 0,97 | 0,96 | 85,44 | Coesiva no adesivo |
| 12 | 4,819 | 1,05 | 1,15 | 39,19 | Coesiva no compósito |
| 13 | 5,833 | 1,00 | 0,98 | 58,45 | Coesiva no adesivo |
| 14 | 6,421 | 1,00 | 0,98 | 64,34 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 15 | 4,485 | 1,04 | 1,01 | 41,93 | Coesiva no adesivo |
| 16 | 5,903 | 0,95 | 0,95 | 64,23 | Coesiva na dentina |
| 17 | 4,420 | 0,95 | 1,02 | 44,79 | Coesiva na dentina |
| 18 | 4,437 | 0,94 | 0,97 | 47,79 | Coesiva no compósito |
| 19 | 4,327 | 0,96 | 0,95 | 46,59 | |
| 20 | 5,917 | 0,95 | 1,11 | 55,10 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na dentina |
| 21 | 3,949 | 0,99 | 0,95 | 41,23 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na dentina |
| 22 | 3,792 | 0,95 | 1,00 | 39,20 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na dentina |
| 23 | 5,672 | 0,93 | 0,96 | 62,39 | Coesiva no adesivo |
| 24 | 6,309 | 1,00 | 1,09 | 56,84 | Coesiva no adesivo |
| 25 | 5,060 | 0,82 | 0,95 | 63,79 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na dentina |

Tabela 5- Resultados dos ensaios de tração em Kgf, medidas dos lados dos palitos, valores transformados em MPa e o tipo de fratura ocorrida para o sistema adesivo Adhe SE (ADSE).

| Amostra | Valor em kgf | Lado 1 | Lado 2 | MPa | Tipo de Fratura |
|---------|--------------|--------|--------|-------|--|
| 1 | 3,697 | 0,99 | 0,95 | 38,60 | Coesiva no adesivo |
| 2 | 3,217 | 0,96 | 0,95 | 34,64 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 3 | 3,188 | 0,97 | 0,92 | 35,08 | Coesiva no adesivo |
| 4 | 4,736 | 0,95 | 0,94 | 52,08 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 5 | 4,937 | 0,98 | 0,94 | 52,63 | Coesiva no adesivo |
| 6 | 2,670 | 0,95 | 0,93 | 29,68 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 7 | 4,400 | 0,97 | 0,95 | 46,89 | Coesiva no compósito |
| 8 | 3,482 | 0,92 | 0,97 | 38,32 | Coesiva no compósito |
| 9 | 2,882 | 0,94 | 0,95 | 31,69 | Coesiva no adesivo |
| 10 | 3,336 | 0,94 | 0,98 | 35,56 | |
| 11 | 2,157 | 0,98 | 0,96 | 22,51 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 12 | 5,160 | 0,97 | 0,96 | 54,41 | Coesiva no compósito |
| 13 | 3,268 | 0,96 | 0,94 | 35,56 | Coesiva na dentina |
| 14 | 4,549 | 0,93 | 0,95 | 50,56 | Coesiva na dentina |
| 15 | 2,458 | 0,94 | 0,95 | 27,03 | Coesiva no compósito |
| 16 | 2,951 | 0,95 | 0,94 | 32,45 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 17 | 4,287 | 0,95 | 0,95 | 46,65 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 18 | 5,734 | 0,95 | 0,95 | 62,39 | Coesiva no adesivo |
| 19 | 4,562 | 0,98 | 0,95 | 48,12 | Coesiva na camada híbrida |
| 20 | 3,136 | 0,97 | 0,95 | 33,42 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 21 | 3,521 | 0,97 | 0,95 | 37,52 | Coesiva na camada híbrida |
| 22 | 1,055 | 0,96 | 0,95 | 11,36 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 23 | 1,346 | 0,96 | 0,96 | 14,34 | Coesiva na camada híbrida |
| 24 | 4,003 | 0,95 | 0,94 | 44,02 | Coesiva no compósito |
| 25 | 2,140 | 0,97 | 0,96 | 22,57 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |

Tabela 6 - Resultados dos ensaios de tração em Kgf, medidas dos lados dos palitos, valores transformados em MPa e o tipo de fratura ocorrida para o sistema adesivo Adper Prompt (ADP).

| Amostra | Valor em kgf | Lado 1 | Lado 2 | MPa | Tipo de Fratura |
|---------|--------------|--------|--------|-------|--|
| 1 | 2,121 | 0,96 | 0,96 | 22,60 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 2 | 1,609 | 0,96 | 0,95 | 17,32 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 3 | 2,262 | 0,96 | 0,95 | 24,36 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 4 | 2,093 | 0,96 | 0,96 | 22,30 | |
| 5 | 2,101 | 0,96 | 0,95 | 22,62 | |
| 6 | 2,871 | 0,97 | 0,98 | 29,66 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 7 | 3,670 | 1,00 | 0,95 | 37,94 | Coesiva no adesivo |
| 8 | 2,776 | 0,94 | 0,96 | 30,21 | Coesiva no adesivo |
| 9 | 2,458 | 0,95 | 1,00 | 25,41 | Coesiva no adesivo |
| 10 | 2,219 | 0,96 | 0,96 | 23,64 | Coesiva no adesivo |
| 11 | 3,089 | 1,00 | 0,95 | 31,93 | Coesiva no adesivo |
| 12 | 2,105 | 0,94 | 0,95 | 23,15 | |
| 13 | 2,655 | 0,97 | 0,95 | 28,29 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 14 | 3,387 | 0,96 | 0,95 | 36,47 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 15 | 2,205 | 1,00 | 0,95 | 22,79 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 16 | 1,899 | 1,00 | 0,96 | 19,43 | Coesiva no adesivo |
| 17 | 1,287 | 0,95 | 0,95 | 14,00 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 18 | 1,201 | 0,96 | 0,96 | 12,80 | Coesiva no adesivo |
| 19 | 2,521 | 0,96 | 0,97 | 26,59 | Coesiva no adesivo |
| 20 | 1,889 | 0,96 | 0,95 | 20,34 | Coesiva no adesivo |
| 21 | 2,295 | 0,95 | 0,94 | 25,24 | Coesiva no adesivo |
| 22 | 2,393 | 0,95 | 0,95 | 26,04 | Coesiva no adesivo |
| 23 | 2,974 | 0,97 | 0,95 | 31,69 | Coesiva no adesivo |
| 24 | 2,435 | 0,95 | 0,96 | 26,22 | Coesiva no adesivo |
| 25 | 3,087 | 0,94 | 0,96 | 33,59 | Coesiva no adesivo |

Tabela 7 - Resultados dos ensaios de tração em Kgf, medidas dos lados dos palitos, valores transformados em MPa e o tipo de fratura ocorrida para o sistema adesivo Xeno III (XE).

| Amostra | Valor em kgf | Lado 1 | Lado 2 | MPa | Tipo de Fratura |
|---------|--------------|--------|--------|-------|--|
| 1 | 4,808 | 0,95 | 0,98 | 50,71 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 2 | 3,417 | 0,96 | 0,96 | 36,41 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 3 | 3,337 | 0,95 | 0,99 | 34,84 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 4 | 2,987 | 0,96 | 0,97 | 31,50 | |
| 5 | 3,067 | 0,96 | 1,00 | 31,37 | |
| 6 | 3,270 | 1,07 | 0,96 | 31,26 | |
| 7 | 4,023 | 1,01 | 0,96 | 40,74 | Coesiva na camada híbrida |
| 8 | 3,021 | 1,01 | 0,94 | 31,25 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 9 | 5,219 | 0,94 | 0,96 | 56,79 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 10 | 3,244 | 0,97 | 0,93 | 35,31 | Coesiva na camada híbrida |
| 11 | 3,505 | 1,01 | 0,96 | 35,50 | Coesiva na camada híbrida |
| 12 | 3,432 | 1,00 | 1,01 | 33,37 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 13 | 6,651 | 0,96 | 1,03 | 56,12 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 14 | 3,142 | 0,97 | 0,95 | 33,48 | Coesiva na camada híbrida |
| 15 | 3,599 | 1,02 | 0,92 | 37,66 | |
| 16 | 5,603 | 0,95 | 0,97 | 59,71 | Coesiva na camada híbrida |
| 17 | 3,242 | 0,96 | 0,95 | 34,91 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 18 | 4,950 | 0,94 | 0,94 | 55,01 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 19 | 3,838 | 1,00 | 0,97 | 38,85 | Coesivo na camada híbrida |
| 20 | 1,507 | 0,95 | 0,97 | 16,06 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 21 | 3,560 | 1,00 | 0,98 | 35,67 | Coesivo no adesivo |
| 22 | 3,685 | 0,95 | 1,00 | 38,09 | Coesivo no adesivo |
| 23 | 0,667 | 0,95 | 0,94 | 7,33 | |
| 24 | 2,542 | 0,97 | 0,96 | 26,81 | Mista – coesiva no adesivo / coesiva na camada híbrida |
| 25 | 2,714 | 0,95 | 0,95 | 29,53 | |

Tabela 8 - Análise de variância para os valores de resistência à tração da união obtida entre os diferentes sistemas adesivos.

| Causas da variação | G.L. | S.Q. | Q.M. | Valor F | Prob.>F |
|--------------------|------|---------------|------------|---------|---------|
| Material | 4 | 73.2332573 | 18.3083143 | 21.9575 | 0.00001 |
| Resíduo | 120 | 100.0567877 | 0.8338066 | | |
| Total | 124 | 25574.7680000 | | | |

Média Geral = 5,813577

Coefficiente de Variação = 15,707%

Tabela 9 – Teste de Tukey para as médias de material.

| Num. Ordem | Num. Trat. | Nome | Num. Repet. | Médias | Médias Ordiniais | 5% | 1% |
|------------|------------|------|-------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 2 | SE | 25 | 51.480000 | 51.480000 | a | A |
| 2 | 5 | ADSE | 25 | 37.080000 | 37.080000 | b | B |
| 3 | 4 | XE | 25 | 36.240000 | 36.240000 | b | BC |
| 4 | 1 | SB | 25 | 26.200000 | 26.200000 | c | CD |
| 5 | 3 | ADP | 25 | 24.920000 | 24.920000 | c | D |

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.

D.M.S. 5% = 8.45318 D.M.S. 1% = 10.11556



**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 "**Resistência de união e qualidade da camada híbrida de sistemas adesivos segundo a forma de interação com a dentina**", protocolo nº **047/2005**, dos pesquisadores **LUCIANA ANDREA SALVIO e MÁRIO FERNANDO DE GOES**, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde – Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 27/06/2005.

The Research Ethics Committee of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that project "**Tensile bond strength and quality of hybrid layers of adhesives systems according to dentin interaction**", register number **047/2005**, of **LUCIANA ANDREA SALVIO and MÁRIO FERNANDO DE GOES**, comply with the recommendations of the National Health Council – Ministry of Health of Brazil for researching in human subjects and was approved by this committee at 27/06/2005.


Cinthia Pereira Machado Tabchoury

Secretária
CEP/FOP/UNICAMP


Jacks Jorge Júnior
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.