

**CÍNTIA TEREZA PIMENTA DE ARAÚJO**

**INFLUÊNCIA DA DISTÂNCIA DA ATIVAÇÃO DOS SISTEMAS  
ADESIVOS AUTOCONDICIONANTES NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO E  
QUALIDADE DA HIBRIDIZAÇÃO EM DENTINA E ESMALTE**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de mestre em Clínica Odontológica, Área de Dentística.

Orientador: Prof. Dr Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo

**PIRACICABA – SP**

**2009**

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**  
Bibliotecária: Marilene Girello – CRB-8<sup>a</sup>. / 6159

Ar15i	<p>Araújo, Cíntia Tereza Pimenta de. Influência da distância da ativação dos sistemas adesivos autocondicionantes na resistência de união e qualidade da hibridização em dentina e esmalte. / Cíntia Tereza Pimenta de Araújo. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2009.</p> <p style="text-align: center;">Orientador: Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p style="text-align: center;">1. Adesivos dentários. 2. Resistência de materiais. 3. Nitrato de prata. I. Paulillo, Luís Alexandre Maffei Sartini. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.</p> <p style="text-align: right;">(mg/fop)</p>
-------	---

Título em Inglês: Influence of activation of self-etching adhesives systems on the microtensile bond strength and quality of hybridization in dentin and enamel

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dental adhesives. 2. Material resistance. 3. Silver nitrate

Área de Concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca Examinadora: Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo, Eduardo Batista Franco, Luís Roberto Marcondes Martins

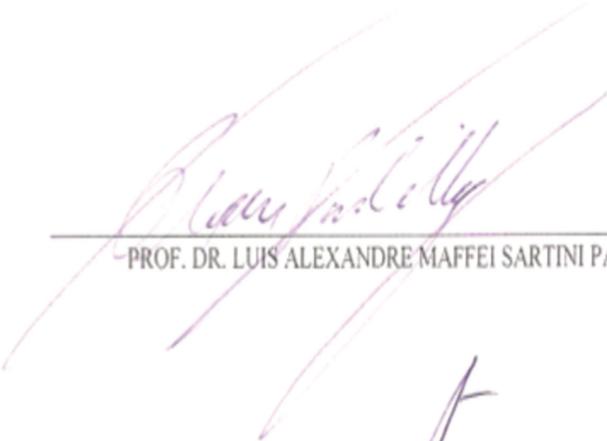
Data da Defesa: 22-05-2009

Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 22 de Maio de 2009, considerou a candidata CINTIA TEREZA PIMENT. DE ARAÚJO aprovada.



---

PROF. DR. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO



---

PROF. DR. EDUARDO BATISTA FRANCO



---

PROF. DR. LUIS ROBERTO MARCONDES MARTINS

## *Dedicatória*

A **Deus**, força suprema, sempre presente, reservo este momento singular e precioso, sonho alimentado desde os meus primeiros passos na docência, que outrora torna-se realidade, a quem com muita fé, convicção e amor, em agradecimento, dedico esta tese...

Aos meus queridos pais **Solange e Djalma**, que contribuíram carinhosa e incondicionalmente para a minha educação, tornando-me uma pessoa com verdadeiro espírito de cidadania e amor ao próximo. É impossível agradecer tudo, a confiança e admiração que vocês sempre demonstraram pelos meus sonhos e meu trabalho. Sem vocês, com certeza eu nunca teria chegado até aqui.

Aos meus irmãos **Luís, Soraia, Patrícia e Karina**, sobrinhos, afilhados e Maurílio, pela compreensão dos momentos ausentes, suplantados sempre com incentivo, a quem sempre fraternalmente estiveram do meu lado, fortalecendo-me ora com suas palavras encorajadoras, ora com o carinho de suas mensagens sempre oportunas.

A minha maior conquista: minha filha ÚNICA **Gabriela**. Única como sinônimo de caráter, amor, companheirismo, complacência, união e família. Você é a razão da minha vivência, meus sonhos e conquistas! Por isso dedico esta vitória a você! Obrigada pelo apoio incondicional que, com seu carinho, sua meiguice e, mais que isso, seu amor de filha, dividiu sempre comigo os momentos onde vez ou outra o desânimo queria falar mais alto frente as dificuldades surgidas, todas superadas com sua companhia, sendo compreensiva com minhas ausências, que reconhecidamente não foram poucas.

No meu companheiro, **José Marques**, meu maior incentivador, acreditando sempre na minha capacidade, fator determinante para aqui estar hoje, nunca deixando-me sentir só, sempre antevendo e proativamente posicionando frente aos momentos de dificuldades. No seu lado, é impossível se sentir fraca! Obrigada por ter proporcionado coragem, alegria e energia positiva à minha vida.

Amo muito todos vocês!

## *Agradecimento especial*

Ào meu orientador, **Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo**, destaco em especial, pela compreensão e tolerância nos momentos tênues, em que a fragilidade e a necessidade de superação foram iminentes. Sempre acolheu-me carinhosamente com todo seu profissionalismo e zelo, marca que o torna um ícone de competência e integridade em suas tratativas durante o meu processo de formação. Sua autenticidade e clarividência refletiram em confiança, o que sobremaneira só impulsionou-me com suas orientações e convicções.

Agradecimentos sinceros.

## *Agradecimentos*

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP, pela oportunidade proporcionada em conviver com um corpo técnico de elevada estirpe, abrindo suas portas sem fronteiras e barreiras, para que, com isso eu pudesse desenvolver meus trabalhos com toda liberdade.

À Prof<sup>o</sup> Dr<sup>o</sup> Francisco Haiter Neto, Diretor desta faculdade.

À coordenador de Pós- Graduação da UNICAMP, Prof<sup>o</sup> Dr<sup>o</sup> Jacks Jorge Júnior pela sua atuação determinante para que todos possamos alcançar nossos objetivos e resultados esperados.

À Universidade Federal dos Valões do Jequitinhonha e Mucuri – UFVJM, pelo apoio na minha liberação, sem o qual não poderia estar aqui neste momento.

À Departamento de Odontologia, por ter me liberado sem nenhum óbice, para que com isso eu pudesse enriquecer meus conhecimentos.

À Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup>. Maria Helena – UFVJM - pelo apoio irrestrito, conduzindo os assuntos correlatos a disciplina sob nossa responsabilidade.

À diretor da Faculdade de Ciências da Saúde – UFVJM Prof<sup>o</sup> Dr<sup>o</sup> Marcos Pimenta, por ter incentivado e orientado sobre os critérios e procedimentos da UNICAMP e sobre as características da cidade de Piracicaba, que tão bem aqui me acolheu.

Àos professores da Área de Dentística da UNICAMP, dedico meus agradecimentos, pela atenção com que sempre fui distinguida durante as minhas solicitações e abordagens.

Aos professores Dr° Mário Alexandre Sinhorette, Dr° Flávio Henrique Baggio Aguiar e Dr° José Roberto Lovadino pelo carinho e competência com que avaliaram este trabalho no exame de qualificação.

Ao Prof° Dr° Carlos Tadzu, que atuou com sua parceria de contribuição, auxiliando na Estatística.

Aos Funcionários da Dentística, **Mônica e Pedro**, que me acolheram com muito carinho, destacando Seu Pedro pela prestimosa atenção nas horas difíceis da tese e Mônica sempre solícita nas questões pertinentes à secretaria.

Aos funcionários Adriano Luis Martins e Elizete Romani, pelo auxílio inestimável e de extremo profissionalismo para a realização das análises microscópicas.

Ao colega Albert, pela prontezza e valiosa contribuição para a realização dos trabalhos de nanoinfiltração.

Aos colegas de mestrado, Adriano, Giuliana, Maria, Marina, Pricila e Tagane que, unidos, sempre me fizeram sentir alicerçada com seus apoios. Obrigada pelas experiências compartilhadas e pelo crescimento no meio científico que vocês me proporcionaram. Vocês conquistaram uma grande parte do meu coração.

Aos amigos André e Débora, que me ajudaram muito no início, na fase de adaptação, fazendo com que meu caminho fosse melhor pavimentado.

A Lucinha, filha que adotei, que muito ajudou-me proporcionando um bom entrosamento na Dentística. Sua amizade e companheirismo foram fundamentais para tornar a minha pós-graduação mais agradável e proveitosa.

Às meus amigos Andréza e seus filhos: Mariana e Marelinho, pelo companheirismo e apoio sempre deixando-me com suas presenças alegres, marcantes que refletiram em incentivo. A vida nos proporcionou a oportunidade ímpar de trilharmos este caminho juntos, onde é essencial se manter o equilíbrio e o discernimento das emoções. Andréza obrigada por estar ao meu lado neste momento.

Ào Danielson, extremamente companheiro, tornando-se um amigo com o qual posso contar sempre. Seu carinho e amizade fizeram com que eu e a Gabby te acolhêssemos como da família e, apesar da distância temer em nos separar, a saudade não nos deixará esquecermos de todos os momentos que vivemos juntos. Obrigada por tudo!

Àos amigos da Dentística, Priscila, Vanessa Buzo, Cica, Cris, Paulo Vinícius, Paulo César, Murilo, Vanessa Arias, Fernanda Voltarelli, Claudia, Tatiane, Sibila, pela amizade e companheirismo, sempre dispostos a ajudar.

Àos amigos distantes, pela compreensão dos vários momentos de ausência, sem deixar apagar a chama da nossa amizade. Vocês estão presentes no meu coração!

À todos aqueles, que de uma forma indireta ou diretamente estiveram envolvidos em todo o processo. Meus sinceros agradecimentos, rogando a Deus que os ilumine, para que possam sempre transmitir a todos a grandiosidade de seus apoios, o que seguramente refletirá na diminuição das distorções sociais, tornando uma sociedade mais fraterna, humana e menos desigual.

O presente trabalho é apresentado no formato alternativo de dissertação de acordo com as normas estabelecidas pela deliberação 002/06 da Comissão central de Pós-Graduação da Universidade Estadual de Campinas. O artigo referente ao Capítulo único será submetido ao Periódico *Journal of Adhesive Dentistry*.

## RESUMO

Os sistemas adesivos autocondicionantes apresentam alta concentração de água utilizada como solvente para ionização de monômeros ácidos. A presença do excesso deste solvente no adesivo aplicado ao tecido dental pode comprometer a formação da camada híbrida, como também interferir na polimerização dos monômeros, produzindo interfaces de união permeáveis. O uso de sistemas adesivos autocondicionantes em situações clínicas de preparos cavitários Classe II com caixas proximais profundas, apresenta além dos problemas relacionados à sua composição, a possibilidade de ter a qualidade de polimerização afetada pela distância da fonte de luz nas paredes mais profundas. Assim a proposta deste estudo foi avaliar a influência da distância da fonte de luz na resistência à união através da microtração e avaliar a qualidade de hibridização através da nanoinfiltração de nitrato de prata em sistemas adesivos autocondicionantes aplicados aos substratos de esmalte e dentina. Para a realização deste estudo foram utilizados 198 incisivos bovinos e três sistemas adesivos autocondicionantes, Clearfil Protect Bond, Clearfil Tri-S e One up Bond F Plus que foram aplicados em superfícies planas de esmalte e dentina. A fotoativação dos adesivos foi realizada nas distâncias de 0,5, 3 e 6 mm e após a polimerização dos adesivos foi confeccionado um bloco de resina composta TPH3 de 4 mm de altura. Os resultados de microtração mostraram que distância da fonte de luz não influenciou significativamente a resistência à união, entretanto a mesma foi dependente do sistema adesivo e do substrato, em que o adesivo de dois passos Clearfil Protect Bond-Kuraray apresentou melhor comportamento em todas as condições experimentais. Entre os substratos, o esmalte mostrou as maiores médias de resistência de união. A análise de variância revelou diferenças significativas de porcentagem de nanoinfiltração para os fatores em estudo sistema adesivo ( $p < 0.0001$ ), substrato dental ( $p = 0,0001$ ) e para as interações distânciaXsubstrato ( $P = 0,0159$ )

e adesivoXsubstrato ( $P=0,0079$ ). Para a interação distânciaXsubstrato, não foram observadas diferenças significativas de nanoinfiltração entre os grupos fotoativados às distâncias de 3 e 6 mm nas interfaces em dentina, entretanto os mesmos apresentaram menor nanoinfiltração do que os grupos com 0,5 mm de distância de fotoativação. Assim pelos dados observados neste estudo pôde-se concluir que a distância da fonte de luz não influenciou a resistência à microtração dos sistemas adesivos e o padrão de nanoinfiltração das interfaces em esmalte. Por outro lado, o padrão de nanoinfiltração em dentina foi adversamente influenciada pela fotoativação às distâncias de 0,5 e 6 mm.

**Palavras-chave:** fonte de luz, sistemas adesivos autocondicionantes; microtração; nanoinfiltração.

## **ABSTRACT**

The self-etching adhesives systems present high water content that are used as solvent for acid monomer ionization. The presence of the excess of this solvent in the hybrid layer can compromise its the formation, as well as to affect the polymerization of monomers producing bonding interfaces permeables. The use of self-etching adhesives in clinical situations of Class II cavities with deep box, presents beyond the problems related to its composition, the possibility to have the quality of polymerization affected for the distance of the source of light in the deepest walls. Thus the purpose of this study was to evaluate the influence of the light-tip distance of a halogen light-curing lights in the microtensile bond strength (MTBS) and to evaluate the quality of hybridization through the nanoleakage of self-etch adhesive systems applied to substrate of enamel and dentine. For the accomplishment of this study 198 bovine incisors and three self-etching adhesive systems were used, Clearfil Protect Bond, Clearfil Tri-S and One up Bond F Plus that were applied in plain surfaces of enamel and dentine. The photoactivation of the adhesives was carried through at 0,5, 3 and 6 mm distances and after a 4-mm thick TPH3 composite block was built. The results showed that distance of the light-guide did not influence significantly the MTS, however the same one were dependent of the adhesive system and substrate, where the adhesive of two steps Clearfil Protect Bond (Kuraray) presented better behavior in all experimental conditions. Between dentals substrate the enamel showed highest mean bond strength. For the nanoleakage analysis, the three-way ANOVA detected no significant difference for the distance of the light-curing tip and significant differences for the adhesive ( $p < 0.0001$ ) and substrate ( $p < 0.0001$ ) factors, and the double interactions between distance X substrate ( $p = 0.0159$ ) and between adhesive X substrate ( $p = 0.0079$ ) were also significant. For the interaction distance X substrate, no significant difference in nanoleakage was observed among groups light-activated with curing unit tip having a

distance of 3 and 6 mm when the adhesive interfaces were in dentin. On the other hand, such groups showed lower nanoleakage than those with 0,5 mm distance between curing unit tip and the bonded surface. Thus for the data observed in this study it could be concluded that the distance of the light-guide did not influence the  $\mu$ TBS values of the adhesives systems and the nanoleakage patterns of the enamel interfaces. However, the nanoleakage patterns were adversely influenced by photoactivation at distances of 0,5 and 6 mm.

**Key-words:** light-guide, self-etching adhesives systems, microtensile, nanoleakage

## SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	01
CAPÍTULO ÚNICO: <i>Influence of activation of self-etching adhesives systems on the microtensile bond strength and quality of hybridization in dentin and enamel.</i>	04
REFERÊNCIAS	29
APÊNDICE 1	30
APÊNDICE 2	47
APÊNDICE 3	51
ANEXO 1	56
ANEXO 2	61

## INTRODUÇÃO

Os sistemas adesivos são os principais agentes responsáveis pela união dos materiais restauradores aos substratos dentais e a obtenção de uma adesão de qualidade está diretamente relacionada a eficiência da infiltração dos monômeros nos espaços criados pelo condicionamento ácido, a cobertura completa pelo adesivo hidrófobo e ao grau de conversão do mesmo. (Pashley *et al.*, 2000)

Os adesivos apresentam técnicas distintas de aplicação clínica e, em geral, podem ser realizadas através de duas técnicas: a do condicionamento ácido prévio, que preconiza a aplicação preliminar de um ácido para remoção da *smear layer* e descalcificar a dentina subjacente, o qual é lavado posteriormente (Tay & Pashley, 2002); e a técnica autocondicionante. Estes adesivos condicionam a dentina e infiltram simultaneamente a matriz colágena desmineralizada com monômeros resinosos (Walker *et al.*, 2002). Consistem portanto, de um primer ácido e um adesivo hidrófobo, acondicionados em dois frascos ou em um único frasco (Miyazaki *et al.*, 2001; Miyazaki *et al.*, 2002; Perdigão *et al.*, 2006).

Os adesivos autocondicionantes, principalmente aqueles que associam primer ácido e adesivo em frasco único, têm pH mais baixo e contém alta quantidade de componentes hidrófilos que podem não ser totalmente polimerizados durante a fotoativação, resultando em porosidades nas interfaces de união ao esmalte e dentina comprometendo a qualidade da mesma. Yuan *et al.*, 2007; Tay *et al.*, 2002b e Tay *et al.*, 2004 têm indicado que os adesivos autocondicionantes comportam-se como membranas semi-permeáveis e são ineficazes em reduzir a permeabilidade dentinária, permitindo a difusão de água mesmo após a polimerização, que pode ser evidenciado como uma expressão de

nanoinfiltração na interface adesivo/dentina pela existência de canais de água.

A nanoinfiltração é um importante indicador para julgar a habilidade de selamento do material (Sano *et al.*, 1995), pois expressa as porosidades da camada híbrida decorrentes da insuficiente infiltração de resina e/ou a presença de monômeros não polimerizados que representam áreas de maior permeabilidade, devido a sua afinidade pela água (Tay *et al.*, 2002a, Yuan *et al.*, 2007). Embora a quantidade de nanoinfiltração possa ser pequena, ela expressa o caminho da movimentação da água na interface ao longo do tempo, (Tay *et al.*, 2003), que pode extrair monômeros não convertidos do adesivo ou da camada híbrida, a qual contribui para a redução da resistência de união (Hashimoto *et al.*, 2008, Hosaka *et al.*, 2007). Assim, a avaliação da nanoinfiltração em curto prazo, contribui consideravelmente para expressar a qualidade de selamento do material e sua susceptibilidade à degradação ao longo dos anos. (Tay *et al.*, 2003).

Além disto, a garantia de formação de uma camada de união efetiva e estável não depende apenas do adesivo utilizado, mas também de fatores clínicos diversos tais como substrato, técnica clínica, material restaurador, forma da cavidade e qualidade da polimerização. (Van Meerbeek *et al.*, 1998)

Baseado neste pressuposto, restaurações de preparos cavitários classe II com caixas proximais profundas são mais susceptíveis à infiltração, principalmente na margem gengival (Xu *et al.*, 2006). Um dos motivos que contribuem para aumentar a infiltração, na margem gengival de uma restauração classe II, é o baixo grau de conversão do adesivo e resina composta. A inadequada polimerização pode ocorrer devido a ineficiência da luz do aparelho fotoativador ou a distância da ponta de

fibra ótica da superfície de união. (Pilo *et al.*, 1999; Pires *et al.*, 1993; McCabe & Carrick 1989). Segundo Aguiar, (2005) é comum a distância entre a ponta do aparelho de fotoativação e a parede gengival da caixa proximal ser maior do que 8 mm. Essa distância afeta desfavoravelmente a intensidade da luz recebida pela camada de adesivo na parede gengival da caixa proximal, pois de acordo com Prati *et al.* (1999), apenas 1 mm de ar interposto entre a ponta do aparelho de fotoativação e a superfície do adesivo reduz a intensidade de energia luminosa em aproximadamente 10%, e uma pequena mudança no grau de conversão do adesivo tem forte influência nas propriedades mecânicas e durabilidade das interfaces dente/adesivo e adesivo/compósito em ambiente bucal (Xu *et al.*, 2006).

Outro fator que pode afetar a qualidade e resistência da interface de união são as diferenças dos substratos dentais. A dentina especificamente, devido à sua heterogenicidade, pode ser descrita como um substrato dinâmico e conseqüentemente apresenta resultados variados de resistência de união em diferentes regiões e profundidades (Pashley, 1989). Como a maioria dos preparos cavitários apresenta tanto áreas de esmalte e dentina superficial expostas como também áreas de dentina profunda, o ideal seria usar um adesivo que produzisse igualmente uma efetiva e resistente união a todos estes tecidos duros (Kaaden *et al.*, 2002)

Assim sendo, estudos objetivando analisar a influência de diferentes distâncias da fonte de luz na resistência à união de sistemas adesivos autocondicionantes ao esmalte e dentina e nas características da interface de união em curto prazo são de extrema importância clínica, podendo trazer informações que possam contribuir para o sucesso clínico das restaurações odontológicas.

## CAPÍTULO ÚNICO

### **Influence of distance of activation of self-etching adhesives systems on the microtensile bond strength and quality of hibrydization in dentin and enamel.**

#### **ABSTRACT**

**Purpose:** Assess the influence of the distance of the QTH light-curing unit tip on the microtensile bond strength (MTBS) and integrity of the bonding interfaces created by three self-etching adhesives in different substrates.

**Material and Methods:** Flat superficial enamel and dentin surfaces of 198 bovine incisors were exposed. Teeth were randomly assigned into eighteen groups for the MTBS (n=08) and nanoleakage (n=03) according to the interaction: adhesive (Clearfil Protect Bond-CP; Clearfil S3 Bond-CT and One Up Bond F Plus-OU); distance from the light-guide (0,5, 3, and 6 mm) and substrate (enamel and dentin). The bonding agents were applied and a 4-mm thick composite block was built. The specimens were tested using nontrimming microtensile bond strength test ( $\mu$ TBS). For the nanoleakage analysis, the specimens were immersed in AgNO<sub>3</sub> and were analyzed using backscattered SEM. The data obtained were submitted to 3-way ANOVA and Tukey's test.

**Results:** No significant difference was found in  $\mu$ TBS and nanoleakage values at different distances of the light-guide. CP presented the highest  $\mu$ TBS values, regardless of substrate and distance of light-guide. Dentin presented lower  $\mu$ TBS values and higher nanoleakage than enamel. OU showed significantly higher percentage of silver uptake than the other bonding agents, for all substrates. A statistical interaction distanceXsubstrate was observed and the dentin showed percentage of silver infiltration significantly higher than the enamel for all the distances.

**Conclusions:** The distance of the light-guide did not influence the  $\mu$ TBS values of the adhesives; however, the nanoleakage patterns were adversely influenced by photoactivation at distances of 0 and 6 mm.

**Key words:** light-guide, self-etching adhesive systems; microtensile; nanoleakage.

## **INTRODUCTION**

Self-etching adhesive systems were developed to simplify the clinical procedures of adhesion and consequently to reduce the working time, since the conventional adhesive systems require the application of an etching, primer and adhesive in several clinical steps<sup>51</sup>.

The self-etching adhesive systems are able to simultaneously etch and infiltrate dentin with resin monomers.<sup>54</sup> They can be classified in one- or two- step systems. Therefore, two-step self-etching adhesive systems consist of an acidic primer and a hydrophobic bonding resin<sup>30,31,39</sup>, while the one-step systems have the acidic primer and the adhesive associated in a single bottle or in two bottles<sup>20,30,31</sup>, in which hydrophilic and hydrophobic monomers are placed in separate bottles to maintain their characteristics before they are mixed immediately prior to their application.<sup>47</sup>

According to De Munck et al<sup>10</sup>, 2005 and Pashley et al<sup>38</sup> 2002, the self-etching adhesive systems are complex mixtures of hydrophobic and hydrophilic resin monomers dissolved in a combination of solvent and water. As a result, these adhesives are a quite hydrophilic resins<sup>20</sup> and behave as semipermeable membranes, which are ineffective in reducing dentin permeability<sup>46</sup>. Therefore, such bonding agents allow water diffusion, which can be evidenced as a nanoleakage expression represented by the presence of water channels at the interface resin/dentin, even after the polymerization.<sup>46,48</sup> In addition, the self-etching adhesives are commonly

associated with lower bond strengths because of their highly hydrophilic nature<sup>20</sup> when compared with the adhesive systems of multiple steps.

However, the clinical success of the adhesive procedures does not depend only on the bonding agent, but also on several variables, such as substrate, clinical technique, restorative material, cavity shape and size, and quality of polymerization.<sup>52</sup> Regarding the quality of polymerization, there are several clinical situations in which the curing light may be severely compromised, such as in Class II cavity preparations, where light cannot reach the bottom of proximal boxes properly. Although it is recommended to place the light tip as close as possible to the bonded surface, this is often difficult to achieve in the clinical situation, as it is usual to have a distance higher than 8 mm between the tip of the light curing unit and the gingival wall of the proximal box<sup>1,41</sup>. As a consequence, the distance between the curing unit tip and the bonded surface may compromise the light intensity, which might promote low degree of conversion of the bonding agent.<sup>7,8,44</sup> Besides the distance of the light source, the geometry of the tip of curing device is also crucial to provide an effective photo-activation of resin monomers<sup>8</sup>. Nevertheless, the poor polymerization of adhesive and resin composite, mainly on the gingival margins, contributes to increase the marginal leakage.<sup>55</sup>

The substrate is another influencing factor to the bond strength of self-etching adhesive systems. Due to its heterogeneity and regional differences, the dentin can be described as a dynamic substrate and represents a challenging substrate for bonding<sup>37</sup>. However, once most cavity preparations clinically show not only areas of exposed enamel and superficial dentin but also deep dentin areas, it would be desirable to use a bonding agent capable of providing reliable bond strength values to this substrate regardless of its regional morphological differences.<sup>25</sup>

Therefore, proper polymerization of bonding agents is very important to assure the integrity of resin composite restorations, so short-term studies analyzing the effects of different distances of the light-guide during light-activation on the bond strength of self-etching adhesive systems to enamel and dentin, as well as on the nanoleakage expression at the adhesive interface. The hypotheses tested were: the distance of light-guide does not influence the bond strength and the quality of hybridization of self-etching adhesives systems applied to enamel and dentin; there are no differences in bond strength and the quality of hybridization of the adhesives applied to enamel and dentin, neither among products.

## **MATERIALS AND METHODS**

### *Specimen preparation*

One hundred ninety-eight (198) bovine incisors were selected, stored at 37°C in neutral 0.1% thymol solution. The roots were removed at the cemento enamel junction. The lingual surface was ground on a water-cooled mechanical grinder (MaxiGrind Solotest, São Paulo, SP, Brazil) to remove the enamel and dentin until exposing the pulp chamber. The buccal enamel and dentin were ground using silicon carbide abrasive papers of increasing grit #180, #320, #600 (Carburundum, Saint-Gobain Abrasivos LTD, Guarulhos, SP, Brazil) to create flat superficial dental substrates. The thicknesses of the remaining enamel and dentin surfaces were measured with a thickness gauge to assure similar morphological features in all specimens. Teeth exhibiting thickness of remaining enamel and dentin lower than 2.5 mm and 1.5 mm, respectively, were excluded from the study. The teeth were randomly assigned to 18 groups (microtensile n=8 and nanoleakage n=3), according to the association

among factors: three self-etching adhesives systems (Clearfil Protect Bond / Kuraray - Okayama, Japan (CPB), Clearfil Tri-S / Kuraray – Okayama, Japan (CT), One Up Bond F Plus / Tokuyama Dental Corporation – Tokyo, Japan (OU), three light-guide distances (0,5 3, 6 mm) and two substrates (enamel and dentin).

Prior to the application of adhesives, the buccal enamel and dentin surfaces were ground with silicon carbide abrasive papers (SiC) #600-grit under water-cooling for 60 seconds to create a standard smear layer. Afterwards, the buccal surface of each tooth was delimited with a mechanical pencil with 0.3-mm thick tip to determine the area of adhesion (4 mm wide and 6 mm length). All the surrounding area was then protected with an adhesive tape to avoid the contact of the products with the substrate beyond the delimited area. The adhesive systems were applied to the substrates following the manufacturers' instructions (Table 1).

A teflon device having the same dimensions of the standard optic fiber tip (11 mm in diameter) was placed between the light curing unit tip and the enamel/dentin surface to ensure the distances of 3 mm and 6 mm. For the control group, the curing unit tip was protected with a PVC film and was placed at 0,5 mm to the bonded surface. The specimens were polymerized at irradiance of 500 mW/cm<sup>2</sup> (Optilux 501 Demetron/Kerr Corp. - Orange, CA, USA ) for 10 s .

Afterwards, a 4-mm height silicon matrix was placed on the bonded surfaces and two 2-mm thick increments of A3-shade resin composite TPH3 (Dentsply Ind. and Com. Ltda.) were inserted into the matrix and were photoactivated for 40 seconds to create a composite block with 4 mm height. After the restorative procedure was concluded, the restored teeth were stored in relative humidity at 37 °C for 24 hours.

Table 1 – The batch numbers, composition and bonding procedures of the self-etching adhesives

Self-etching adhesives	Chemical composition	Bonding procedures
<b>Clearfil Protect Bond</b> <b>2 step</b> Kuraray, Okayama, Japan Lot: 61184	<b>Primer:</b> HEMA, 10MDP, hydrophilic DMA, 12-MDBP, water <b>Bond:</b> HEMA, 10MDP, BisGMA , N,N-diethanol-p-toluidine, hydrophilic DMA, Camforoquinone, Silanted colloidal sílica, surface treated sodium fluoride	1) Apply Primer for 20 s 2) Mild air stream 3) Apply adhesive 4) Light cure for 10 s
<b>Clearfil S<sup>3</sup> Bond</b> <b>1 step</b> Kuraray, Okayama, Japan Lot: 61179	10MDP, BisGma, HEMA, hydrophilic DMA Camforoquinone, Silanted colloidal sílica, ethyl alcohol, water	1) Apply for 20 s 2) Dry with strong air pressure 3) ) Light cure for 10 s
<b>One Up Bond f Plus</b> <b>Tokuyama</b> <b>1 step</b> Lot: UN36028	<b>Liquid A:</b> phosphoric acid monomer, MAC-10, bis- MPEPP, MMA <b>Liquid B:</b> HEMA, MMA, fluoroaluminosilicate glass, water	1) Mixture liquid A + liquid B 2) Apply for 10 s 3) Light cure for 10 s
<b>Abbreviations:</b> HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate; MDP= methacryloxydecyl dihydrogen phosphate; DMA: dimethacrylate monomer BisGMA=bisphenol A diglycidylmethacrylate; MAC-10=methacryloxy-1,1-undecanedicarboxylic acid; MMA= methyl methacrylate; bis-MPEPP:2,2'-bis[4(methacryloxyethoxy)phenyl]propane.		

### *Microtensile Bond Strength*

The specimens (n=8) were sectioned perpendicular to the adhesive interface in the inciso-cervical and mesio-distal directions using a slow-speed diamond saw under water-cooling (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff IL, United States) to obtain 8 or 10 sticks with a cross sectional area of approximately 0.8-mm<sup>2</sup> from each restored tooth. The specimens were stored in relative humidity for 24 hours at 37°C.

Afterwards, the sticks were attached to the flat grips of the microtensile testing device using cyanoacrylate glue (Super Bond Gel – Loctite- SP - Brasil Ltda), and were tested in tension using a Universal Testing Machine (Emic DL 500, São José dos Pinhais, SC, Brazil) at 0.5 mm/min until failure occurred. The values and the fractured specimens had their cross-sectional area measured with digital caliper (Starrett 727 - Starrett Indústria and Comércio Lta - Itu - SP - Brazil) to express the results in Mega Pascal (MPa). The data were analyzed by three-way ANOVA and Tukey's post-hoc test at pre-set alpha of 0.05.

### *Nanoleakage*

The 54 teeth selected for the nanoleakage were restored and three teeth from each experimental group were used to evaluate the nanoleakage patterns (n=3). The sticks obtained from each restored tooth were immersed in 50% ammoniacal silver nitrate (AGNO<sub>3</sub>) (Tay et al<sup>48</sup>, 2002b) for 24 hours in the dark at 37 °C. Afterwards, the specimens were thoroughly rinsed in distilled water for 2 minutes and were then immersed in a photodeveloping solution (Kodak – Developer D-76 - Kodak Brasileira, Ind. and Com. Ltda, São José dos Campos, SP, Brazil) for 8 hours under fluorescent light to reduce silver ions metallic silver grains within voids along bonded interface.

The specimens were then included in polystyrene resin and were wet ground (Politriz/Lixadeira Metalográfica Erios PL02 E, ERIOS Equip. Técnicos e Científicos Ltda. SP Brasil) using SiC papers at 600, 1200, and 2000 grits, respectively, followed by diamond paste in decreasing granulation (3,1 and 0.25  $\mu\text{m}$ ). The specimens were subjected to ultrasonic baths (Ultrasound Ultrason 1440 D - Odontobrás Ind. and Com. Med. Odont. Ltda, Rio Preto, SP, Brazil) for 10 min between each polishing procedure to remove debris. The specimens were dried with absorbent paper and were immersed in a solution of 85% phosphoric acid for 30 seconds, were rinsed in distilled water and were immersed in 10% sodium hypochlorite for 10 minutes. Then, the specimens were rinsed and dried at room temperature. Afterwards, the specimens were immersed in increasing concentrations (25%, 50%, 75%, 90% and 100%) of ethyl alcohol for 10 minutes each. The specimens were sputter-coated with carbon (Bal-Tec - SCD 050 - Sputter Coater, MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) to be analyzed in a field-emission scanning electron microscope (SEM) (JEOL JSM - 5600 LV, Tokyo, Japan), operating in high vacuum at 20 KV in backscattered electron mode. The images of specimens infiltrated with ammoniacal silver nitrate were recorded and were analyzed using Image Tool 3.0 software (Periodontology Department, University of Texas, Health Science Center at San Antonio, TX, USA), to measure the adhesive interface length and to calculate the percentage of the area infiltrated by silver nitrate. The data were submitted to three-way ANOVA and Tukey's post-hoc test at a pre-set alpha of 0.05.

## RESULTS

For the microtensile bond strength analysis, the three-way ANOVA showed no significant difference in bond strength concerning the distance of the light-guide ( $p=0.2086$ ), so no statistical doubles interactions distanceXadhesive ( $p=0.7715$ ); distanceXsubstrate ( $p=0.6624$ ); adhesiveXsubstrate ( $0.7159$ ) and triple interaction ( $0.5522$ ) were found. The bond strength values for the adhesives and substrate groups tested are presented in Table 2 and 3. There was difference in bond strength values was observed among adhesive system ( $p<0.0001$ ) as well as between substrates ( $p<0.0001$ ). The bond strength values of Clearfil Tri-S and One Up Bond F Plus were significantly lower than those of Clearfil Protect Bond. Regarding the substrate, the enamel surfaces led to higher bond strength values than dentin surfaces, regardless of the bonding agent and the distance of the curing unit tip from the bonded surface.

Table 2 – Microtensile bond strength - MPa, Mean (SD) the self-etching adhesive systems photoactivated at different distances  $n=8$ , for the factor substrate

Substrate	N	Mean (SD)	Tukey
Enamel	48	27.02 (8,50)	A
Dentin	48	18,76 (6,38)	B

Different letters indicate statistically significant differences (three-way ANOVA/the Tukey test, ( $p>0.05$ )).

Table 3 – Microtensile bond strength MPa, Mean (SD) the self-etching adhesive systems photoactivated at different distances n=8, for the factor adhesive.

<b>Adhesive</b>	<b>N</b>	<b>Mean (SD)</b>	<b>Tukey</b>
<b>Clearfil Protect Bond</b>	48	27,90 (8,36)	A
<b>Clearfil Tri-S</b>	48	21,33 (7,60)	B
<b>One-Up</b>	48	19,44 (7,42)	B

Different letters indicate statistically significant differences (three-way ANOVA/the Tukey test, (p>0.05).

For the nanoleakage analysis, the three-way ANOVA detected no significant difference for the distance of the light-curing tip and significant differences for the adhesive (p<0.0001) and substrate (p<0.0001) factors, and the double interactions between distance X substrate (p=0.0159) and between adhesive X substrate (p = 0.0079) were also significant. For the interaction distance X substrate (Table 2), no significant difference in nanoleakage was observed among groups light-activated with curing unit tip having a distance of 3 and 6 mm when the adhesive interfaces were in dentin. On the other hand, such groups showed lower nanoleakage than those with 0,5 mm distance between curing unit tip and the bonded surface. The distances between the curing unit tip and the bonded surfaces did not result in differences in nanoleakage patterns when the enamel surfaces were evaluated. For the interaction adhesive X substrate (Table 4), One UP Bond F presented the highest nanoleakage percentage for all substrates, while no significant differences were noted between Clearfil Protect Bond and Clearfil Tri-S. The nanoleakage patterns are shown in the

representative SEM images from specimens created using Clearfil Protect Bond, Clearfil Tri-S and One Up Bond F Plus, figuras 1-3 respectively.

Table 4 –Nanoleakage (% Mean - SD) n=3 at the adhesive interfaces created by the self-etching adhesive systems applied to dentin and enamel and light-activated at different distances

Substrate	Distance		
	0,5 mm	3 mm	6 mm
Enamel	15.95 (15.19)aA	16.73 (15.26)aA	23.94 (15.70)aA
Dentin	51.01 (27.33)bA	37.17 (23.99)bB	43.56 (27.33)bAB

Different letters indicate statistically significant differences (three-way ANOVA/the Tukey test,  $p>0.05$ ). Capital letters compare rows and lower case letters compare columns.

Table 5 – Results of Nanoleakage (% Mean - SD) n=3 at the adhesive interfaces created by the self-etching adhesive systems applied to dentin and enamel and light-activated at different distances

Substrate	Adhesive		
	CP	CT	OU
Enamel	12.69 (11.95)aA	13.87(11.59)aA	29.84 (16.68)aB
Dentin	30.16 (18.78)bA	34.58 (24.82)bA	65.62 (22.80)bB

Different letters indicate statistically significant differences (three-way ANOVA/the Tukey test,  $p>0.05$ ). Capital letters compare rows and lower case letters compare columns.

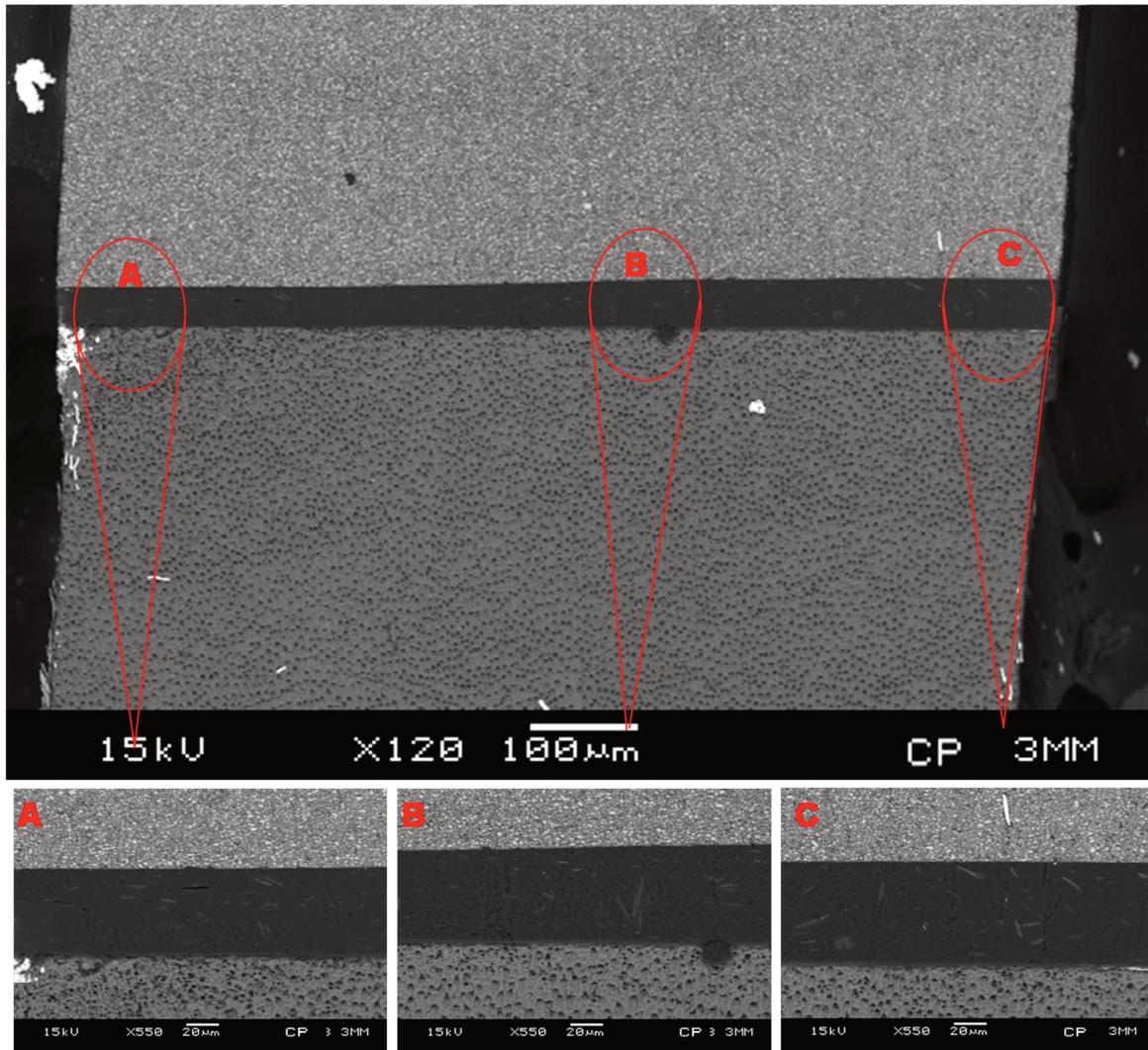


Fig.1 Photomicrographs of the backscattered electron image (SEM) the nanoleakage at the dentin interface of Clearfil Protect Bond at distance light-guide of the 3 mm X120. A, B and C X550 .

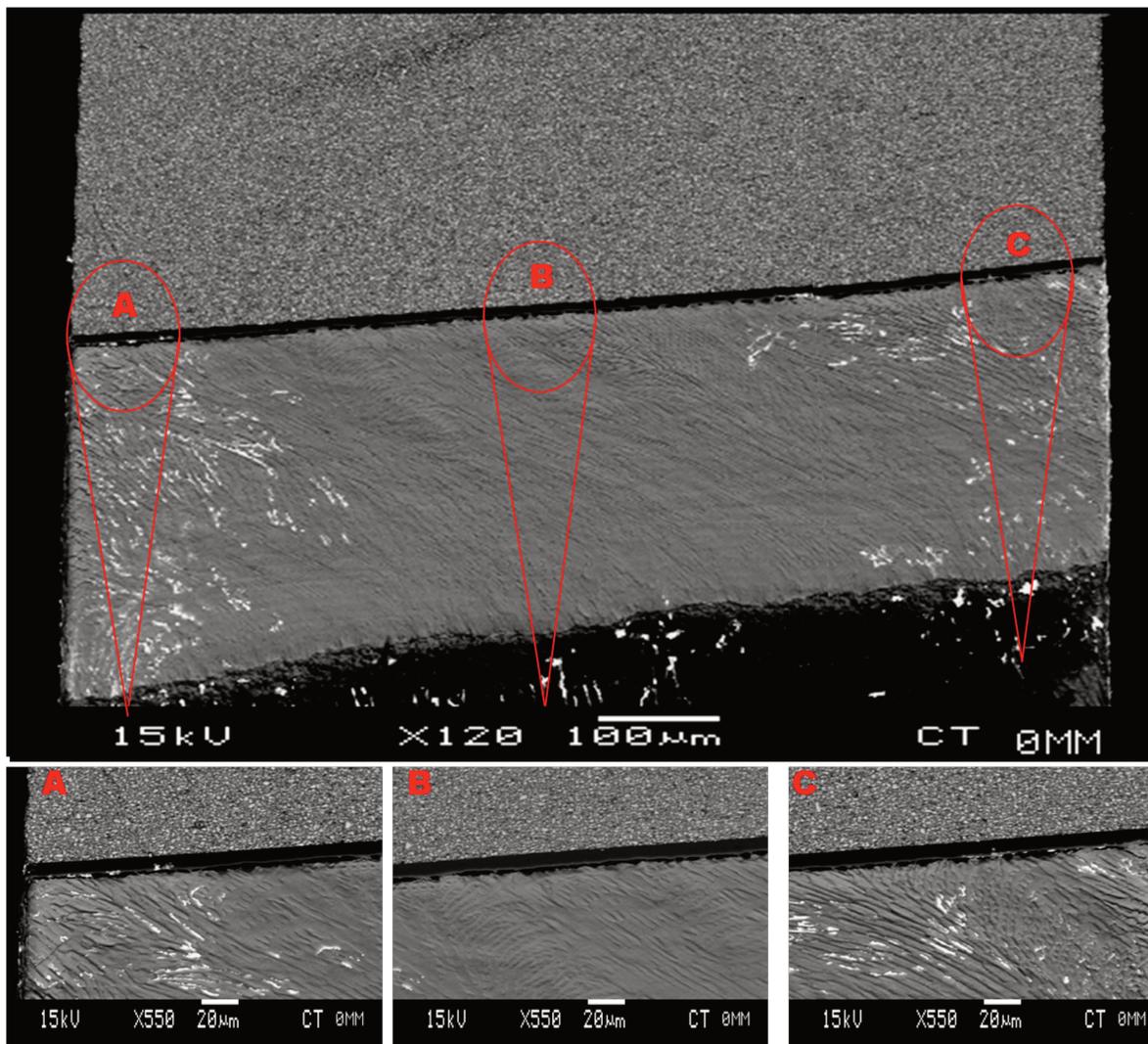


Fig.2 Photomicrographs of the backscattered electron image (SEM) the nanoleakage at the enamel interface of Clearfil Tri-S at distance light-guide of the 0,5 mm X120. A, B and C X550.

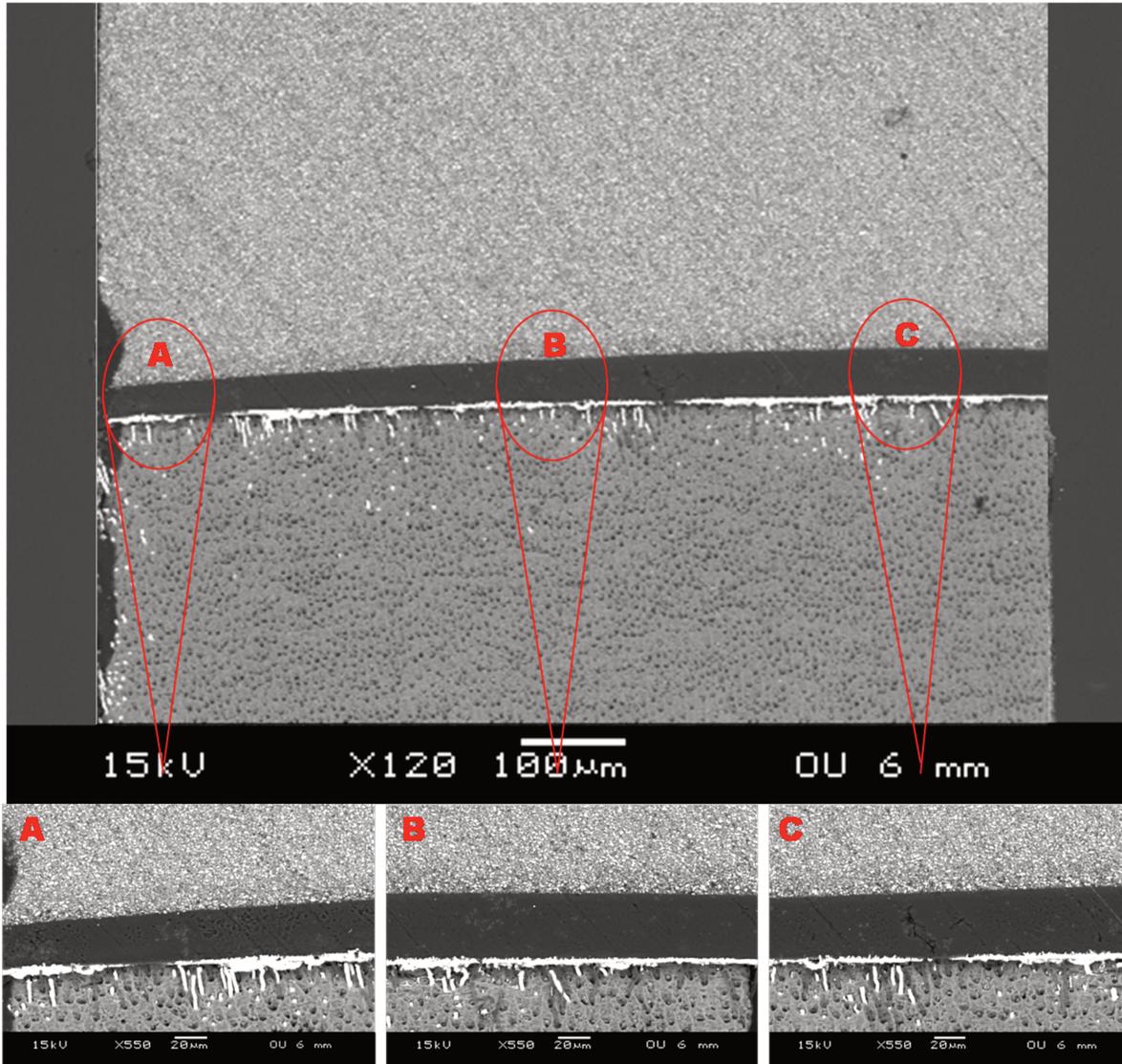


Fig.3 Photomicrographs of the backscattered electron image (SEM) the nanoleakage at the dentin interface of One Up Bond F Plus at distance light-guide of the 6 mm X120. A, B and C X550.

## DISCUSSION

The distance from the curing unit tip did not interfere in the microtensile strength of self-etching adhesive systems, for both enamel and dentin. Therefore, the first hypothesis that the distance from the light-guide does not compromise bond strength was accepted.

The results of this study are in contrast to those observed by Xu et al.<sup>53</sup>, 2006, however they are in agreement with the results of other authors<sup>1,2,6,13,17,41</sup> who studied the influence of different distances on the composite polymerization. Corcionali et al<sup>8</sup> (2008), evaluating the influence of the geometry and distance of the curing unit tip on the polymerization effectiveness, showed that the tip shape can minimize the effect of the distance of the light source. Two types of light-guide are currently available: turbo and standard. The difference between these curing unit tips is that the tips commercially defined as "standard" have similar entry and exit diameters (11mm), while the "turbo" tips concentrate the light beam through an exit with smaller diameter<sup>8</sup>. Therefore, due to the focusing effect of the turbo light guide, the light energy is emitted at a much greater rate from "turbo" tips than from the standard light guide with increasing distance to the surface.<sup>7,13,19,41,53</sup> Moreover, Corcionali<sup>8</sup> et al. 2008 stated that light in optic fibers follows the physical law of specular reflection and the light cone generated in the optic fibers is reflected in an outward specular way. If the light guide exit diameter is smaller than the entry diameter, a narrower cone of light is created. For the same reason, the cone emitted by a turbo light-guide will be wider, and the light intensity will decrease considerably with increasing distances. These findings support the results of this study once an standard optic fiber tip was used, so the larger diameter might have contributed to minimize the light dispersion provided by the distance of the light source

In this study, the power densities measurements of standard light guide were made with the tip of the light guide in contact with radiometer and with the tip of light guide the distances of 0,5, 3 and 6 mm from the radiometer. The power density was of 550 mW/cm<sup>2</sup>, 400 mW/cm<sup>2</sup> and 350 mW/cm<sup>2</sup> respectively. A distance of 6 mm between a standard light-guide and the radiometer reduces the power density by approximately 37%, however, the power density of the 350 mW/cm<sup>2</sup> is higher than the minimum power density usually recommended for a light-curing unit with a quartz-tungsten-halogen bulb (300-400 mW/cm<sup>2</sup>)<sup>9,44</sup>. Therefore, this power density may be sufficient to provide proper adhesive polymerization. As not all light guides focus the light from light-curing units similarly, and the relationship between power density and distance is influenced by the design of the guide,<sup>17,41,53</sup> these results suggests that any comparison among dental curing lights should be made with the tip of the light-guide at clinically relevant distances from the radiometer previously to the restoring procedures.

For the adhesive factor, Clearfil Protect Bond promoted higher bond strength values than Clearfil Tri-S and One Up Bond F Plus, which in turn were not different from each other. When two-step self-etching adhesive systems are used, primed enamel/dentin substrate is covered with a layer composed of hydrophobic resin that promotes lower permeability than the simplified adhesives<sup>3,11,23,24,27</sup> so a more reliable bond between composite and tooth may be created<sup>32</sup>.

Another aspect was that enamel allowed significantly higher bond strength values than dentin regardless the other factors. The behavior of the self-etching adhesive systems on enamel and dentin has been controversial<sup>12</sup> and some studies<sup>14,16,28,35</sup> have shown good results *in vitro* of these adhesives on enamel; however, there are studies showing worse

results.<sup>4</sup> The short-term effectiveness of self-etching adhesives on enamel is probably attributed to the secondary bonding that may occur due to the affinity of some monomers to calcium from enamel.<sup>15,22,28,50</sup> Yoshida et al<sup>57</sup>. (2004) showed that the 10-MDP monomer from Clearfil Protect Bond and Clearfil Tri-S may form ionic bonds with calcium. One Up Bond F Plus's aggressiveness could be the reason for its higher bond strength to enamel, because the low pH of One Up Bond F Plus (pH 1,2) might have contributed to an etching pattern comparable to that obtained using phosphoric acid in conventional adhesive systems.<sup>16,26,29,56</sup>

Another possible explanation for these results is that the aprismatic enamel was removed when the enamel surface was flattened, thus a prismatic enamel with more susceptibility to acid etching and lower surface energy is exposed.<sup>34,43</sup> Additionally, regarding the dentin substrate, a great amount of substrate is removed creating a flat dentin surface without remaining enamel. Therefore, the bonding was performed on dentin deep, where low bond strength values are obtained due to the lower area of intertubular dentin and the presence of several large funnel-shaped dentinal tubules. Although hybrid layer features depend on the resin infiltration into demineralized intertubular dentin, they are also related to resin tag formation in each dentinal tubule. However, these tags provide a relative contribution to the bond strength of the adhesive resin to dentin.<sup>33,36,37,49</sup>

In summary, the three adhesive systems presented good results of bond strength and quality of hybridization on enamel. A theory that possibly explains the behavior of these adhesives is based on their rheological properties. Considering that these adhesives are less viscous when compared with the adhesive systems of multiple steps, present high wetting capacity<sup>21</sup>, deeper penetration of such products into enamel having high

surface energy is expected, in contrast to the dentin, which presents low surface energy mainly after demineralization by acid monomers.

For the nanoleakage results, a statistical interaction distance X substrate ( $p < 0.0001$ ) was observed and the groups in dentin showed percentage of silver infiltration significantly higher than the groups in enamel for all the distances. Comparing the features of the dentals substrates for the bonding, etched ground enamel shows a regular honeycomb like etch pattern, highly dense and does not contain pathways, like tubules in dentin. In contrast, the etched dentin deep consists of a complicated network of collagen fibrils, partially desmineralized collagen and partially or fully opened tubules<sup>18,45</sup> These features added the presence of pores into the adhesive layer, possibly formed for the water and/or solvent excess from the bonding systems, which were still after drying and/or evaporation at the moment of light-curing<sup>20,46,48</sup>, may be held responsible for the formation of more nanosized spaces and channels in dentin.

On the other hand, the distances of 3 and 6 mm for the groups in dentin presented less silver infiltration than those light-activated at 0,5 mm of the distance between light-curing unit tip and the bonded surface. Based on the fact that the power density of light-curing unit was 550 mW/cm<sup>2</sup> at 0,5 mm, probably high light intensity may have provided higher degree of conversion values<sup>44</sup>, resulting in higher contraction strain rates during adhesive polymerization that can have exceeded dentin bond strength and subsequent failure of the adhesive-interface contributing for higher nanoleakage<sup>5</sup>. Also, as the adhesive layer was very thin, the polymerization rate was much higher, so the gel state of the adhesive resin during polymerization occurred only for a moment<sup>5</sup>. Therefore, there may not have been enough time for the adhesive to flow. In contrast, the results

observed when the light-curing unit was placed 6 mm distant from the bonded surface may be explained by the decrease in light intensity produced with the increase in the distance of the light-guide, phenomenon already proven in previous studies<sup>1,6-8, 13,40,42,55</sup>

These results were particularly interesting, as the integrity of the hybrid layer was highly compromised by photoactivation at different distances when the adhesives were applied to the deep dentin, although no difference in the bond strength values was observed. However, the difference in nanoleakage patterns implies a greater risk of bonding failure during the tooth's function.

One Up Bond F Plus presented the highest nanoleakage percentage among all products. In contrast to Clearfil Protect Bond and Clearfil Tri-S, One Up Bond F Plus does not contain the MDP acidic monomer, which forms stable ionic bonds with calcium. According to Yoshida et al<sup>57</sup>, 2004 this additional chemical bond is believed to help prevent or retard the nanoleakage to occur. Probably this can be a possible explanation for the behavior of the One Up Bond F Plus. Moreover, the protocol of adhesion for the One Up Bond F Plus established by the manufacturers indicates that the bonding agent must be agitated on the surface for 10s, while Clearfil Protect Bond and Clearfil Tri-S must be agitated for 20 seconds followed by air drying step. Supposedly, the application technique of One Up Bond F Plus adhesive did not provide enough time for an effective solvent volatilization, so the remaining solvent content within the hybrid layer after polymerization might have contributed to the presence of porosities at the adhesive interface. Besides, the application of a hydrophobic resin layer seems to contribute to a greater quality of hybridization and higher bond strength values as observed for Clearfil Protect Bond. These results support the reports of Yuan et al<sup>58</sup> 2007.

Based on these observations, it can be concluded that both the quality of the curing light and the behavior of the adhesive systems can interfere with the effectiveness of polymerization. The interpretation of these results can be clinically significant for adhesive restorations involving deep cavities, and besides the application of a hydrophobic resin layer seems to contribute to a greater quality of hybridization and greater bond strength.

## **CONCLUSIONS**

Within the limitations of the present study, the results led us to the following conclusions:

- 1) The distance of the light source did not influence the values of bond strength for the self-etching adhesive systems.
- 2) Two-step self-etching Clearfil Protect Bond presented the highest bond strength values and the lower nanoleakage expression
- 3) Bond strength and nanoleakage depended on the substrate. The enamel presented higher values of bond strength and leakage reduction for AgNO<sub>3</sub>
- 4) The integrity of the hybrid layer was highly compromised by photoactivation at distances of 0,5 and 6 mm .

## **ACKNOWLEDGMENTS**

The authors are indebted to Adriano Luís Martins for technical scanning and transmission electron microscopy support.

## REFERENCES

1. Aguiar FH, Lazzari CR, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. *Braz Oral Res.* 2005; 19(4): 302-306.
2. Aravamudhan K, Raowski D, Fan PL. Variation of depth of cure and intensity with distance using led curing lights. *Dent Mat* 2006; 22(11): 988-994
3. Brackett WW, Ito S, Tay FR, Haisch LD, Pashley DH. Microtensile dentin bond strength of self-etching resins: effect of a hydrophobic layer. *Oper Dent.* 2005; 30(6): 733-738.
4. Brackett WW, Tay FR, Looney SW, Ito S, Haisch LD, Pashley DH. Microtensile dentin and enamel bond strengths of recent self-etching resins. *Oper Dent.* 2008;33(1): 89-95.
5. Breschi L, Cadenaro M, Antoniolli F, Sauro S, Biasotto M, Prati C, Tay FR, Di Lenarda R. Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability *Dent Mater.* 2007; 23(9): 1066-1072.
6. Cacciafesta V, Sfondrini MF, Scribante A, Boehme A, Jost-Brinkmann P. Effect of light-tip distance on the shear Bond strengths of composite resin. *Ang Ort* 2005; 75(3): 386-391
7. Caldas DB, de Almeida JB, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Consani S. Influence of curing tip distance on resin composite Knoop hardness number, using three different light curing units. *Oper Dent.* 2003; 28(3): 315-320.
8. Corciolani G, Vichi A, Davidson CL, Ferrari M. The influence of tip geometry and distance on light-curing efficacy. *Oper Dent.* 2008; 33(3): 325-331.
9. Curing Radiometer Operating Instructions Danbury, CT: Demetron Research Corp., 1990.
10. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res.* 2005; 84(2): 118-132
11. do Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD. Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin. *J Dent.* 2009; 37(1): 82-90.

12. El-Araby AM, Talic YF. The effect of thermocycling on the adhesion of self-etching adhesives on dental enamel and dentin. *J Contemp Dent Pract.* 2007; 8(2): 17-24.
13. Ernst C, Meyer GR, Müller J, Stender E, Ahlers MO, Willershausen B. Depth of cure LED vs QTH light-curing devices at a distance of 7 mm. *J. Adhes. Dent.* 2004; 6(2): 141-150
14. Fritz UB, Diedrich P, Finger WJ. Self-etching primers: An alternative to the conventional acid etch technique. *J Orofacial Orthop.* 2001; 62(3): 238-245.
15. Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *J Dent Res.* 2006; 85(10): 941-944.
16. Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: An alternative concept for composite-to-enamel bonding. *Oper Dent.* 1999; 24(3): 172-180.
17. Harrington I, Wilson HJ. Determination of radiation energy emitted by light activation units. *J Oral Rehabil.* 1995; 22(5): 377-385
18. Hashimoto M, de Gee AJ, Feilzer AJ. Polymerization contraction stress in dentin adhesives bonded to dentin and enamel. *Dent Mater.* 2008; 24(10): 1304-1310.
19. Hasler C, Zimmerli B, Lussi A. Curing capability of halogen and LED light curing units in deep class II cavities in extracted human molars. *Oper Dent.* 2006; 3(3): 354-363.
20. Hosaka K, Nakajima M, Monticelli F, Carrilho M, Yamauti M, Aksornmuang J, Nishitani Y, Tay FR, Pashley DH, Tagami J. Influence of hydrostatic pulpal pressure on the microtensile bond strength of all-in-one self-etching adhesives. *J Adhes Dent.* 2007; 9(5): 437-442.
21. Hotta K, Mogi M, Miura F, Nakabayashi N. Effect of 4-MET on bond strength and penetration of monomers into enamel. *Dent Mater.* 1992; 8(3): 173-175.
22. Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, Sano H & Van Meerbeek B Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin *J Dent Res.* 2005; 84(12): 1160-1164.
23. Ito S, Tay FR, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW, Waller JL, Pashley DH. Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent.* 2005; 7(2): 133-141.
24. Itthagarun A, Tay FR, Pashley DH, Wefel JS, García-Godoy F, Wei SH.

Single- step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part III. Evidence from fluid conductance and artificial caries inhibition. *Am. J Dent.* 2004; 17(6): 394-400.

25. Kaaden C, Powers JM, Friedl KH, Schmalz G., Bond strength of self-etching adhesives to dental hard tissues. *Clin Oral Invest.* 2002; 6(3): 155-160.

26. Kelsey WP, Latta MA, Vargas MA, Carroll LR & Armstrong SR Microtensile bond strength of total-etch and self-etch adhesives to the enamel walls of Class V cavities. *Am J Dent.* 2005; 18(1): 37-40.

27. King NM, Tay FR, Pashley DH, Hashimoto M, Ito S, Brackett WW, García-Godoy F, Sunico M. Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. *Am J Dent.* 2005; 18(2):126- 134.

28. Loguercio AD, Moura SK, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, Patzlaff RT, Grande RH, Reis A. Durability of enamel bonding using two-step self-etch systems on ground and unground enamel. *Oper Dent.* 2008; 33(1): 79-88.

29. Lopes GC, Marson FC, Vieira LC, Caldeira AM & Baratieri LN Composite bond strength to enamel with self-etching primers *Oper Dent.* 2004 29(4): 424-429.

30. Miyazaki M, Rikuta A, Tsubota K, Yunoki I, Onose H. Influence of environmental conditions on dentin bond strengths of recently developed dentin bonding systems. *J Oral Sci.* 2001; 43(1): 35-40.

31. Miyazaki M, Tsubota K, Onose H, Hinoura K. Influence of adhesive application duration on dentin bond strength of single-application bonding systems. *Oper Dent.* 2002; 27(3): 278-83.

32. Nakajima M, Okuda M, Ogata M, Pereira PN, Tagami J, Pashley DH. The durability of a fluoride-releasing resin adhesive system to dentin. *Oper Dent.* 2003; 28(2):186-192.

33. Nakabayashi N. Bonding of restorative materials to dentine; the present status in Japan. *Int Dent J.* 1985; 35: 145-154.

34. Nathanson D, Bodkin JL, Evans JR. SEM of etching patterns in surface and subsurface enamel. *J Pedod.* 1982; 7(1): 11-17.

35. Oberlander H, Friedl KH, Schmalz G. Bond strength of polyacid-modified resins using a new one step adhesives system. *Oper Dent.* 2001; 26: 127-133.

36. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Carvalho RM, Russell CM. Bond strength versus dentine structure: A modeling approach. *Arch Oral Biol.* 1996; 40(12):1109-1118.

37. Pashley DH Dentin: a dynamic substrate – a review. Scanning Microsc. 1989; 3(1): 161–174.
38. Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. J Dent. 2002; 30(2-3): 83-90.
39. Perdigão J, Gomes G, Gondo R, Fundingsland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part I--microtensile bond strengths. J Adhes Dent. 2006; 8(6): 367-373.
40. Pires JA, Cvitko E, Denehy GE, Swift EJ Jr. Effects of curing tip distance on light intensity and composite resin microhardness. Quintessence Int. 1993; 24(7): 517-521.
41. Price RB, Dérand T, Sedarous M, Andreou P, Loney RW. Effect of distance on the power density from two light guides. J Esthet Dent. 2000; 12(6): 320-327.
42. Prati C, Chersoni S, Montebugnoli L, Montanari G. Effect of the air, dentin and resin-based composite thickness on light intensity reduction. Am J Dent. 1999; 12(5): 231-234.
43. Ripa LW, Gwinnett AJ, Buonocore MG. The "prismless" outer layer of deciduous and permanent enamel. Arch Oral Biol. 1966; 11(1): 41-48.
44. Rueggeberg FA, Jordan DM. Effect of light-tip distance on polymerization of resin composite. Int J Prosthodont. 1993; 6(4): 364-370.
45. Shinohara MS, Oliveira MT, Hipólito VD, Giannini M, Goes MF SEM analysis of the acid-etched enamel patterns promoted by acidic monomers and phosphoric acids. J Appl Oral Sci. 2006; 14(6): 427-435.
46. Tay FR, Pashley DH, Garcia-Godoy F, Yiu CK. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part II. Silver tracer penetration evidence. Am J Dent 2004; 17(5): 315-322
47. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. J Dent. 2002a; 30(7-8): 371-82.
48. Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. J Dent Res 2002b; 81(7): 472-476.
49. Titley K, Chernecky R, Chan A. Smith Dc. The composition and ultrastructure of resin tags in etched dentin. Am J Dent. 1995; 8(5): 224-230.
50. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives.

Biomaterials. 2007; 28(26): 3757-3785.

51. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. Oper Dent. 2003; 28(3): 215-235

52. Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. J Dent. 1998; 26(1): 1-20. Review

53. Vandewalle KS, Roberts HW, Rueggeberg FA. Power distribution across the face of different light guides and its effect on composite surface microhardness. J Esthet Restor Dent. 2008; 20(2):108-117.

54. Walker MP, Wang Y, Spencer P. Morphological and chemical characterization of the dentin/resin cement interface produced with a self-etching primer. J Adhes Dent. 2002; 4(3): 181-189.

55. Xu X, Sandras DA, Burgess JO. Shear bond strength with increasing light-guide distance from dentin. J Esthet Restor Dent. 2006; 18(1): 19-27.

56. Yazici AR, Celik C, Ozgünaltay G, Dayangaç B. Bond strength of different adhesive systems to dental hard tissues. Oper Dent. 2007; 32(2): 166-172.

57. 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): 454-458.

58. Yuan Y, Shimada Y, Ichinose S, Tagami J. Qualitative analysis of adhesive interface nanoleakage using FE-SEM/EDS. Dent Mater. 2007; 23(5): 561-569.

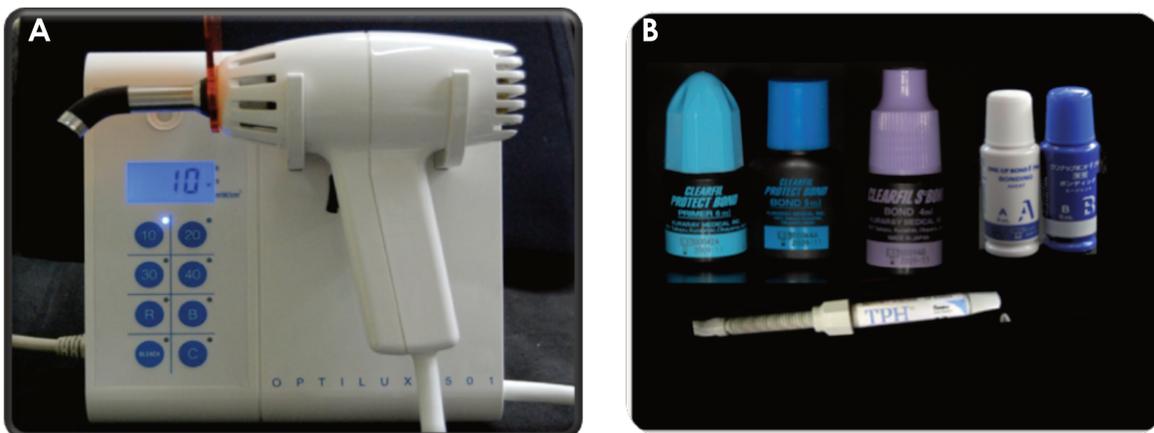
## REFERÊNCIAS

1. McCabe JF, Carrick TE. Output from visible-light activation units and depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res.* 1989; 68(11): 1534-1539.
2. Pashley DH, Zhang Y, Agee KA, Rouse CJ, Carvalho RM, Russell CM. Permeability of demineralized dentin to HEMA. *Dent Mater.* 2000; 16(1): 7-14.
3. Pilo R, Ben-Amar A. Comparison of microleakage for three one-bottle and three multiple-step dentin bonding agents. *J Prosthet Dent.* 1999; 82(2): 209-213.
4. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WR, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent.* 1995; (20): 18-25.
5. Tay FR, Hashimoto M, Pashley DH, Peters MC, Lai SCN, Yiu CKY, Cheong C. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *J Dent Res* 2003; 82(7): 537-541.

## METODOLOGIA ILUSTRADA

### 1 - Materiais e métodos

Para o desenvolvimento desse estudo foram usados um aparelho fotoativador com lâmpada halógena Optilux 501/ Demetron/Kerr, resina composta TPH3,- cor A3 e os sistemas adesivos autocondicionantes Clearfil Protect Bond/Kuraray, Okayama, Clearfil Tri-S/ Kuraray, Okayama e One Up Bond F Plus/Tokuyama (Figura1 A e B). A classificação, fabricante, lote, e composição dos sistemas adesivos estão especificados na tabela 1.



**Fig. 1 A** - Aparelho fotoativador com luz halógena Optilux 501/Demetron/kerr com ponteira de fibra óptica standart abertura de saída de 11 mm; **B** – Sistemas adesivos autocondicionantes Clearfil Protect Bond 2 passos; Clearfil Tri-S 1 passo; One Up Bond F Plus 1 passo e resina composta TPH3.

#### 1.1 Delineamento experimental

As unidades experimentais foram 198 coroas de incisivos bovinos

Os fatores em estudo foram:

- . *Sistemas adesivos em três níveis:* Clearfil Protect Bond (Kuraray Co.); Clearfil S<sup>3</sup> Bond (Kuraray Co.)One-Up (Tokuyama) e;
- . *Distância da fonte de luz em três níveis:* 0,5, 3, e 6 mm

. Substrato em dois níveis: esmalte e dentina

Variáveis de resposta:

Resistência à microtração em Mega Pascal (MPa); e nanoinfiltração em porcentagem (%)

Tabela 1 - sistemas adesivos autocondicionantes, composição e pH

ADESIVO/FABRICANTE	COMPOSIÇÃO
<b>Clearfil Protect Bond</b> Kuraray, Okayama,  2 passos  pH 2,0  Lot: 61184	<b>Primer:</b> HEMA, 10MDP, DMA hidrófilo, 12-MDBP, água  <b>Bond:</b> HEMA, 10MDP, BisGMA , N,N-dietanol-p-toluidina, hidrófilo DMA, Canforoquinona Sílica coloidal silanizada, surface treated sodium fluoride
<b>Clearfil S<sup>3</sup> Bond</b>  Kuraray, Okayama  1 passo  pH= 2,7  Lot: 61179	10MDP, BisGma, HEMA, hidrófilo DMA Canforoquinona, Sílica coloidal silanizada, álcool etílico, água.
<b>One Up Bond f Plus</b>  Tokuyama  1 passo  pH=1,2  Lot: UN36028	<b>Liquid A:</b> monômero ácido fosfórico, MAC-10, bis-MPEPP, MMA  <b>Liquid B:</b> HEMA, MMA, flúor-aluminossilicato de vidro, água .

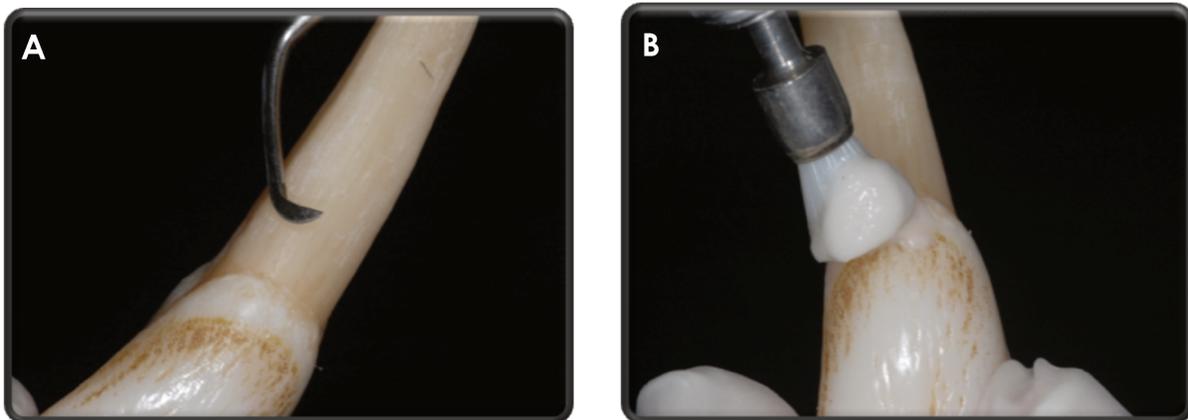
**Abbreviations:** HEMA: 2-hidroxietil metacrilato; MDP= metacriloixidecil dihidrogênio fosfato; DMA: monômero dimetacilato BisGMA=bisfenol A diglicidildimetacrilato; MAC-10= ácido metacriloiloxi-1,1-undecanodicarboxílico; MMA= metil metacrilato; bis-MPEPP:2,2'-bis[4(metacriloxi)polietoxi]fenil]propano.

## 2 - Preparo dos dentes

Foram selecionados 198 incisivos bovinos hígidos, armazenados a 37°C em solução neutra de timol a 0,1%.

### 2.1. Limpeza dos dentes

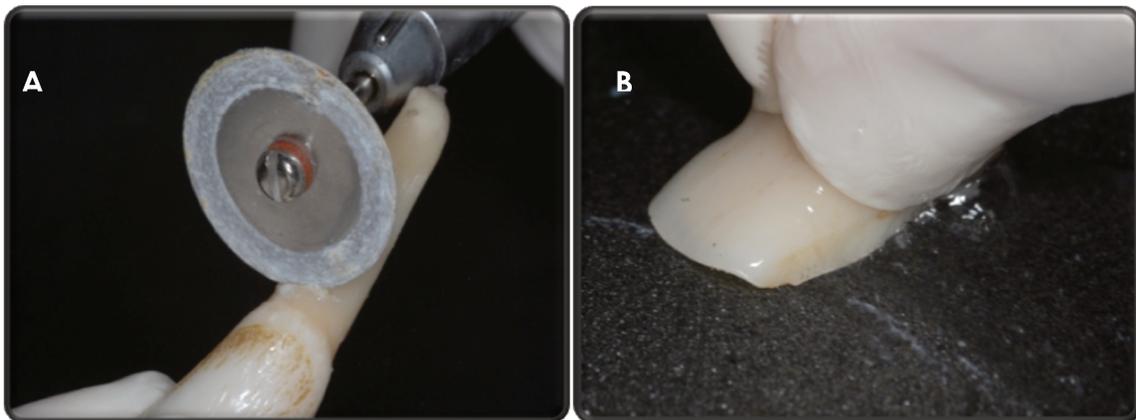
Os dentes foram limpos com curetas periodontais e polidos com escova de Robinson e uma mistura de pedra pomes e água em baixa rotação (Fig. 2 A e B)



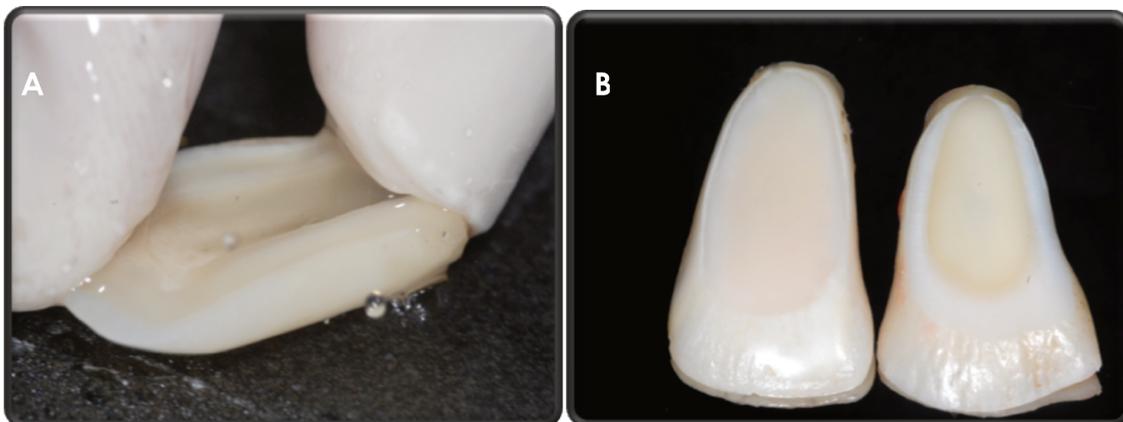
**Fig. 2** A e B Limpeza dos dentes com curetas periodontais (Dental Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e escovas tipo Robinson (KG Sorensen, Barueri SP, Brasil) montadas em contra-ângulo de baixa rotação (Kavo, Joinville, SC, Brasil)

### 2.2. Preparo das amostras

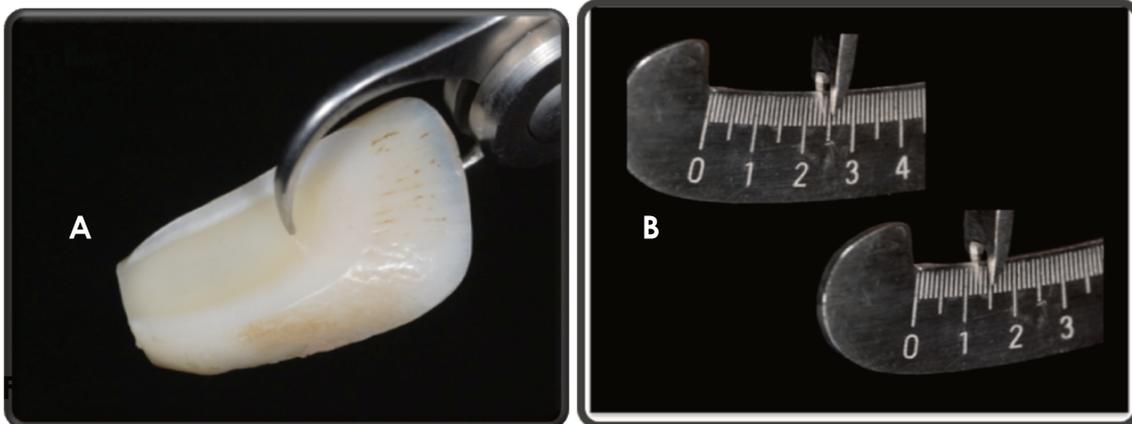
Em seguida deu-se início aos procedimentos para confecção das unidades experimentais (Fig. 3, 4 e 5).



**Fig. 3** A - Remoção das porções radiculares com o auxílio de discos diamantados dupla-face (KG Sorensen Ind e Com. LTDA, Barueri, SP, Brasil) em baixa rotação. B Desgaste e remoção do esmalte e dentina da face lingual para expor a câmara pulpar.



**Fig. 4** - A Planificação do esmalte e dentina vestibular através da utilização de lixas de carbeto de silício (Carburundum, Saint-Gobain Abrasivos LTDA, Guarulhos, SP, Brasil), de granulações 180, 320 e 600 acopladas em politriz mecânica (Maxi Grind Solotest, São Paulo, SP, Brasil), sob constante irrigação à água. B Face vestibular plana em esmalte à esquerda e em dentina à direita



**Fig. 5** A e B Inspeção com o auxílio de um espessímetro para padronizar a espessura de remanescente dental para os grupos de esmalte (2,5 mm) e dentina (1,5 mm).

Em seguida os dentes foram armazenados em potes plásticos, com fl algodão embebido em água destilada deionizada (umidade relativa), por 24 horas até a realização dos procedimentos restauradores.

### 3 - Distribuição dos grupos experimentais

Os dentes foram distribuídos em 18 grupos para o ensaio de microtração (n=8) e nanoinfiltração (n=3) de acordo com a interação substrato/distância da fonte de luz fototivadora/sistema adesivo, conforme descritos na figura 6.

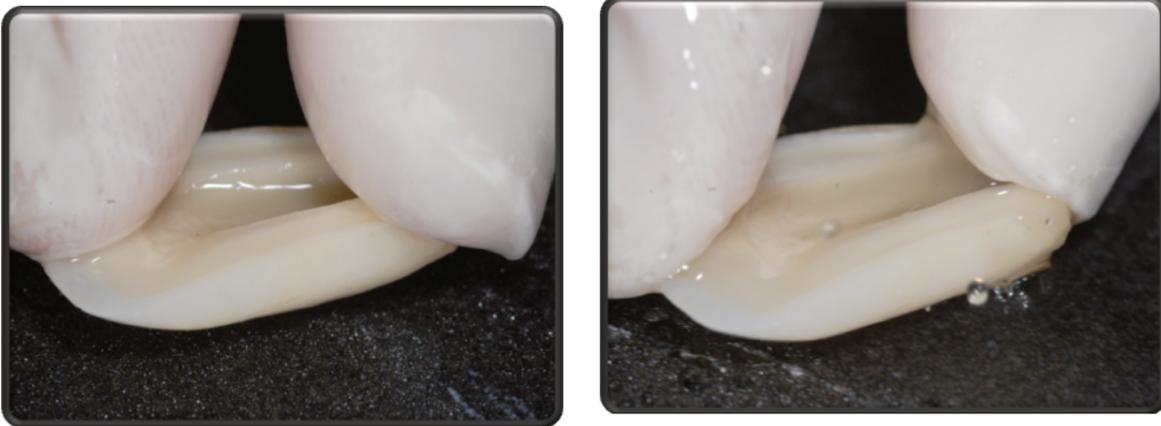
<b>Grupos N=8</b>	<b>Substrato</b>	<b>Distância da fonte de luz fotoativadora</b>	<b>Sistema Adesivo</b>
G1	Esmalte	0,5	Clearfil Protect Bond
G2	Esmalte	3	Clearfil Protect Bond
G3	Esmalte	6	Clearfil Protect Bond
G4	Esmalte	0,5	Clearfil Tri S
G5	Esmalte	3	Clearfil Tri S
G6	Esmalte	6	Clearfil Tri S
G7	Esmalte	0,5	One Up Bond F Plus
G8	Esmalte	3	One Up Bond F Plus
G9	Esmalte	6	One Up Bond F Plus
G10	Dentina	0,5	Clearfil Protect Bond
G11	Dentina	3	Clearfil Protect Bond
G12	Dentina	6	Clearfil Protect Bond
G13	Dentina	0,5	Clearfil Tri S
G14	Dentina	3	Clearfil Tri S
G15	Dentina	6	Clearfil Tri S
G16	Dentina	0,5	One Up Bond F Plus
G17	Dentina	3	One Up Bond F Plus
G18	Dentina	6	One Up Bond F Plus

**Fig. 6** - Esquema de distribuição dos grupos experimentais

### **3 - Aplicação dos sistemas adesivos e técnica restauradora**

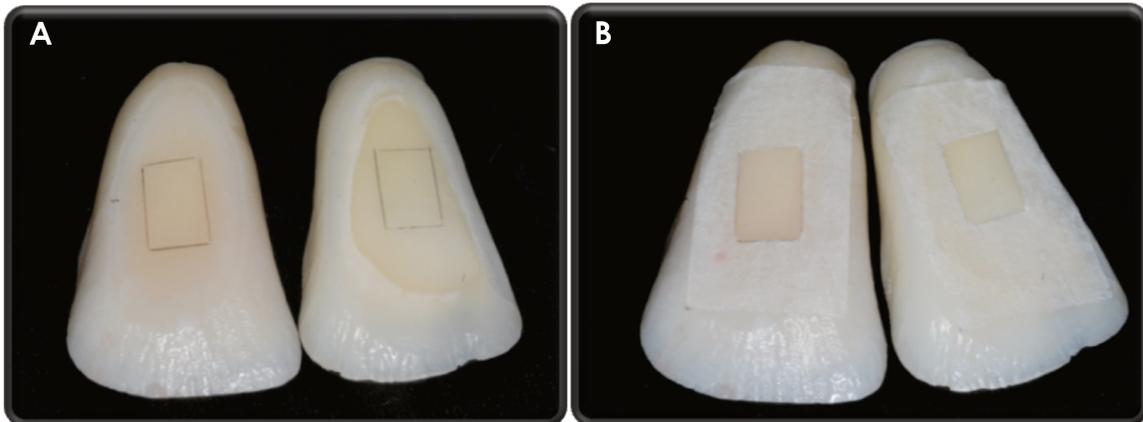
Após o preparo dos dentes e distribuição dos grupos experimentais deu-se início a seqüência de procedimentos restauradores que foram realizados através de sorteio em 04 blocos inteiramente casualizados para cada substrato.

Previamente a aplicação dos adesivos, as superfícies em esmalte e dentina vestibular foram polidas com lixas de carbeto de silício (SiC) 600 sob refrigeração a água, por um tempo de 60 segundos para padronização da *smear layer* (Fig. 7).



**Fig. 7** Padronização da *smear layer* através do polimento com lixas de Carbeto de silício 600 acopladas em politriz mecânica (MaxiGrindSolotest, São Paulo, SP, Brasil) por 60 segundos.

Após a padronização da *smear layer*, com lapiseira com ponta de 0,3 cm de espessura foi delimitada na superfície vestibular, uma área de adesão de 4 mm de largura e 6 mm de comprimento, correspondente as dimensões do bloco de compósito que seria confeccionado posteriormente (Fig. 8A). Além disso, protegeu-se toda área ao redor, com uma fita adesiva com o intuito de evitar o aumento da área de união (Fig. 8B).



**Fig. 8** Delineamento e proteção da área de adesão

Para padronizar a fotoativação dos adesivos com o aparelho de lâmpada halógena (Optilux 500) nas diferentes distâncias, foi confeccionado um dispositivo de teflon usado para posicionar a fonte de luz à distâncias de 3 e 6 mm da superfície de adesivo respectivamente (Fig. 9A, B e C). A distância de 0,5 mm, foi polimerizada com a fonte de luz protegida com plástico de PVC. Assim, os adesivos foram fotoativados de acordo com a distância especificada para cada grupo e seguindo os protocolos de aplicação preconizados pelos fabricantes de cada um dos sistemas adesivos (Tabela-2 e Fig. 10 e 11).

A intensidade de polimerização de cada amostra foi aferida no radiômetro do próprio aparelho de luz e as amostras foram polimerizadas com intensidade média de 500mw/cm<sup>2</sup>.

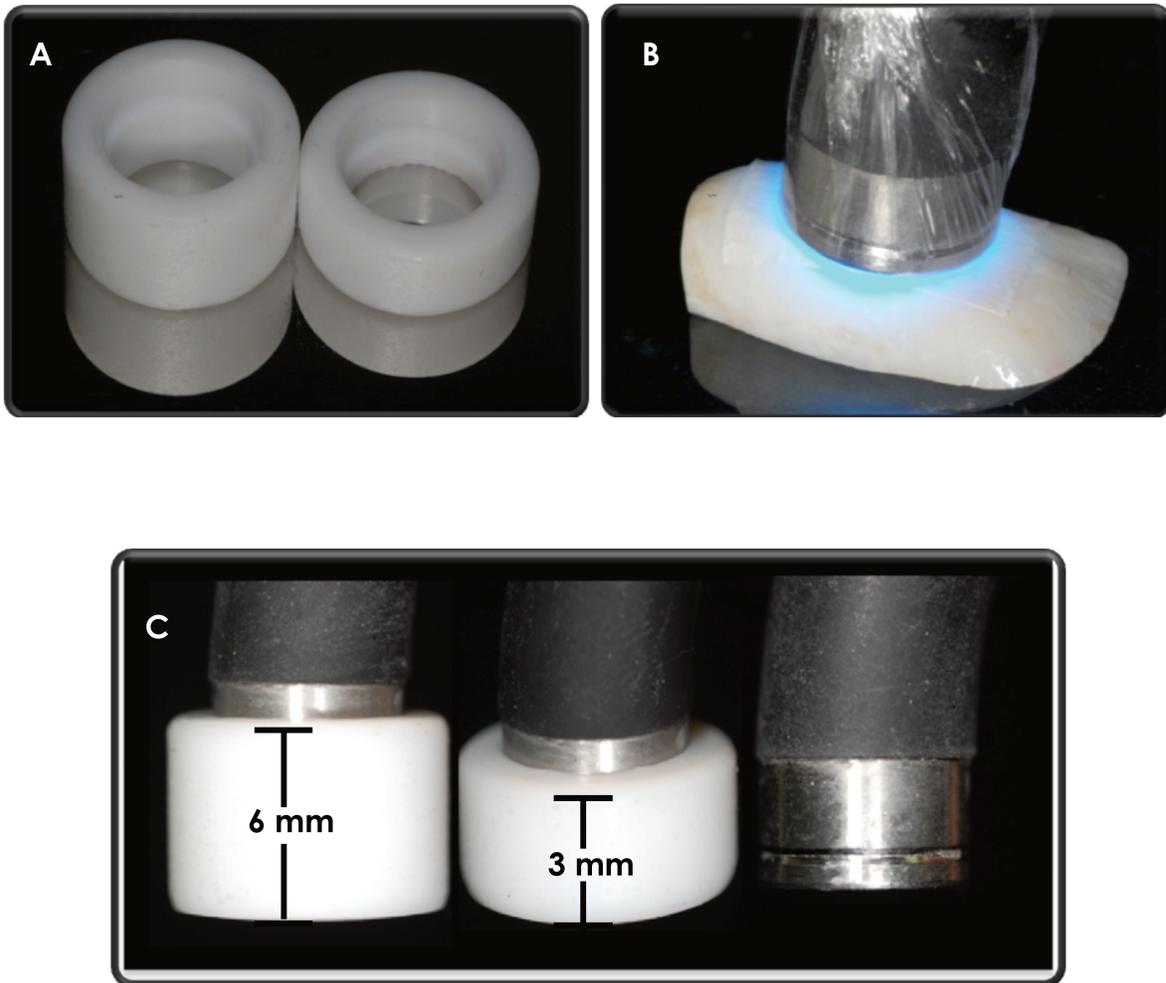


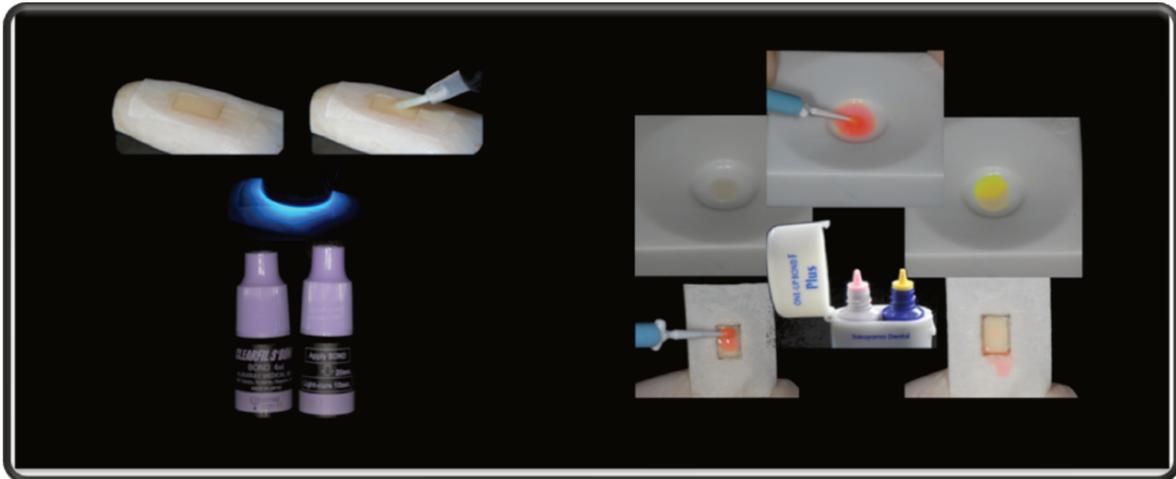
Fig. 9 A Jigs de teflon nas distâncias de 3 e 6mm B- Distância 0,5 mm protegida com plástico PVC, C- Pontas de fibras ópticas posicionadas nas três distâncias.

Tabela 2 - Sistemas adesivos autocondicionantes, composição e protocolos de aplicação

Adesivo / Fabricante	Protocolo de aplicação
<b>Clearfil Protect Bond</b> <b>2 passos</b>	1) Aplicar o primer na superfície seca por 20 s 2) Suave jato de ar (5s) 3) Fotoativar (10s)
<b>Clearfil S<sup>3</sup> Bond</b> <b>1 passo</b>	1) Aplicar por 20s 2) Suave jato de ar (5s) 3) Fotoativar (10s)
<b>One Up Bond F Plus</b> <b>1 passo</b>	1) Misturar 1 gota dos frascos A e B e aplicar com ligeira agitação (10s) 2) Fotoativar (10s)

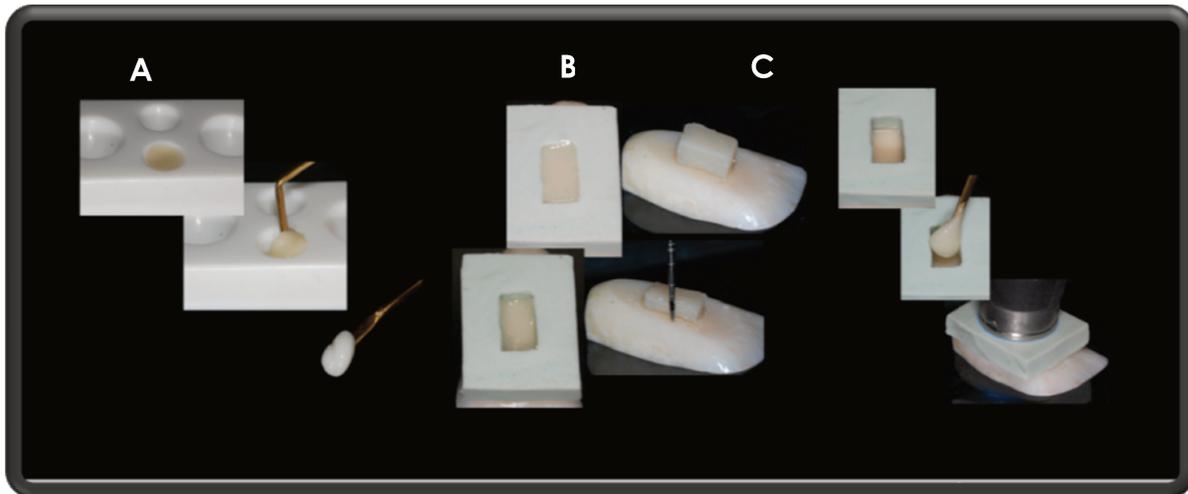


**Fig. 10** Sequência de aplicação do sistema adesivo Clearfil Protec Bond (CP): Aplicação do primer (frasco 1) na superfície seca por 20 s; aplicação de um suave jato de ar (5s); Aplicação do adesivo (frasco 2) sobre a superfície com primer e fotoativação por 10s.



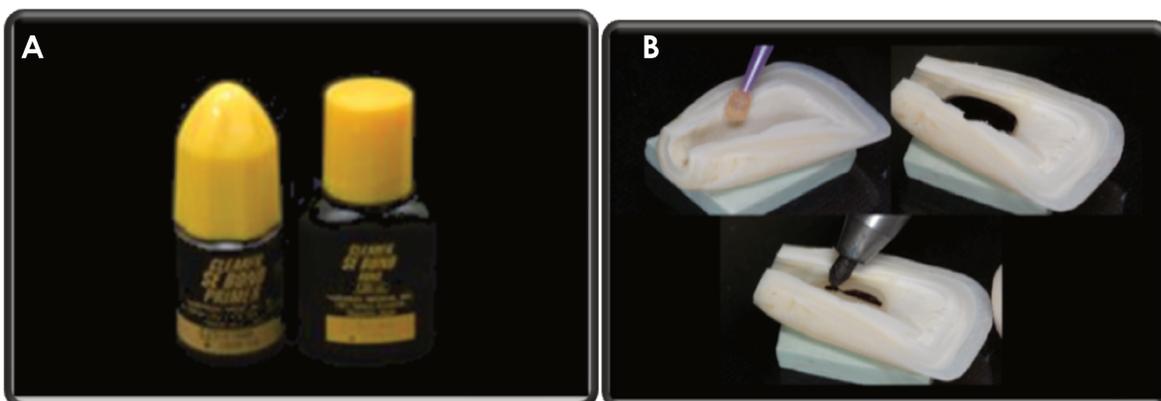
**Fig.11** Sequência de aplicação do sistema adesivo Clearfil Tri-S (CT): Aplicação do adesivo na superfície seca por 20 s; aplicação de um suave jato de ar (5s); e fotoativação por 10 s e One Up Bond F Plus (OU): Mistura de 1 gota dos frascos A e B e aplicação com ligeira agitação (10s) seguida de fotoativação por 10 s.

Em seguida, inseriu-se a resina composta TPH3 com o auxílio de uma matriz de silicone confeccionada com as dimensões do bloco de compósito, ou seja, 4 mm de largura, 6 mm de comprimento e 4 mm de altura. A resina foi inserida em 2 incrementos de aproximadamente 2 mm de espessura e o volume de resina de cada incremento foi padronizado em um medidor plástico de resina tipo casulo. Cada incremento foi fotopolimerizado por 40 segundos, constituindo um bloco de compósito de 4 mm de altura (Fig. 12).



**Fig. 12** A - Padronização da quantidade de resina para o 1º incremento (2 mm) B – Inserção e polimerização do 1º incremento de resina na matriz de silicone. C - Inserção e polimerização do 2º incremento de resina.

Para garantir a formação de paralelepípedos em tamanhos adequados na superfície oposta da parte mais profunda da dentina, foi aplicado o sistema adesivo Clearfil SE, seguindo as orientações do fabricante e sobre a camada de adesivo foi inserido e fotoativado um incremento de 2 mm de resina composta TPH3 pigmentada com caneta permanente para diferenciar-se da interface adesiva que seria submetida ao teste.(Fig. 13).

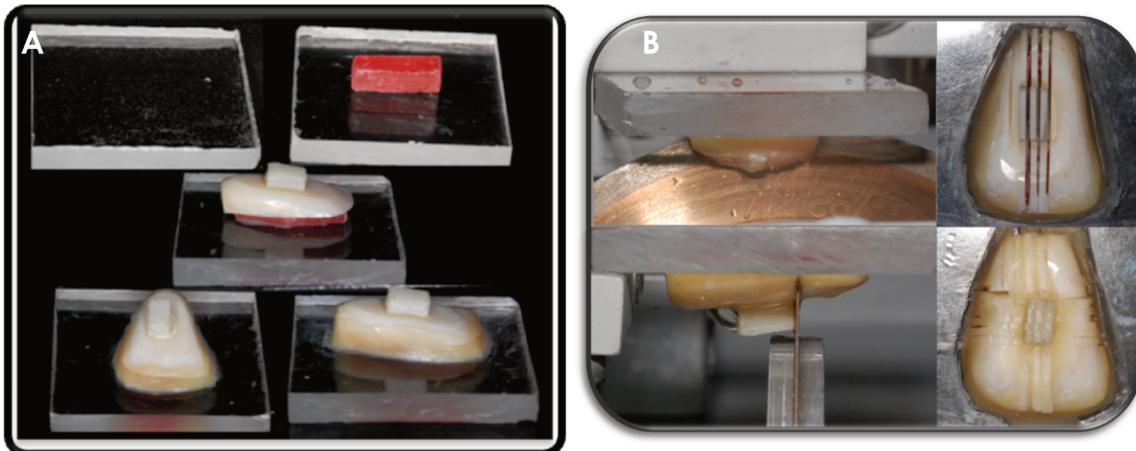


**Fig. 13** – A – Sistema adesivo Clearfil SE Bond/Kuraray para aplicação na face lingual B - Restauração da face lingual oposta identificada com caneta.

Finalizado o procedimento, os dentes foram armazenados em potes plásticos identificados com algodão embebido em água destilada deionizada (umidade relativa) e levados a estufa a 37° C por 24 horas.

#### 4 - Preparo dos espécimes para o ensaio de microtração

As coroas foram individualmente fixadas com cera pegajosa (KOTA Ind. E Com. LTDA, São Paulo, SP, Brasil) em placas de acrílico para serem adaptados à cortadeira metalográfica de precisão (Isomet 1000, Buehler, LakeBluff, IL, Estados Unidos) e realização dos cortes seriados do bloco (Fig.14 A). Em seguida, foram realizados 7 cortes seriados nas amostras a partir da resina composta com distância de 1,2 mm entre os cortes, nos sentidos méso-distal e incisivo-gengival com espessuras de aproximadamente 0,9 mm<sup>2</sup>, através de um disco com alta concentração de diamante (ExtexCorp., Enfield, CT, Estados Unidos), girando em média velocidade sob irrigação constante com água destilada/deionizada (Fig. 14 B).

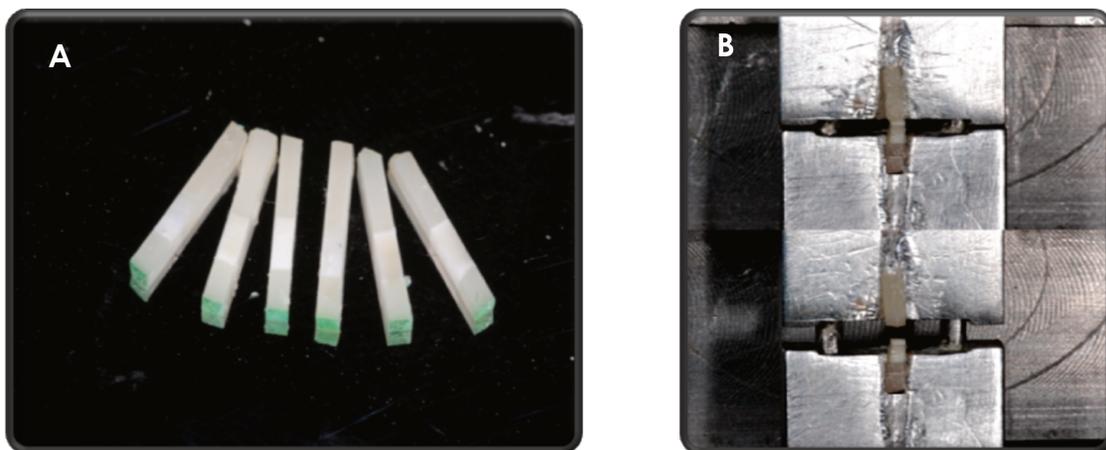


**Fig. 14** A – Fixação e paralelismo dos dentes em placas acrílicas com cera. B – Cortes seriados em cortadeira metalográfica no sentido incisivo-gengival e méso-distal.

Decorrido este processo, as coroas foram removidas da cortadeira de precisão e da placa acrílica para a separação das amostras constituídas de resina/dente na forma de um paralelepípedo (palitos), sendo que para cada dente foram obtidos uma média de 7 a 8 palitos. As amostras foram armazenadas em algodão embebido em água destilada deionizada (umidade relativa) por 24 horas a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ .

## 5 - Ensaio de microtração

Com o auxílio de uma cola a base de cianoacrilato, os palitos foram fixados pelas suas extremidades, nos *grips* do dispositivo de microtração (Dispositivo Odeme Equipamentos Médicos e Odontológicos), acoplado à máquina universal de ensaio (Emic). O ensaio foi conduzido na velocidade de 0,5 mm/min até a ruptura da união (Fig. 15 A e B) e os valores de resistência adesiva foram obtidos em Kgf.



**Fig. 15** A - Palitos confeccionados B -Ensaio de Microtração

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

$$R = \frac{\text{Força (kgf)} \times 0,098}{\text{Área (cm}^2\text{)}}$$

Os dados obtidos foram tabulados e submetidos à análise estatística Análise de Variância e teste Tukey.

## **6 - Avaliação da qualidade da hibridização dos sistemas adesivos**

Para a realização da nanoinfiltração foram utilizados 3 dentes (n=3) e as amostras foram confeccionadas de maneira similar a obtenção de amostras para o ensaio de microtração. Para a infiltração da solução traçadora de prata, 10 gramas de cristais de nitrato de prata foram dissolvidos em 10 ml de água deionizada, obtendo-se a solução de nitrato de prata. Em seguida, foram dispensadas gotas de hidróxido de amônio a 28% (Sigma-Aldrich) até o escurecimento da solução, seguido de mudança de cor para transparente novamente, obtendo-se assim uma solução de nitrato de prata amoniacal 50% ( $\text{AgNO}_3 \text{ NH}_4$ ). Após o preparo da solução, as amostras permaneceram submersas por 24 horas a 37°C e, sucessivamente, foram lavadas em água destilada por 2 minutos para serem submersas em uma solução reveladora (Kodak – Revelador D-76 – Kodak Brasileira, Ind. E com. Ltda, São José dos Campos, SP, Brasil) por 8

horas e expostas a iluminação fluorescente direta através de uma luminária e indireta através da iluminação do ambiente.

Em seguida, as amostras foram processadas para a visualização em Microscópio Eletrônico de Varredura dos espaços nanométricos no interior da camada híbrida. Assim realizou-se a inclusão das amostras em resina de poliestireno. Após a inclusão das amostras, elas foram desgastadas, sequencialmente, com lixas SiC 600, 1200 e 2000 em politriz metalográfica (Erios PL02 E; Figura 16 A e B). Depois de desgastadas, as mesmas foram devidamente polidas com discos de feltro e pasta diamantada em granulação decrescente (3,1 e 0,25  $\mu\text{m}$ ). Entre cada granulação de lixa e de pasta, as amostras foram imersas em água destilada e colocadas em ultra-som (Ultrasound Ultrason 1440 D – Odontobrás Ind. E Com. Med. Odont. Ltda, Rio Preto, SP, Brasil) por 10 min para remoção de detritos.



**Fig.16** Utilização da politriz com o braço para a padronização do polimento das amostras.

Posteriormente as amostras foram secadas com papel absorvente e iniciou-se os procedimentos de desmineralização para remoção da matriz

inorgânica dentinária e desproteíntização para posterior observação em MEV do grau de infiltração do nitrato de prata na interface adesivo/substrato. Para a desmineralização, aplicou-se solução de ácido fosfórico a 85% por 30 segundos, seguida de lavagem em água destilada. E para a desproteíntização, utilizou-se solução de hipoclorito de sódio a 10% por 10 minutos. Após esse tempo lavou-se as amostras e deixou-se secar a temperatura ambiente. Posteriormente as amostras foram desidratadas em álcool etílico absoluto em concentrações crescentes (25%, 50%, 75%, 90% e 100%) por 10 minutos em cada concentração. Finalizado o processamento das amostras, elas foram cobertas com carbono (Bal-Tec- SCD 050- Sputter Coater) para serem observadas em MEV (JEOL JSM – 5600L V), operando em alto vácuo numa potência de 20 KV, no qual foram obtidos imagens em elétrons retroespalhados. As imagens das amostras infiltradas com nitrato de prata amoniacal foram gravadas e, para calcular a área infiltrada, foi utilizado o software de computador Image J., no qual foi possível comparar a infiltração de prata para os três sistemas adesivos nas diferentes distâncias da fonte de luz do aparelho de luz halógena. Os dados foram tabulados e submetidos à análise estatística.

## Apêndice 2

### Resultados Dados Microtração

<b>DISTÂNCIA</b>	<b>ADESIVO</b>	<b>SUBSTRATO</b>	<b>MPa</b>
0,5 mm	CP	ESMALTE	25.35
0,5 mm	CP	ESMALTE	46.19
0,5 mm	CP	ESMALTE	25.74
0,5 mm	CP	ESMALTE	31.26
0,5 mm	CP	ESMALTE	13
0,5 mm	CP	ESMALTE	36.97
0,5 mm	CP	ESMALTE	44.3
0,5 mm	CP	ESMALTE	41.68
0,5 mm	CT	ESMALTE	29.82
0,5 mm	CT	ESMALTE	18.94
0,5 mm	CT	ESMALTE	17.05
0,5 mm	CT	ESMALTE	30.52
0,5 mm	CT	ESMALTE	31.04
0,5 mm	CT	ESMALTE	29.62
0,5 mm	CT	ESMALTE	28.77
0,5 mm	CT	ESMALTE	28.38
0,5 mm	OU	ESMALTE	26.59
0,5 mm	OU	ESMALTE	32.38
0,5 mm	OU	ESMALTE	18.42
0,5 mm	OU	ESMALTE	17.38
0,5 mm	OU	ESMALTE	36.01
0,5 mm	OU	ESMALTE	24.25
0,5 mm	OU	ESMALTE	18.56
0,5 mm	OU	ESMALTE	28.16
0,5 mm	CP	DENTINA	26.88
0,5 mm	CP	DENTINA	25.07
0,5 mm	CP	DENTINA	21.16
0,5 mm	CP	DENTINA	22.9
0,5 mm	CP	DENTINA	19.04
0,5 mm	CP	DENTINA	17.17
0,5 mm	CP	DENTINA	28.78
0,5 mm	CP	DENTINA	27.47
0,5 mm	CT	DENTINA	18.01
0,5 mm	CT	DENTINA	20.9
0,5 mm	CT	DENTINA	14.19
0,5 mm	CT	DENTINA	20.88

<b>DISTÂNCIA</b>	<b>ADESIVO</b>	<b>SUBSTRATO</b>	<b>MPa</b>
0,5 mm	CT	DENTINA	21.64
0,5 mm	CT	DENTINA	11.83
0,5 mm	CT	DENTINA	18.95
0,5 mm	CT	DENTINA	26.64
0,5 mm	OU	DENTINA	17.38
0,5 mm	OU	DENTINA	7.31
0,5 mm	OU	DENTINA	7.81
0,5 mm	OU	DENTINA	22.86
0,5 mm	OU	DENTINA	12.37
0,5 mm	OU	DENTINA	12.54
0,5 mm	OU	DENTINA	20.18
0,5 mm	OU	DENTINA	12
3 mm	CP	ESMALTE	43.00
3 mm	CP	ESMALTE	37.68
3 mm	CP	ESMALTE	30.17
3 mm	CP	ESMALTE	21.17
3 mm	CP	ESMALTE	23.86
3 mm	CP	ESMALTE	41.21
3 mm	CP	ESMALTE	30.17
3 mm	CP	ESMALTE	30.44
3 mm	CT	ESMALTE	24.24
3 mm	CT	ESMALTE	29.64
3 mm	CT	ESMALTE	25.79
3 mm	CT	ESMALTE	35.85
3 mm	CT	ESMALTE	22.18
3 mm	CT	ESMALTE	19.55
3 mm	CT	ESMALTE	38.85
3 mm	CT	ESMALTE	19.58
3 mm	OU	ESMALTE	21.57
3 mm	OU	ESMALTE	18.9
3 mm	OU	ESMALTE	34.8
3 mm	OU	ESMALTE	30.32
3 mm	OU	ESMALTE	12.84
3 mm	OU	ESMALTE	21.44
3 mm	OU	ESMALTE	23.15
3 mm	OU	ESMALTE	12.53
3 mm	CP	DENTINA	27.35
3 mm	CP	DENTINA	23.19

<b>DISTÂNCIA</b>	<b>ADESIVO</b>	<b>SUBSTRATO</b>	<b>MPa</b>
3 mm	CP	DENTINA	19.71
3 mm	CP	DENTINA	26.08
3 mm	CP	DENTINA	18.8
3 mm	CP	DENTINA	19.12
3 mm	CP	DENTINA	25.31
3 mm	CP	DENTINA	25.67
3 mm	CT	DENTINA	22.21
3 mm	CT	DENTINA	12.55
3 mm	CT	DENTINA	14.19
3 mm	CT	DENTINA	15.42
3 mm	CT	DENTINA	8.67
3 mm	CT	DENTINA	11.33
3 mm	CT	DENTINA	18.65
3 mm	CT	DENTINA	35.44
3 mm	OU	DENTINA	13.23
3 mm	OU	DENTINA	19.05
3 mm	OU	DENTINA	17.94
3 mm	OU	DENTINA	19.45
3 mm	OU	DENTINA	13.33
3 mm	OU	DENTINA	12.46
3 mm	OU	DENTINA	32.38
3 mm	OU	DENTINA	30.56
6 mm	CP	ESMALTE	24.59
6 mm	CP	ESMALTE	23.4
6 mm	CP	ESMALTE	23.4
6 mm	CP	ESMALTE	37.57
6 mm	CP	ESMALTE	46.45
6 mm	CP	ESMALTE	36.88
6 mm	CP	ESMALTE	39.26
6 mm	CP	ESMALTE	26.65
6 mm	CT	ESMALTE	20.63
6 mm	CT	ESMALTE	37.2
6 mm	CT	ESMALTE	21.63
6 mm	CT	ESMALTE	13.52
6 mm	CT	ESMALTE	26.33
6 mm	CT	ESMALTE	20.72
6 mm	CT	ESMALTE	23.58
6 mm	CT	ESMALTE	20.82
6 mm	OU	ESMALTE	24.1

<b>DISTÂNCIA</b>	<b>ADESIVO</b>	<b>SUBSTRATO</b>	<b>MPa</b>
6 mm	OU	ESMALTE	26.02
6 mm	OU	ESMALTE	27.29
6 mm	OU	ESMALTE	26.09
6 mm	OU	ESMALTE	23.36
6 mm	OU	ESMALTE	15.68
6 mm	OU	ESMALTE	22.54
6 mm	OU	ESMALTE	8.78
6 mm	CP	DENTINA	22.13
6 mm	CP	DENTINA	25.24
6 mm	CP	DENTINA	21.98
6 mm	CP	DENTINA	17.95
6 mm	CP	DENTINA	28.67
6 mm	CP	DENTINA	24.06
6 mm	CP	DENTINA	15.56
6 mm	CP	DENTINA	29.45
6 mm	CT	DENTINA	20.98
6 mm	CT	DENTINA	10.67
6 mm	CT	DENTINA	14.15
6 mm	CT	DENTINA	15.42
6 mm	CT	DENTINA	10.4
6 mm	CT	DENTINA	18.36
6 mm	CT	DENTINA	9.2
6 mm	CT	DENTINA	18.89
6 mm	OU	DENTINA	13.68
6 mm	OU	DENTINA	13.36
6 mm	OU	DENTINA	16.29
6 mm	OU	DENTINA	7.61
6 mm	OU	DENTINA	16.81
6 mm	OU	DENTINA	10.36
6 mm	OU	DENTINA	15.03
6 mm	OU	DENTINA	18.34

**APÊNDICE 3 - Resultados Dados Nano infiltração**

<b>DISTÂNCIA</b>	<b>ADESIVO</b>	<b>SUBSTRATO</b>	<b>% NANOINFILTRAÇÃO</b>
0,5 mm	CP	ESMALTE	18.10
0,5 mm	CP	ESMALTE	0.86
0,5 mm	CP	ESMALTE	0.00
0,5 mm	CP	ESMALTE	4.87
0,5 mm	CP	ESMALTE	9.01
0,5 mm	CP	ESMALTE	6.70
0,5 mm	CP	ESMALTE	8.74
0,5 mm	CP	ESMALTE	8.31
0,5 mm	CP	ESMALTE	46.94
0,5 mm	CP	ESMALTE	15.67
0,5 mm	CP	ESMALTE	10.33
0,5 mm	CP	ESMALTE	6.44
0,5 mm	CP	ESMALTE	3.29
0,5 mm	CP	ESMALTE	8.74
0,5 mm	CT	ESMALTE	8.05
0,5 mm	CT	ESMALTE	11.38
0,5 mm	CT	ESMALTE	7.81
0,5 mm	CT	ESMALTE	14.05
0,5 mm	CT	ESMALTE	7.15
0,5 mm	CT	ESMALTE	11.14
0,5 mm	CT	ESMALTE	12.31
0,5 mm	CT	ESMALTE	18.80
0,5 mm	CT	ESMALTE	0.00
0,5 mm	CT	ESMALTE	9.68
0,5 mm	CT	ESMALTE	15.31
0,5 mm	OU	ESMALTE	4.59
0,5 mm	OU	ESMALTE	42.23
0,5 mm	OU	ESMALTE	15.43
0,5 mm	OU	ESMALTE	5.68
0,5 mm	OU	ESMALTE	42.23
0,5 mm	OU	ESMALTE	7.57
0,5 mm	OU	ESMALTE	50.26
0,5 mm	OU	ESMALTE	51.87
0,5 mm	OU	ESMALTE	42.73
0,5 mm	OU	ESMALTE	32.06
0,5 mm	CP	DENTINA	15.88
0,5 mm	CP	DENTINA	29.23
0,5 mm	CP	DENTINA	38.00
0,5 mm	CP	DENTINA	18.3
0,5 mm	CP	DENTINA	72.14
0,5 mm	CP	DENTINA	19.02
0,5 mm	CP	DENTINA	69.79

<b>DISTÂNCIA</b>	<b>ADESIVO</b>	<b>SUBSTRATO</b>	<b>% NANOFILTRAÇÃO</b>
0,5 mm	CP	DENTINA	20.39
0,5 mm	CP	DENTINA	23.99
0,5 mm	CP	DENTINA	42.98
0,5 mm	CT	DENTINA	7.40
0,5 mm	CT	DENTINA	2.15
0,5 mm	CT	DENTINA	5.12
0,5 mm	CT	DENTINA	73.26
0,5 mm	CT	DENTINA	69.30
0,5 mm	CT	DENTINA	66.16
0,5 mm	CT	DENTINA	52.49
0,5 mm	CT	DENTINA	42.26
0,5 mm	CT	DENTINA	71.36
0,5 mm	CT	DENTINA	49.36
0,5 mm	CT	DENTINA	33.13
0,5 mm	OU	DENTINA	61.99
0,5 mm	OU	DENTINA	94.73
0,5 mm	OU	DENTINA	59.24
0,5 mm	OU	DENTINA	82.69
0,5 mm	OU	DENTINA	94.15
0,5 mm	OU	DENTINA	75.61
0,5 mm	OU	DENTINA	83.52
0,5 mm	OU	DENTINA	73.01
0,5 mm	OU	DENTINA	67.47
0,5 mm	OU	DENTINA	67.11
3 mm	CP	ESMALTE	1.47
3 mm	CP	ESMALTE	7.49
3 mm	CP	ESMALTE	2.45
3 mm	CP	ESMALTE	10.14
3 mm	CP	ESMALTE	30.80
3 mm	CP	ESMALTE	14.38
3 mm	CP	ESMALTE	10.47
3 mm	CP	ESMALTE	31.19
3 mm	CP	ESMALTE	15.40
3 mm	CP	ESMALTE	8.91
3 mm	CP	ESMALTE	11.83
3 mm	CT	ESMALTE	0.00
3 mm	CT	ESMALTE	7.17
3 mm	CT	ESMALTE	3.46
3 mm	CT	ESMALTE	11.46
3 mm	CT	ESMALTE	2.04
3 mm	CT	ESMALTE	6.39
3 mm	CT	ESMALTE	34.89
3 mm	CT	ESMALTE	8.73

<b>DISTÂNCIA</b>	<b>ADESIVO</b>	<b>SUBSTRATO</b>	<b>% NANOINFILTRAÇÃO</b>
3 mm	CT	ESMALTE	24.76
3 mm	CT	ESMALTE	1.33
3 mm	OU	ESMALTE	10.79
3 mm	OU	ESMALTE	44.07
3 mm	OU	ESMALTE	4.28
3 mm	OU	ESMALTE	2.24
3 mm	OU	ESMALTE	8.93
3 mm	OU	ESMALTE	15.43
3 mm	OU	ESMALTE	12.46
3 mm	OU	ESMALTE	48.63
3 mm	OU	ESMALTE	50.68
3 mm	OU	ESMALTE	44.13
3 mm	OU	ESMALTE	39.28
3 mm	OU	ESMALTE	26.44
3 mm	CP	DENTINA	0.00
3 mm	CP	DENTINA	5.34
3 mm	CP	DENTINA	37.77
3 mm	CP	DENTINA	30.43
3 mm	CP	DENTINA	11.69
3 mm	CP	DENTINA	44.79
3 mm	CP	DENTINA	46.49
3 mm	CP	DENTINA	38.37
3 mm	CP	DENTINA	34.94
3 mm	CT	DENTINA	22.98
3 mm	CT	DENTINA	3.46
3 mm	CT	DENTINA	2.96
3 mm	CT	DENTINA	58.98
3 mm	CT	DENTINA	18.66
3 mm	CT	DENTINA	45.82
3 mm	CT	DENTINA	31.69
3 mm	OU	DENTINA	76.62
3 mm	OU	DENTINA	7.11
3 mm	OU	DENTINA	47.96
3 mm	OU	DENTINA	64.74
3 mm	OU	DENTINA	67.47
3 mm	OU	DENTINA	68.17
3 mm	OU	DENTINA	48.25
3 mm	OU	DENTINA	35.16
3 mm	OU	DENTINA	79.55
6 mm	CP	ESMALTE	14.10
6 mm	CP	ESMALTE	2.07
6 mm	CP	ESMALTE	4.30
6 mm	CP	ESMALTE	6.31
6 mm	CP	ESMALTE	46.42
6 mm	CP	ESMALTE	13.27

<b>DISTÂNCIA</b>	<b>ADESIVO</b>	<b>SUBSTRATO</b>	<b>% NANOINFILTRAÇÃO</b>
6 mm	CP	ESMALTE	9.69
6 mm	CP	ESMALTE	2.92
6 mm	CP	ESMALTE	2.95
6 mm	CP	ESMALTE	13.84
6 mm	CP	ESMALTE	21.48
6 mm	CP	ESMALTE	39.82
6 mm	CT	ESMALTE	39.19
6 mm	CT	ESMALTE	1.66
6 mm	CT	ESMALTE	5.40
6 mm	CT	ESMALTE	25.18
6 mm	CT	ESMALTE	7.74
6 mm	CT	ESMALTE	27.37
6 mm	CT	ESMALTE	40.14
6 mm	CT	ESMALTE	25.72
6 mm	CT	ESMALTE	27.95
6 mm	OU	ESMALTE	50.75
6 mm	OU	ESMALTE	35.08
6 mm	OU	ESMALTE	36.82
6 mm	OU	ESMALTE	17.31
6 mm	OU	ESMALTE	36.94
6 mm	OU	ESMALTE	20.67
6 mm	OU	ESMALTE	48.70
6 mm	OU	ESMALTE	43.46
6 mm	OU	ESMALTE	13.28
6 mm	OU	ESMALTE	28.49
6 mm	OU	ESMALTE	42.26
6 mm	OU	ESMALTE	38.90
6 mm	CP	DENTINA	4.31
6 mm	CP	DENTINA	6.07
6 mm	CP	DENTINA	16.13
6 mm	CP	DENTINA	49.11
6 mm	CP	DENTINA	37.82
6 mm	CP	DENTINA	46.76
6 mm	CP	DENTINA	24.67
6 mm	CT	DENTINA	15.26
6 mm	CT	DENTINA	9.75
6 mm	CT	DENTINA	8.81
6 mm	CT	DENTINA	22.74
6 mm	CT	DENTINA	58.73
6 mm	CT	DENTINA	45.98
6 mm	CT	DENTINA	1.56
6 mm	CT	DENTINA	57.19
6 mm	CT	DENTINA	57.24

<b>DISTÂNCIA</b>	<b>ADESIVO</b>	<b>SUBSTRATO</b>	<b>% NANOFILTRAÇÃO</b>
6 mm	OU	DENTINA	27.92
6 mm	OU	DENTINA	86.94
6 mm	OU	DENTINA	41.93
6 mm	OU	DENTINA	42.59
6 mm	OU	DENTINA	71.05
6 mm	OU	DENTINA	64.61
6 mm	OU	DENTINA	98.68
6 mm	OU	DENTINA	97.82
6 mm	OU	DENTINA	67.04
6 mm	OU	DENTINA	89.75
6 mm	OU	DENTINA	25.75

**ANEXO 1 - Análise estatística realizada para avaliação dos dados obtidos no Teste de Microtração**

The GLM Procedure

Class Level Information

Class	Levels	Values
DISTANCIA	3	3mm 6mm 0,5mm
ADESIVO	3	CP CT OU
SUBSTRATO	2	DENTINA ESMALTE

Number of Observations Read 144  
 Number of Observations Used 144

Dependent Variable: Mpa

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	17	4779.96216	281.17424	6.22	<.0001
Error	126	5695.95050	45.20596		
Corrected Total	143	10475.91266			

R-Square 0.456281  
 Coeff Var 29.37076  
 Root MSE 6.723537  
 Mpa Mean 22.89194

The GLM Procedure

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
DISTANCIA	2	143.483706	71.741853	1.59	0.2086
ADESIVO	2	1889.748018	944.874009	20.90	<.0001
DISTANCIA*ADESIVO	4	81.543444	20.3858	0.45	0.7715
SUBSTRATO	1	2459.829344	2459.829344	54.41	<.0001
DISTANCIA*SUBSTRATO	2	37.362572	18.681286	0.41	0.6624
ADESIVO*SUBSTRATO	2	30.299693	15.149847	0.34	0.7159
DISTAN*ADESIV*SUBSTR	4	137.695378	34.423844	0.76	0.5522

*Influência da distância da ativação dos sistemas adesivos autocondicionantes  
na resistência de união e qualidade da hibridização em dentina e esmalte*

---

The GLM Procedure

Level of -----Mpa-----

DISTANCIA	N	Mean	Std Dev
3	48	23.5629167	8.45350914
6	48	21.4808333	8.41283665
0,5	48	23.6320833	8.80915867

Level of -----Mpa-----

ADESIVO	N	Mean	Std Dev
CFILPB	48	27.8985417	8.35714575
CFILT	48	21.3295833	7.59820834
ONEUP	48	19.4477083	7.42359070

Level of -----Mpa-----

SUBSTRATO	N	Mean	Std Dev
DENTINA	48	18.7588889	6.37875558
ESMALTE	48	27.0250000	8.49788557

The GLM Procedure

Tukey's Studentized Range (HSD) Test for Mpa

NOTE: This test controls the Type I experiment wise error rate, but it generally has a higher Type II error rate than REGWQ.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	126
Error Mean Square	45.20596
Critical Value of Studentized Range	3.35418
Minimum Significant Difference	3.2551

Means with the same letter are not significantly different.

Tukey Grouping	Mean	N	DISTANCIA
A	23.632	48	0,5
A	23.563	48	3
A	21.481	48	6

The GLM Procedure

Tukey's Studentized Range (HSD) Test for Mpa

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate, but it generally has a higher Type II error rate than REGWQ.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	126
Error Mean Square	45.20596
Critical Value of Studentized Range	3.35418
Minimum Significant Difference	3.2551

Means with the same letter are not significantly different

Tukey Grouping	Mean	N	ADESIVO
A	27.899	48	CFILPB
B	21.330	48	CFILT
B	19.448	48	ONEUP

The GLM Procedure

Tukey's Studentized Range (HSD) Test for Mpa

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate, but it generally has a higher Type II error rate than REGWQ.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	126
Error Mean Square	45.20596
Critical Value of Studentized Range	2.79869
Minimum Significant Difference	2.2176

Means with the same letter are not significantly different.

Tukey Grouping	Mean	N	SUBSTRATO
A	27.025	72	ESMALTE
B	18.759	72	DENTINA

*Influência da distância da ativação dos sistemas adesivos autocondicionantes  
na resistência de união e qualidade da hibridização em dentina e esmalte*

The GLM Procedure  
Least Squares Means  
Adjustment for Multiple Comparisons: Tukey

DISTANCIA	ADESIVO	SUBSTRATO	Mpa LSMEAN	Number
3	CFILPB	DENTINA	23.1537500	1
3	CFILPB	ESMALTE	32.2125000	2
3	CFILT	DENTINA	17.3075000	3
3	CFILT	ESMALTE	26.9600000	4
3	ONEUP	DENTINA	19.8000000	5
3	ONEUP	ESMALTE	21.9437500	6
6	CFILPB	DENTINA	23.1300000	7
6	CFILPB	ESMALTE	32.2750000	8
6	CFILT	DENTINA	14.7587500	9
6	CFILT	ESMALTE	23.0537500	10
6	ONEUP	DENTINA	13.9350000	11
6	ONEUP	ESMALTE	21.7325000	12
0,5	CFILPB	DENTINA	23.5587500	13
0,5	CFILPB	ESMALTE	33.0612500	14
0,5	CFILT	DENTINA	19.1300000	15
0,5	CFILT	ESMALTE	26.7675000	16
0,5	ONEUP	DENTINA	14.0562500	17
0,5	ONEUP	ESMALTE	25.2187500	18

The GLM Procedure  
Least Squares Means  
Adjustment for Multiple Comparisons: Tukey  
Least Squares Means for effect DISTAN\*ADESIV\*SUBSTR  
Pr > |t| for H0: LSMean(i)=LSMean(j)

Dependent Variable: Mpa

ij	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1		0.3952	0.9549	0.9996	0.9999	1.0000	1.0000	0.3826	0.5370
2	0.3952		0.0025	0.9836	0.0337	0.1914	0.3904	1.0000	0.0001
3	0.9549	0.0025		0.2841	1.0000	0.9957	0.9565	0.0024	1.0000
4	0.9996	0.9836	0.2841		0.7936	0.9898	0.9996	0.9815	0.0409
5	0.9999	0.0337	1.0000	0.7936		1.0000	0.9999	0.0318	0.9892
6	1.0000	0.1914	0.9957	0.9898	1.0000		1.0000	0.1834	0.7891
7	1.0000	0.3904	0.9565	0.9996	0.9999	1.0000		0.3779	0.5423
8	0.3826	1.0000	0.0024	0.9815	0.0318	0.1834	0.3779		0.0001
9	0.5370	0.0001	1.0000	0.0409	0.9892	0.7891	0.5423	0.0001	
10	1.0000	0.3752	0.9613	0.9995	1.0000	1.0000	1.0000	0.3629	0.5591
11	0.3634	<.0001	0.9999	0.0188	0.9536	0.6222	0.3681	<.0001	1.0000
12	1.0000	0.1653	0.9975	0.9843	1.0000	1.0000	1.0000	0.1580	0.8253
13	1.0000	0.4803	0.9209	0.9999	0.9997	1.0000	1.0000	0.4668	0.4489
14	0.2428	1.0000	0.0010	0.9351	0.0148	0.1025	0.2392	1.0000	<.0001
15	0.9992	0.0177	1.0000	0.6609	1.0000	1.0000	0.9993	0.0167	0.9978
16	0.9998	0.9766	0.3180	1.0000	0.8264	0.9933	0.9998	0.9739	0.0486
17	0.3874	<.0001	1.0000	0.0211	0.9615	0.6485	0.3922	<.0001	1.0000
18	1.0000	0.8221	0.6434	1.0000	0.9777	0.9999	1.0000	0.8116	0.1676

i/j	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	1.0000	0.3634	1.0000	1.0000	0.2428	0.9992	0.9998	0.3874	1.0000
2	0.3752	<.0001	0.1653	0.4803	1.0000	0.0177	0.9766	<.0001	0.8221
3	0.9613	0.9999	0.9975	0.9209	0.0010	1.0000	0.3180	1.0000	0.6434
4	0.9995	0.0188	0.9843	0.9999	0.9351	0.6609	1.0000	0.0211	1.0000
5	1.0000	0.9536	1.0000	0.9997	0.0148	1.0000	0.8264	0.9615	0.9777
6	1.0000	0.6222	1.0000	1.0000	0.1025	1.0000	0.9933	0.6485	0.9999
7	1.0000	0.3681	1.0000	1.0000	0.2392	0.9993	0.9998	0.3922	1.0000
8	0.3629	<.0001	0.1580	0.4668	1.0000	0.0167	0.9739	<.0001	0.8116
9	0.5591	1.0000	0.8253	0.4489	<.0001	0.9978	0.0486	1.0000	0.1676
10		0.3831	1.0000	1.0000	0.2277	0.9994	0.9997	0.4077	1.0000
11	0.3831		0.6678	0.2890	<.0001	0.9853	0.0226	1.0000	0.0898
12	1.0000	0.6678		1.0000	0.0866	1.0000	0.9894	0.6933	0.9999
13	1.0000	0.2890	1.0000		0.3103	0.9974	1.0000	0.3103	1.0000
14	0.2277	<.0001	0.0866	0.3103		0.0074	0.9166	<.0001	0.6582
15	0.9994	0.9853	1.0000	0.9974	0.0074		0.7014	0.9885	0.9362
16	0.9997	0.0226	0.9894	1.0000	0.9166	0.7014		0.0254	1.0000
17	0.4077	1.0000	0.6933	0.3103	<.0001	0.9885	0.0254		0.0989
18	1.0000	0.0898	0.9999	1.0000	0.6582	0.9362	1.0000	0.0989	

The GLM Procedure  
Least Squares Means

DISTAN\*ADESIV\*SUBSTR Effect Sliced by ADESIVO for Mpa

ADESIVO	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
CFILPB	5	1028.024085	205.604817	4.55	0.0008
CFILT	5	1027.491617	205.498323	4.55	0.0008
ONEUP	5	834.698435	166.939687	3.69	0.0037

The GLM Procedure  
Least Squares Means

DISTAN\*ADESIV\*SUBSTR Effect Sliced by SUBSTRATO for Mpa

SUBSTRATO	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
DENTINA	8	1009.392611	126.174076	2.79	0.0071
ESMALTE	8	1310.740200	163.842525	3.62	0.0008

The GLM Procedure  
Least Squares Means

DISTAN\*ADESIV\*SUBSTR Effect Sliced by DISTANCIA for Mpa

DISTANCIA	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
3	5	1139.474917	227.894983	5.04	0.0003
6	5	1791.177542	358.235508	7.92	<.0001
0,5	5	1705.825992	341.165198	7.55	<.0001

## ANEXO 2 - Análise estatística realizada para avaliação dos dados obtidos no Teste de Nanoinfiltração

The GLM Procedure

Class Level Information

Class	Levels	Values
DISTANCIA	3	3mm 6mm O,5mm
ADESIVO	3	CP CT OU
SUBSTRATO	2	DENTINA ESMALTE

Number of Observations Read	184
Number of Observations Used	184

The GLM Procedure

Dependent Variable: NANOINF

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr
Model	17	62809.9400	3694.70	11.61	<.0001
Error	166	52835.7733	318.2878		
Corrected Total	183	115645.7133			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	NANOINF Mean
0.543124	58.75064	17.84062	30.36668

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
DISTANCIA	2	1937.02687	968.51343	3.04	0.0504
ADESIVO	2	25888.76975	12944.38487	40.67	<.0001
DISTANCIA*ADESIVO	4	707.59254	176.89814	0.56	0.6951
SUBSTRATO	1	25311.15089	25311.15089	79.52	<.0001
DISTANCIA*SUBSTRATO	2	2704.63162	1352.31581	4.25	0.0159
ADESIVO*SUBSTRATO	2	3174.62989	1587.31495	4.99	0.0079
DISTAN*ADESIV*SUBSTR	4	231.77475	57.94369	0.18	0.9475

The GLM Procedure

Level of	-----NANOINF-----		
DISTANCIA	N	Mean	Std Dev
3mm	58	25.5434483	21.8472538
6mm	60	32.7731667	24.7026299
O,5mm	66	32.4175758	27.8628870

*Influência da distância da ativação dos sistemas adesivos autocondicionantes na resistência de união e qualidade da hibridização em dentina e esmalte*

Level of		-----NANOINF-----	
ADESIVO	N	Mean	Std Dev
CP	63	19.9065079	17.3382286
CT	57	23.6852632	21.5522118
OU	64	46.6140625	26.6260067

Level of		-----NANOINF-----	
SUBSTRATO	N	Mean	Std Dev
DENTINA	83	44.4197590	27.3416681
ESMALTE	101	18.8181188	15.6471560

The GLM Procedure

Tukey's Studentized Range (HSD) Test for NANOINF

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate, but it generally has a higher Type II error rate than REGWQ.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	166
Error Mean Square	318.2878
Critical Value of Studentized Range	3.34457
Minimum Significant Difference	7.6305
Harmonic Mean of Cell Sizes	61.15016

NOTE: Cell sizes are not equal.

Means with the same letter are not significantly different.

Tukey Grouping	Mean	N	DISTANCIA
A	32.773	60	6mm
A	32.418	66	O, 5mm
A	25.543	58	3mm

The GLM Procedure

Tukey's Studentized Range (HSD) Test for NANOINF

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate, but it generally has a higher Type II error rate than REGWQ.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	166
Error Mean Square	318.2878
Critical Value of Studentized Range	3.34457
Minimum Significant Difference	7.6291
Harmonic Mean of Cell Sizes	61.17221

NOTE: Cell sizes are not equal.  
Means with the same letter are not significantly different.

Tukey Grouping	Mean	N	ADESIVO
A	46.614	64	OU
B	23.685	57	CT
B	19.907	63	CP

The GLM Procedure

Tukey's Studentized Range (HSD) Test for NANOINF

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate, but it generally has a higher Type II error rate than REGWQ.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	166
Error Mean Square	318.2878
Critical Value of Studentized Range	2.79216
Minimum Significant Difference	5.2185
Harmonic Mean of Cell Sizes	91.11957

NOTE: Cell sizes are not equal.

Means with the same letter are not significantly different.

Tukey Grouping	Mean	N	SUBSTRATO
A	44.420	83	DENTINA
B	18.818	101	ESMALTE

*Influência da distância da ativação dos sistemas adesivos autocondicionantes na resistência de união e qualidade da hibridização em dentina e esmalte*

The GLM Procedure

Level of	Level of	-----NANOINF-----		
DISTANCIA	SUBSTRATO	N	Mean	Std Dev
3mm	DENTINA	25	37.1760000	23.9884556
3mm	ESMALTE	33	16.7309091	15.2580142
6mm	DENTINA	27	43.5633333	29.3522729
6mm	ESMALTE	33	23.9448485	15.6993034
O, 5mm	DENTINA	31	51.0074194	27.3327648
O, 5mm	ESMALTE	35	15.9522857	15.1928550

The GLM Procedure  
Least Squares Means  
Adjustment for Multiple Comparisons: Tukey-Kramer

		NANOINF	LSMEAN	Number
DISTANCIA	SUBSTRATO	LSMEAN		
3mm	DENTINA	36.3751323		1
3mm	ESMALTE	16.2584747		2
6mm	DENTINA	40.7110101		3
6mm	ESMALTE	23.8045370		4
O, 5mm	DENTINA	51.2773939		5
O, 5mm	ESMALTE	16.8509307		6

Least Squares Means for effect DISTANCIA\*SUBSTRATO

Pr > |t| for H0: LSMean(i)=LSMean(j)

Dependent Variable: NANOINF

i/j	1	2	3	4	5	6
1		0.0005	0.9542	0.0943	0.0276	0.0008
2	0.0005		<.0001	0.5286	<.0001	1.0000
3	0.9542	<.0001		0.0055	0.2305	<.0001
4	0.0943	0.5286	0.0055		<.0001	0.6056
5	0.0276	<.0001	0.2305	<.0001		<.0001
6	0.0008	1.0000	<.0001	0.6056	<.0001	

The GLM Procedure  
Least Squares Means  
DISTANCIA\*SUBSTRATO Effect Sliced by DISTANCIA for NANOINF

DISTANCIA	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
3mm	1	5696.848209	5696.848209	17.90	<.0 001
6mm	1	4131.435508	4131.435508	12.98	0.0004
O, 5mm	1	19280	19280	60.57	<.0001

The GLM Procedure  
Least Squares Means

DISTANCIA\*SUBSTRATO Effect Sliced by SUBSTRATO for NANOINF

SUBSTRATO	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
DENTINA	2	3325.021055	1662.510527	5.22	0.0063
ESMALTE	2	1152.362646	576.181323	1.81	0.1668

The GLM Procedure

Level of ADESIVO	Level of SUBSTRATO	N	Mean	Std Dev
CP	DENTINA	26	30.1696154	18.7897303
CP	ESMALTE	37	12.6945946	11.9590518
CT	DENTINA	27	34.5851852	24.8216178
CT	ESMALTE	30	13.8753333	11.5938187
OU	DENTINA	30	65.6210000	22.8029646
OU	ESMALTE	34	29.8432353	16.6819025

The GLM Procedure  
Least Squares Means  
Adjustment for Multiple Comparisons: Tukey-Kramer

NANOINF	LSMEAN	Number
CP	DENTINA	29.7132593
CP	ESMALTE	12.8248954
CT	DENTINA	33.3597114
CT	ESMALTE	14.2668249
OU	DENTINA	65.2905657
OU	ESMALTE	29.8222222

*Influência da distância da ativação dos sistemas adesivos autocondicionantes na resistência de união e qualidade da hibridização em dentina e esmalte*

Least Squares Means for effect ADESIVO\*SUBSTRATO  
Pr > |t| for H0: LSMean(i)=LSMean(j)

Dependent Variable: NANOINF

i/j	1	2	3	4	5	6
1		0.0044	0.9775	0.0197	<.0001	1.0000
2	0.0044		0.0002	0.9995	<.0001	0.0014
3	0.9775	0.0002		0.0014	<.0001	0.9736
4	0.0197	0.9995	0.0014		<.0001	0.0086
5	<.0001	<.0001	<.0001	<.0001		<.0001
6	1.0000	0.0014	0.9736	0.0086	<.0001	

The GLM Procedure  
Least Squares Means

ADESIVO\*SUBSTRATO Effect Sliced by ADESIVO for NANOINF

ADESIVO	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
CP	1	4280.826366	4280.826366	13.45	0.0003
CT	1	5071.660643	5071.660643	15.93	<.0001
OU	1	19909	19909	62.55	<.0001

The GLM Procedure  
Least Squares Means

ADESIVO\*SUBSTRATO Effect Sliced by SUBSTRATO for

NANOINF

SUBSTRATO	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
DENTINA	2	21651	10826	34.01	<.0001
ESMALTE	2	6017.307320	3008.653660	9.45	0.0001