

SILVIA KENSHIMA

**ASPECTOS DE MICROMORFOLOGIA, RESISTÊNCIA DE UNIÃO E
ADAPTAÇÃO À DENTINA EM FUNÇÃO DO TIPO DE ADESIVO E
DAS CARACTERÍSTICAS DA CAMADA DE ESFREGAÇO**

São Paulo

2005

Silvia Kenshima

Aspectos de micromorfologia, resistência de união e adaptação à dentina em função do tipo de adesivo e das características da camada de esfregaço

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Doutora em Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Leonardo Eloy Rodrigues Filho

São Paulo

2005

FOLHA DE APROVAÇÃO

Kenshima S. Resistência de união à dentina, adaptação da interface e MEV da interação de sistemas autocondicionantes com diferentes graus de acidez com a camada de esfregaço [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

São Paulo, / / 2005

Banca Examinadora

1) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

2) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

3) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

4) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

5) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Dedico esta tese...

Em primeiro lugar ao nosso Pai que está no céu, pois Ele generosamente tem colocado em meu caminho pessoas maravilhosas que são fundamentais para o meu crescimento e motivação constante para superação de todos os obstáculos.

Aos meus pais,

“Quem é mais velho? O pai ou o filho?” - perguntou uma vez o padre José. “Eles têm a mesma idade!” – exclamou em seguida com ar maroto apesar dos 80 e poucos anos. “Porque os pais só se tornaram pais quando os filhos nasceram.” - concluiu logo em seguida. Vocês se lembram disso? A partir de então, passa a existir a família, e eu sei que nossa família sempre foi prioridade número um para os meus pais que a têm cultivado com muito amor e dedicação. Não tenho como agradecer por tudo o que sempre fizeram por mim e pelo exemplo de vida que com certeza sempre trarei comigo. Dedico este trabalho especialmente a vocês porque sei o quanto estão vibrando por mim.

Às minhas irmãzinhas,

Gostaria de dedicar-lhes este trabalho com carinho para que elas sempre acreditem em seu potencial de realizar seus sonhos. Sei que cada uma tem batalhado no seu dia-a-dia com alegria e energia e quero que saibam que sempre poderão contar comigo em tudo.

Só posso agradecer a elas pela amizade e confiança que sempre depositaram em mim.

Dedico esta tese também...

Ao Prof. Leonardo Eloy Rodrigues Filho,

Gostaria de expressar minha profunda admiração e orgulho por ser sua orientada. Você é uma pessoa discreta, com apurado espírito crítico que sempre encontra enfoques diferentes e “materianos” para a interpretação dos trabalhos científicos e vai além da discussão oferecida pelos autores. Ao mesmo tempo, você sempre deu muita importância ao lado humano e demonstra uma sensibilidade rara nos dias de hoje. Você sempre acreditou em mim e seu apoio foi fundamental neste vôo sujeito a tanta turbulência... Obrigada, Léo. E conte sempre comigo também.

Ao Prof. Alessandro Dourado Loguercio,

É impossível encontrar palavras para agradecê-lo... Mas quero que saiba que sou profundamente grata por tudo... Foi uma experiência incrível participar deste Projeto Integrado de Pesquisa sob sua coordenação segura e extremamente eficiente na identificação e no estímulo de habilidades individuais que, combinadas, resultaram num bonito trabalho de equipe. Estamos colhendo os frutos dele com nossas publicações conjuntas que, devo dizer, têm sido momentos de muito aprendizado e realização para mim. Obrigada pelo apoio nos momentos difíceis, pela amizade sincera e pela oportunidade de

aprender tantas coisas com uma pessoa tão dedicada e competente a quem admiro muito.

À Profa. Alessandra Reis,

Gostaria de dedicar-lhe esta tese também com muito carinho. Você participou dela desde o começo e acompanhou cada etapa, ao lado do Prof. Alessandro, com contribuições preciosas especialmente durante a elaboração dos artigos, que só uma pessoa com um apurado senso crítico e conhecimento profundo do tema como você poderia fazer. Além disso, sua energia, entusiasmo e dedicação foram fundamentais para que tudo desse certo. Saiba que pode contar sempre com minha amizade e admiração.

AGRADECIMENTOS

Se este sonho se tornou realidade é porque tive muitas colaborações significativas durante esses anos “materianos” tanto na minha formação acadêmica como no desenvolvimento experimental deste trabalho. Gostaria de expressar minha sincera gratidão a todos que direta ou indiretamente participaram desta tese.

Meus agradecimentos especiais aos professores:

Antônio Muench, você é um grande exemplo para todos nós. Sua vitalidade, disposição e a solicitude com que sempre me ajudou desde o tempo de minha iniciação científica são lições de vida que guardarei com carinho do grande mestre que você é.

Rafael Yagüe Ballester, sua dedicação e paixão pela docência e pesquisa são realmente inspiradores. É incrível como você consegue motivar as pessoas, fazendo-as descobrir nelas mesmas as ferramentas para superar os obstáculos. Obrigada por acreditar em mim e pelo privilégio de poder aprender sempre com uma pessoa que tem um espírito crítico tão aguçado aliado a uma disposição e versatilidade ímpar para realização de projetos com os mais variados temas.

Rosa Helena Miranda Grande, é admirável sua luta incansável pelo aperfeiçoamento do programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários e a

competência com que tem realizado a árdua tarefa de sua coordenação. Sorte nossa poder contar com uma pessoa que tem grande visão e que incentiva o desenvolvimento individual mantendo as metas conjuntas. Tia Rosa, os “puxões de orelha” foram doídos, mas me impulsionaram para realizações muito importantes que foram as publicações efetivadas durante o doutorado. Muito obrigada pelo apoio e pelo voto de confiança!

Carlos Eduardo Francci, gostaria de expressar minha gratidão pela participação importante na realização e interpretação das micrografias desta tese. É difícil para quem começa acertar com o protocolo de preparo de amostras do Prof. Perdigão. Mas, favorecida pelo apoio de sua experiência, pude aprender sem grandes percalços e me maravilhar com os recursos da Microscopia Eletrônica de Varredura.

Fernando Neves Nogueira, a titulação dos *primers* autocondicionantes foi sua principal contribuição para esta tese. Sou muito grata por isso, já que ela trouxe um “toque de bioquímica” e uma originalidade dentro do tema que usualmente se restringe as diferenças de pH. Valeu pela força!

Igor Studart Medeiros, você acompanhou meu “drama” com a metodologia de análise de fendas e propôs uma alternativa que, embora naquele momento, eu não pudesse ter desenvolvido, deixou uma sementinha que depois cresceu e resultou na metodologia de análise por um software (Image Tool) de micrografias da interface

infiltrada com nitrato de prata. Obrigada pela inspiração!
Você nem imagina o quanto me ajudou!

Josete Barbosa Cruz Meira, foi muito bom fazer meu estágio na graduação sob sua coordenação. É admirável a sua organização e empenho no aprimoramento didático do curso. Além disso, só tenho a lhe agradecer pelo apoio dado nos momentos difíceis. Você é uma pessoa super humana que sempre se preocupa com o bem-estar de todos e, com certeza, é responsável por um “calor humano” todo especial que muitas vezes, nós paulistanos esquecemos, como comentam algumas vezes, nossos amigos maranhenses.

Mário Fernando de Goes, tive o privilégio de ter meu primeiro contato com a microscopia eletrônica com você quando estive juntamente com a Prof. Rosa em Piracicaba com algumas amostras do mestrado. Aprendi na ocasião detalhes fundamentais para o preparo de amostras que nunca estão descritos nos artigos, mas que fazem toda a diferença. Obrigada pelo incentivo e por ter disponibilizado o laboratório de MEV para a realização das micrografias desta tese.

Gostaria também de agradecer a todos os demais professores que, embora não tenham sido mencionados individualmente contribuíram de modo importante com minha formação não só pelas informações trocadas como pelo incentivo.

Meus agradecimentos aos grandes colaboradores:

Antonio Carlos Lascala, a sua ajuda foi essencial no desenvolvimento não apenas deste como de todos os trabalhos que fiz no departamento. Obrigada pela amizade e apoio. Sem sombras de dúvida você é um dos grandes responsáveis por fazer as coisas funcionarem literalmente no departamento.

Silvio Peixoto Soares, obrigada por sempre me socorrer quando eu me encenquei com alguma amostra no laboratório ou quando precisei de suportes para as amostras de MEV ou quando algum computador resolvia pregar uns sustos na gente, entre tantas outras eventualidades cotidianas. Com certeza, ao lado do Antônio, você faz tudo funcionar direitinho no departamento, além de ser uma pessoa tão positiva sempre. Valeu!

Douglas Nesadal de Souza, que seria de mim sem sua preciosa ajuda com aquelas fórmulas malucas das soluções para microscopia? Obrigada pela prontidão com que sempre me auxiliou quando precisava de alguma coisa do laboratório de bioquímica.

Paulo Eduardo Santos, você é o nosso mago das artes gráficas. Realmente é impressionante a sua habilidade com o desenho digital... Mas, além disso, você é uma pessoa que admiro muito pelo seu jeito simples e amigo, sempre disposto a ajudar a todos. Obrigada por tudo!

Clarice e Vinícius da Poli, muito obrigada pelo apoio no desenvolvimento da parte de microscopia desta tese. Aprendi muito com vocês e senti o quanto vocês compartilharam da minha luta por amostras melhores, ou com detalhes experimentais para a mensuração da

camada de esfregaço. Acho que vocês acabaram se empolgando com as nossas “questões de dentista”...

Adriano L. Martins, foi incrível aprender a pilotar o MEV em Piracicaba com alguém tão dedicado e competente como você! Aos dois, obrigada pelo socorro sempre tão pronto que recebi quando o MEV tinha algum problema. E obrigada também pelo jeito hospitaleiro com que sempre fui recebida nas vezes em que fui observar minhas amostras na FOP.

Rosa Cristina Nogueira, Rosinha, você está sempre cuidando das “crianças” não é? Que sorte a nossa! Obrigada pelo carinho e dedicação de sempre. Sei que você também andou torcendo bastante por mim e a sua ajuda foi muito importante para que tudo desse certo.

Mirtes Regina Marins F. Staduto, obrigada pela torcida e pelo suporte quando nos perdemos na papelada burocrática que você destrincha junto com a Rosinha.

Aos meus colegas da pós-graduação:

Sandra Kiss Moura, ou “Sakimo-sam”, valeu pela força nas MEVs! Aprendi bastante com sua experiência na microscopia e você foi uma grande incentivadora para minha iniciação na pilotagem do MEV em Piracicaba. Também foi muito bom trabalhar com você e trocar idéias dentro do Projeto Integrado. Além de tudo, você é uma pessoa muito positiva e com um bom humor a toda prova.

Luciane de Lima Franco Tancredo, foi muito bom trabalhar com você no Projeto Integrado! Obrigada pela força! Valeu! Saiba que torço muito por você e tenho certeza de que vai dar tudo certo em seus projetos porque você tem muita garra e vontade.

Ninoshka Uceda Gómez, foi muito gratificante contar com sua participação no Projeto Integrado! Foi também muito bom ter podido participar do meu primeiro IADR com uma pessoa tão nota 10 como você! Tenha certeza que é uma amiga muito querida a quem admiro bastante pelo alto-astral permanente e pela determinação e competência que demonstra em todo trabalho que faz.

José Ferreira Costa, Ivone Lima Santana e Ana Maria Almeida Muniz, vocês trouxeram muita alegria e calor humano ao nosso dia-a-dia! Foi muito bom trocar idéias com vocês e conhecer uma percepção das coisas diferenciada que vocês têm, muitas vezes deixada de lado por nós paulistanos, sempre muito apressados.

A todos os outros colegas da pós, embora não citados individualmente, gostaria de expressar minha gratidão por esses “Anos Incríveis” que passamos juntos. Obrigada pelo carinho e amizade. Vou me lembrar sempre do jeitinho de cada um e do quanto aprendemos juntos.

Meus agradecimentos também...

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), meus sinceros agradecimentos pela concessão da bolsa de doutorado.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro ao Projeto Integrado de Pesquisa USP/UNOESC, do qual faz parte esta tese.

Kenshima S. Aspectos de micromorfologia, resistência de união e adaptação à dentina em função do tipo de adesivo e das características da camada de esfregaço [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

RESUMO

O objetivo do estudo foi avaliar o efeito de adesivos autocondicionantes com diferentes pHs aplicados em camadas de esfregaço (CE) fina e espessa na sua resistência de união (RU), adaptação marginal (AM) e micromorfologia. Foram utilizados 47 molares (n=5). A dentina oclusal foi exposta e cada dente foi seccionado em duas metades (unidade experimental) preparadas com lixa 600 (CE fina) e 60 (CE espessa). Os sistemas autocondicionantes foram selecionados conforme a acidez: Clearfil SE Bond (SE- fraco), Optibond Solo *primer* e adesivo (SO-intermediário), TYrian + One Step Plus (TY–forte). Um sistema convencional, ScotchBond Multi-Usado (MP) também foi estudado. A aplicação dos adesivos foi aleatória e uma reconstrução da porção coronária foi realizada com resina Z-250. Após 24h, os palitos para microtração (0,8mm²) foram preparados. Parte deles foi submetida à microtração (Kratos–0,5mm/min). (Um índice de RU foi calculado levando-se em consideração a contribuição relativa dos tipos de fratura ocorridos). A outra parte foi avaliada em microscopia de luz (400x) quanto à AM tendo sido calculada a largura média de fendas (Lm) na interface de união. Para observação do padrão de condicionamento por MEV, os *primers* autocondicionantes e o H₃PO₄ foram aplicados à dentina tratada com lixa 60 e 600, removidos com banhos de álcool e acetona, fixados, desidratados com etanol, secos com HMDS e recobertos com ouro. Para observação dos prolongamentos resinosos, unidades experimentais “restauradas” com Z-250 tiveram a dentina removida com HCl e NaHOCl e as amostras recobertas com ouro. Os dados de RU e AM foram submetidos a ANOVA de 2 fatores (p=0,05). Testes de regressão (p=0,05) foram aplicados para RU e Lm e de cada um com o pH dos *primers* autocondicionantes. Apenas o fator Adesivo foi significativo para RU e Lm e não houve relação entre ambos. Observou-se que TY apresentou RU significativamente inferior aos demais sistemas, semelhantes entre si. A Lm foi tanto

maior quanto menor a acidez do sistema autocondicionante e MP apresentou a menor Lm. Em condições de CE espessa, as Lm foram significativamente maiores. Notou-se que o sistema de acidez fraca foi o mais afetado pela CE espessa tanto no padrão de condicionamento como na formação de prolongamentos resinosos. Houve maior remoção da CE com o sistema de acidez forte. Concluiu-se que, nas condições experimentais testadas, apenas o sistema convencional conseguiu aliar altos valores de resistência de união a uma boa adaptação marginal, e ainda reunir aspectos de micromorfologia compatíveis.

Palavras-Chave: dentina, adesivos dentinários, microscopia eletrônica de varredura, resistência à tração, adaptação marginal

Kenshima S. Micromorphological aspects, bond strength and adaptation to dentin as a function of the type of the adhesive and the smear layer characteristics [Tese de Doutorado] Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the effect of different pH self-etch adhesives applied to thick and thin smear layer (SL) on bond strength (BS), marginal adaptation (MA) and micromorphology. 47 molars (n=5) were used. The occlusal dentin was exposed and each tooth was sectioned in two halves (experimental unit) prepared with 600-grit SiC paper (thin SL) and 60-grit (thick SL). The self-etch adhesives were selected according to the acidity: Clearfil SE Bond (SE-mild), Optibond Solo *primer* and adhesive (SO-intermediary), Tyrian + One Step Plus (TY-strong). An etch-&-rinse system, ScotchBond Multi-Purpose (MP) was also studied. The adhesives application was randomized and a resin composite build-up was made with Z-250. After 24h, the microtensile sticks (0.8 mm²) were prepared. Part of them was submitted to the microtensile bond strength test (Kratos-0.5 mm/min). (A BS index was calculated considering the relative contribution of the fracture types observed in the fractured sticks). The other part had the MA evaluated by light microscopy (400x) for the mean interfacial gap width (Gw) calculation. For the conditioning pattern SEM evaluation, the self-etch primers and the phosphoric acid was applied to dentin (60 and 600-grit), removed with baths of alcohol and acetone, fixed, dehydrated with ethanol, dried with HMDS and gold sputtered. For resin tags observation, restored experimental units were used. The dentin was removed with HCl and NaHOCl and gold sputtered. The BS and MA data was analyzed by 2-way ANOVA (p=0.05). The regression test (p=0.05) was performed for BS and Gw and for both with the self-etch primers pH. A regression test was applied for Gw and Li to evaluate their relationship (p=0.05). Only the Adhesive was significant for BS and Gw and no there was no relationship for them. TY presented significantly lower BS compared to the other adhesives that had similar BS. The higher the pH of the self-etch primers, the larger were the corresponding Gw (Gw x pH regression was

significant). MP presented the lowest Gw. With thick SL, the Gw was significantly larger. The mild self-etch adhesive was affected by the thick SL in both the conditioning pattern and tags formation. The SL removal was more extensive with the strong self-etch. It was concluded that only the etch-&-rinse system achieved high BS and good MA with compatible micromorphological aspects.

Keywords: dentin, dentin adhesives, scanning electron microscopy, tensile strength, marginal adaptation

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 4.1 - Molar íntegro (a), desgaste oclusal (b), aspecto das superfícies preparadas com lixa 60 (c) e lixa 600 (d)	47
Figura 4.2 - Delineamento experimental e métodos de avaliação	47
Figura 4.3 - Primeira seqüência de corte (a), segunda seqüência de corte perpendicular à primeira (b)	48
Figura 4.4 - Representação esquemática de fendas e seus trechos regulares e imagem obtida do durômetro.	51
Figura 5.1 - Curvas de titulação dos primers autocondicionantes e do ácido fosfórico a 35%	55
Figura 5.2 - Relação entre a acidez dos <i>primers</i> autocondicionantes e as médias de resistência de união	59
Figura 5.3 - Relação entre a acidez dos <i>primers</i> autocondicionantes e as larguras médias de fenda.....	60
Figura 5.4 - Relação entre a largura média de fenda e a resistência de união.....	60
Figura 5.5 - Camada de esfregação espessa e fina.	61
Figura 5.6 - Padrão de condicionamento dos <i>primers</i> autocondicionantes.	62
Figura 5.7 - Padrão de condicionamento da dentina com ácido fosfórico a 37%......	63
Figura 5.8 - Formação de prolongamentos resinosos do sistema convencional.....	64
Figura 5.9 - Formação de prolongamentos resinosos de SE	65

Figura 5.10 - Formação de prolongamentos resinosos de SO 66

Figura 5.11 - Formação de prolongamentos resinosos de TY 67

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 – Sistemas Adesivos e Seqüência de Aplicação.....	45
Tabela 5.1 – Caracterização por meio da titulação dos <i>primers</i> autocondicionantes	55
Tabela 5.2 - Porcentagem de palitos (%) de acordo com o tipo de fratura* ou falha prematura para cada condição experimental	57
Tabela 5.3 - Médias e desvios-padrão dos índices de resistência de união.....	57
Tabela 5.4 - Médias e desvios-padrão das larguras médias de fendas	58

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	22
2 REVISÃO DA LITERATURA	25
3 PROPOSIÇÃO	44
4 MATERIAL E MÉTODO	45
4.1 Escolha dos sistemas adesivos	45
4.1.1 titulação dos <i>primers</i>	46
4.2 Preparo dos dentes	46
4.3 Obtenção dos espécimes para microtração	48
4.4 Métodos de Avaliação	49
4.4.1 resistência de união (RU)	49
4.4.2 avaliação da adaptação da interface (Lm).....	50
4.4.3 micromorfologia.....	51
4.4.3.1 <i>espessura da camada de esfregaço</i>	51
4.4.3.2 <i>padrão de condicionamento</i>	52
4.4.3.3 <i>formação de prolongamentos resinosos (tags)</i>	53
4.4 Tratamento Estatístico	54
5 RESULTADOS	55
5.1 Titulação dos primers	55
5.2 Resistência de União (RU)	56
5.3 Avaliação da adaptação da interface (LM)	58
5.4 Correlações	58

5.4.1 pH inicial dos primers autocondicionantes e RU	59
5.4.2 pH inicial dos primers autocondicionantes e Lm	59
5.4.3 RU e Lm.....	60
5.5.1 camada de esfregaço	61
5.5.2 padrão de condicionamento	62
5.5.3 formação de prolongamentos resinosos (tags).....	64
6 DISCUSSÃO	68
7 CONCLUSÕES	81
REFERÊNCIAS	83
ANEXOS.....	92

1 INTRODUÇÃO

A eficiência da adesão à dentina depende principalmente da retenção micromecânica, promovida pela infiltração de monômeros resinosos numa dentina parcialmente desmineralizada, resultando na formação da camada híbrida e de prolongamentos resinosos (*tags*) que vedam os túbulos dentinários^{1, 2}. Para cumprir esses requisitos, há duas abordagens: a dos sistemas adesivos convencionais, ou de condicionamento-e-lavagem, e a dos autocondicionantes.

Os sistemas convencionais, aparentemente, removem completamente a camada de esfregaço (*smear layer*)¹. Os autocondicionantes utilizam a própria camada de esfregaço como substrato e promovem desmineralização e infiltração simultânea de monômeros resinosos durante a aplicação do *primer* autocondicionante. Estes sistemas devem penetrar além da camada de esfregaço e manter acidez suficiente para condicionar a dentina intacta subjacente formando a camada híbrida^{3, 4}.

A crescente popularidade dos sistemas autocondicionantes se deve não só à simplificação pela redução de etapas, mas também à diminuição da sensibilidade técnica, uma vez que não há um grau de umidade ideal da dentina a ser mantido após o condicionamento ácido para evitar o colapso das fibrilas de colágeno como preconizado pela técnica úmida em se tratando de sistemas convencionais¹. Clinicamente, essa abordagem proporciona economia de tempo e praticidade que podem ser especialmente importantes quando há dificuldade de isolamento do campo operatório como no caso de molares inferiores parcialmente erupcionados.

Para que o sistema adesivo se tornasse autocondicionante, ácidos orgânicos insaturados, potencialmente polimerizáveis, ou monômeros acídicos foram incorporados como diferenciais fundamentais. Conseqüentemente as diversas marcas de adesivos deste sistema podem ter diferentes pH³. Assim, o efeito da acidez inicial do adesivo tem sido foco de vários estudos, embora não se tenha chegado a uma conclusão a respeito da extensão ideal de dissolução da camada de esfregaço e espessura de camada híbrida a ser formada para se produzir uma união confiável e duradoura⁵.

Neste sentido, é preciso lembrar que o potencial de desmineralização depende de fatores como o tipo de ácido, seu pKa, concentração, duração da aplicação, osmolaridade, capacidade de molhamento, viscosidade e pH⁶, segundo os quais, eles podem ser classificados como sistemas de acidez fraca, intermediária e alta^{3, 4, 7}.

É razoável pensar que sistemas com maior acidez produziram maior resistência de união à dentina em condições de camadas de esfregaço espessas porque evitariam a neutralização precoce do adesivo pela ação tamponante de componentes da dentina, ou pela própria barreira física por ela imposta, o que prejudicaria a desmineralização da dentina intacta subjacente e sua hibridização. Além disso, é importante lembrar que diferentes abordagens no preparo da dentina afetam características da camada de esfregaço que podem influenciar sua suscetibilidade à remoção por soluções ácidas.

Contudo, não existe um consenso a respeito do desempenho de sistemas autocondicionantes aplicados a diferentes espessuras da camada de esfregaço. Alguns estudos obtiveram menor resistência de união à dentina quando aplicados a

camadas consideradas espessas^{8, 9, 10}, enquanto outros não observaram efeito da espessura da camada de esfregaço^{11, 12}.

Isto poderia ser explicado, em parte, pelas diferenças da camada de esfregaço em espessura, variando entre 0,9 e 2,6 μm ¹¹, em rugosidade, densidade e grau de encrustamento na dentina subjacente, que dependem do modo como foi produzida¹³.

Além disso, a resistência de união desse adesivo à dentina, teoricamente, poderia ser calculada² como a soma das resistências conferidas pelos prolongamentos resinosos, pela camada híbrida e pela adesão de superfície. Estes fatores estão relacionados a aspectos como grau de conversão do adesivo, sua resistência coesiva¹⁴, papel da camada híbrida na capacidade de deformação (*compliance*) da interface, para que esta possa resistir às tensões de contração de polimerização¹⁵, e compatibilidade de parâmetros de solubilidade entre substrato e o sistema adesivo que, quanto mais próximos maiores os valores de resistência de união¹⁶.

Portanto, parece bastante lógico que mais estudos enfocando a influência de aspectos como a acidez do sistema autocondicionante, bem como particularidades da camada de esfregaço, em parâmetros como a resistência de união, adaptação e micromorfologia são necessários para um melhor entendimento do desempenho de tais sistemas.

2 REVISÃO DA LITERATURA

A obtenção e a manutenção de uma união confiável do material restaurador à dentina, com o mínimo de sensibilidade técnica, é ainda um ideal a ser atingido. Nas técnicas adesivas empregadas na Odontologia, a adesão é principalmente mecânica e envolve a utilização de um adesivo de natureza polimérica que deve penetrar em irregularidades microscópicas da estrutura dental previamente tratada promovendo íntimo contato entre as superfícies a serem unidas.

A princípio, a eficácia na obtenção de tal união depende do molhamento do substrato dental pelo adesivo. Idealmente o ângulo de contato deve ser zero, o que significa que o adesivo flui pela superfície do aderente por si só. Isto ocorre quando a energia de superfície do aderente é mais alta que a tensão superficial do adesivo

17

Num segundo momento, a qualidade da união dependeria da eficiência da polimerização do adesivo e da manutenção de sua resistência e estabilidade frente às diferentes solicitações da interface, sejam elas de natureza mecânica ou química, passíveis de ocorrerem na cavidade bucal. Estes requisitos podem ser afetados pelas próprias limitações impostas pelo substrato.

Uma maneira de aumentar a energia de superfície de um sólido é por meio da remoção de contaminantes ou passivadores. Com a utilização de um ácido, no caso específico de adesão ao esmalte dental, não só há um aumento da energia de superfície como também de área, pela dissolução seletiva de prismas de esmalte e região interprismática, criando micro retenções que podem ser infiltradas pelo

adesivo. A técnica do condicionamento com ácido fosfórico produz uma união com o esmalte com a melhor qualidade e durabilidade que se pode obter em condições clínicas^{1, 18}.

Contudo, a dentina constitui um substrato muito mais complexo para que se possa promover o íntimo contato entre adesivo e aderente, pois se trata de um composto complexo e vivo cuja morfologia varia com a localização sofrendo alterações com a idade ou em resposta a estímulos. Sua composição aproximada é de 50% em volume de uma forma de apatita rica em carbonato e deficiente em cálcio, 30% em volume de matéria orgânica, principalmente colágeno tipo I e aproximadamente 20% de fluido similar ao plasma¹⁹.

Estruturalmente, ela contém túbulos, de conicidade decrescente desde a polpa até a junção amelo-dentinária, inicialmente ocupados pelos prolongamentos odontoblásticos. Durante sua formação: eles apresentam numerosas interligações ao longo de sua extensão denominadas canalículos dentinários. A porcentagem de túbulos por área e seu diâmetro variam de 22% e 2,5 μm junto à polpa para 1% e 0,8 μm na junção amelo-dentinária. A densidade de túbulos da dentina oclusal varia de 15.000 a 24.500 por mm^2 na dentina superficial, de 35.000 a 40.400 na média e 43.000 a 65.000 na profunda¹⁹.

As paredes dos túbulos são compostas pela dentina peritubular que é altamente mineralizada, formada principalmente por apatita e baixo teor orgânico. Entre os túbulos, o teor orgânico é maior e a dentina intertubular é composta principalmente por uma matriz de colágeno do tipo I reforçada por apatita¹⁹. Por sua contigüidade estrutural e funcional com a polpa, a dentina tem sido tratada como complexo dentina-polpa, pois trata-se de um tecido vivo capaz de reagir a estímulos com a produção de dentina reacional pelos odontoblastos cujos prolongamentos

citoplasmáticos ocupam a luz desses túbulos juntamente com o fluido dentinário que se encontra sob pressão pulpar (15 cm H₂O)¹⁹.

Estas diferenças estruturais podem influenciar propriedades importantes para a adesão à dentina como sua permeabilidade, umidade e área de dentina intertubular e peritubular que participarão diretamente da interface de união. É importante ressaltar que esta umidade intrínseca da dentina exige que o sistema adesivo a ser empregado seja hidrofílico para que haja molhamento da superfície possibilitando íntimo contato entre as estruturas. Este molhamento depende da compatibilidade dos parâmetros de solubilidade do substrato e do sistema adesivo e, quanto maior, maiores valores de resistência de união. Este parâmetro de solubilidade é definido como a raiz quadrada da densidade de energia coesiva do material que representa a quantidade de energia associada a todas as interações moleculares num volume específico do mesmo¹⁶.

O sucesso do tratamento do esmalte com ácido fosfórico motivou a adoção do mesmo procedimento para a dentina. Em dentina, ocorre uma dissolução seletiva da parte mineral que expõe uma trama de fibrilas de colágeno, que, se forem devidamente infiltradas com o sistema adesivo promovem a desejada retenção micromecânica²⁰. Contudo, a exposição dos túbulos leva a uma exsudação do fluido dentinário, o que diminui ainda mais a energia de superfície, dificultando a adesão. Além disso, a difusão do adesivo para o interior dos túbulos dentinários deve ocorrer em sentido contrário ao da exsudação. Esta situação é tanto mais crítica quanto maior a proximidade com a polpa e não se pode esquecer que movimentações abruptas do fluido dentinário podem ocasionar dor²¹. Deste modo, todo o cuidado deve ser tomado durante os procedimentos restauradores para evitar essa movimentação, que pode ocorrer por refrigeração insuficiente durante o preparo

cavitário ou secagem excessiva da dentina desmineralizada prévia à aplicação do sistema adesivo.

Além das variações estruturais relacionadas à própria formação da dentina primária, há variações decorrentes do seu envelhecimento com a formação da dentina secundária, que reduz a luz da câmara pulpar, porém sem manter sua regularidade original, apresentando estrutura tubular razoavelmente uniforme¹⁹.

Estímulos externos como abrasão e cárie podem resultar na formação de dentina terciária, reacionária ou reparativa, que possui uma estrutura menos regular, com poucos túbulos e de menor alinhamento. A cárie também é capaz de induzir a formação de uma dentina mais mineralizada conhecida como dentina esclerótica que apresenta túbulos dentinários ocluídos por deposição mineral que reduz sua permeabilidade¹⁹.

Convém ressaltar que a maioria dos testes laboratoriais que avaliam sistemas adesivos, utiliza dentes hígidos, o que por um lado, evita mais esse fator de variabilidade do substrato, mas por outro lado exclui condições clínicas importantes, de dentina cariada ou abfração, que justificam a indicação de uma restauração adesiva. Por isso, os estudos clínicos controlados de longevidade de restaurações não cariosas de Classe V constituem o último desafio pelo qual deve passar um sistema adesivo para que seja comprovada sua durabilidade⁷.

Ao lado das considerações relativas à estrutura e composição da dentina normal e alterada, não se pode esquecer que toda vez que a dentina é cortada, há formação de uma camada de esfregaço (*smear layer*) que obstrui a luz dos túbulos dentinários e constitui o primeiro substrato de união a ser tratado para a confecção de uma restauração adesiva. A camada de esfregaço tem aspecto amorfo, com partículas de diferentes tamanhos e densidade de empacotamento que dependem

do grau de refrigeração durante sua produção e do instrumento utilizado - broca ou ponta diamantada²².

De maneira geral, a composição dessa camada pode incluir além dos remanescentes do substrato seccionado, fragmentos do abrasivo, saliva, sangue, bactérias e óleo de lubrificação que ficam incrustados na dentina intertubular e penetram nos túbulos dentinários formando os tampões de esfregaço (*smear plugs*). Quanto mais profunda a dentina, maior o conteúdo orgânico da camada de esfregaço, que pode conter fragmentos de prolongamentos citoplasmáticos de odontoblastos, organelas, enzimas, pedaços orgânicos e inorgânicos de matriz dentinária^{22, 23}.

Além disso, as características da camada de esfregaço mudam se ela for produzida por lixas abrasivas, manualmente por instrumentos de corte ou por instrumentos rotatórios como brocas e pontas de diamante sob refrigeração. Quanto maior a geração de calor e de forças de cisalhamento devido à fricção, mais incrustada na dentina subjacente fica a camada de esfregaço e maior a desnaturação de colágeno que torna a camada de esfregaço mais ácido-resistente por formar uma capa gelatinosa que aprisiona conteúdo inorgânico diminuindo sua solubilidade e, portanto, dificultando sua completa eliminação com a lavagem da superfície condicionada^{23, 24}. A refrigeração com água, por outro lado, além da importância biológica, por evitar danos pulparem por geração de calor excessivo, aparentemente reduz em quantidade e distribuição a formação da camada de esfregaço²⁵.

Foi observada uma correlação significativa ($R=0,802$) entre a granulometria do abrasivo e a espessura da camada de esfregaço que pode variar entre 0,9 a 2,6 μm ; quanto menor a granulometria, mais fina a espessura¹¹. A rugosidade também

variou entre 267,7 e 821,2 nm para lixas abrasivas (600 e 240) e entre 425,9 e >1000 nm para broca de carbeto de tungstênio e ponta diamantada de corte grosso respectivamente. No entanto, a mesma espessura da camada de esfregaço produzida por instrumento rotatório apresenta maior resistência à remoção por soluções ácidas que a produzida por lixa abrasiva, o que foi atribuído a uma maior densidade ou compactação da camada de esfregaço produzida por broca ou ponta diamantada¹³.

A camada de esfregaço pode ser considerada por duas perspectivas bastante distintas. Por um lado, ela apresenta um efeito benéfico reduzindo a permeabilidade da dentina, já que sua remoção aumenta a permeabilidade por mecanismo de difusão, que ocorre por diferenças de concentração, em 5-6 vezes e de 25-36 vezes por convecção, que ocorre devido à pressão²². Por outro lado, ela possui baixa resistência coesiva, cerca de 5 MPa^{23, 26}, de modo que a união direta e exclusiva do adesivo com a camada de esfregaço teria esta limitação.

Em vista disso, há atualmente duas estratégias para técnica adesiva: uma implica na total remoção da camada de esfregaço (convencional) e a outra incorpora esta camada na interface adesiva (autocondicionantes). Independentemente da técnica adotada, o mecanismo básico de adesão ao esmalte e à dentina é essencialmente um processo de substituição de minerais removidos da estrutura dental por monômeros resinosos que devem polimerizar *in situ* promovendo retenção micro-mecânica nas porosidades geradas⁵. Para que isso ocorra, os sistemas adesivos possuem alguns componentes em comum: condicionador ácido, *primer*, adesivo, solventes e fotoiniciadores.

O ácido, além de ajudar a limpar a superfície com a remoção de biofilme, proporciona, pela desmineralização parcial da superfície da dentina, a exposição de

fibrilas de colágeno de modo a criar um espaço interfibrilar passível de ser infiltrado por monômeros resinosos e, conseqüentemente, formar a camada híbrida⁶.

O *primer* deve assegurar um molhamento efetivo das fibrilas colágeno expostas, remover umidade residual da dentina sem desestruturar a malha de fibrilas de colágeno, ou seja, mantendo o arranjo estrutural através do carreamento de monômeros resinosos para os espaços interfibrilares transformando uma superfície eminentemente hidrofílica numa com afinidade pelo adesivo⁵. Para isso, a água, o etanol e a acetona são incluídos em sua composição como veículo por serem miscíveis à água, e facilitarem a difusão dos monômeros do *primer* na dentina e ajudarem na remoção de água.

O adesivo por sua vez deve preencher os poros remanescentes entre as fibrilas de colágeno, formar prolongamentos resinosos (*tags*) para selar os túbulos dentinários e viabilizar a reação de polimerização com quantidade suficiente de duplas ligações em grupamentos metacrilato para copolimerizar com a camada de resina restauradora subsequente⁵. Assim, o adesivo também promove um íntimo contato entre a superfície tratada e a resina composta.

Na técnica convencional, ou mais recentemente chamada de técnica de condicionamento e lavagem (*etch-&-rinse*), o condicionamento ácido é efetuado numa etapa isolada, seguida de lavagem e secagem com jato de ar e aplicação do *primer* e do adesivo, que pode ocorrer separadamente (sistema de 3 etapas ou multi frascos) ou numa mesma aplicação (sistema de 2 etapas ou de frasco único), o que minimiza os possíveis efeitos adversos da camada de esfregaço, que é praticamente toda removida²⁴.

Nesta técnica, o condicionamento ácido geralmente envolve a utilização do ácido fosfórico numa concentração entre 30 e 40% que promove uma profundidade

de desmineralização da superfície dentinária de 3-5 μm ²⁷. Com isso, há exposição de uma rede de fibrilas de colágeno que, sem a sustentação do componente inorgânico removido, colapsa quando seca impedindo a infiltração dos monômeros resinosos. Portanto, a técnica adesiva úmida (*wet bonding technique*) tem sido apontada como essencial, uma vez que a água evita o colapso das fibrilas de colágeno e preserva a porosidade interfibrilar após o condicionamento ácido^{28,29}.

Contudo, o grau ideal de umidade da dentina é individual para cada sistema adesivo e depende, entre outros fatores, do solvente utilizado como veículo^{30, 31}. Como o tipo de solvente afeta a manipulação e o desempenho dos sistemas convencionais, eles são freqüentemente divididos em sistemas a base de etanol, acetona e água⁷.

Os sistemas a base de acetona são os que mais dependem da técnica adesiva úmida e apresentam maior sensibilidade técnica devido a sua relativamente restrita “janela de oportunidade”, ou seja, gradiente de umidade ideal, para atingir uma hibridização ótima. Os sistemas a base de etanol e água são menos sensíveis, mas os sistemas de duas etapas (*primer* e adesivo num único frasco) apresentam maior dificuldade em infiltrar completamente a trama desmineralizada de fibrilas colágeno e remover totalmente o solvente que a versão de 3 etapas, principalmente quando o solvente é a água devido a sua menor pressão de vapor¹⁸.

Vale ressaltar que o desempenho dos sistemas adesivos tem sido avaliado principalmente por testes laboratoriais. Isto porque os estudos clínicos apresentam resultados em longo prazo, têm altos custos, questões éticas envolvidas que limitam seu delineamento experimental, e, além disso, em condições clínicas é difícil discriminar o fator específico determinante da falha da restauração que poderia ser mais bem elucidado nos testes *in vitro*⁷. O estudo destes fatores nos testes

laboratoriais permitiu observar que a qualidade da união com a dentina depende da eficiência de hibridização e polimerização do sistema adesivo, bem como suas propriedades mecânicas e da estabilidade da interface adesiva quando submetida a tensões. Como a contração de polimerização é uma característica intrínseca da resina composta que completa a restauração realizada, se a resistência de união não suportar as tensões geradas durante a polimerização, ocorre ruptura na interface³². Essas falhas prematuras podem ocorrer no momento da confecção da restauração e, posteriormente, serem agravadas com o envelhecimento.

A magnitude de tensões geradas pela contração de polimerização depende de dois fatores: da composição da resina composta e da confecção da restauração. Estão relacionados com o primeiro, características como o módulo de elasticidade, que depende da natureza e porcentagem de matriz orgânica, contração volumétrica durante a polimerização^{33, 34} e sistema de ativação (química ou foto)³⁵. Com o segundo, estão relacionados o fator de configuração cavitária (fator-C), que é a relação entre a área das superfícies aderidas e livres de uma cavidade preparada³⁶, e o método de fotoativação, com aumento gradual de intensidade ou fotoativação em etapas³⁷, que influencia a velocidade da reação e a capacidade de alívio de tensões por escoamento da resina nos estágios iniciais da polimerização.

A fim de contornar os efeitos adversos da contração de polimerização, foram propostas técnicas de preenchimento^{38, 39} e métodos de fotoativação⁴⁰. A própria interface adesiva tem sido foco de estudos neste sentido, pois, ela pode contribuir promovendo uma transição gradativa de módulos de elasticidade entre a dentina e a resina composta que possibilitaria a absorção das tensões de contração de polimerização melhorando a capacidade de deformação (*compliance*) do conjunto dente-restauração sem que haja ruptura na interface de união^{15, 41, 42}. Neste sentido,

não se chegou a um consenso na literatura se espessuras maiores de adesivo produzem melhor preservação da interface de união e uma explicação provável é a variedade de composição dos sistemas adesivos disponíveis no mercado.

Portanto, o estudo de diferentes sistemas adesivos tem procurado apontar quais as características que favorecem a manutenção da integridade da interface de união frente aos diferentes desafios, imediatos, devido às tensões geradas pela contração de polimerização e em longo prazo, devido ao envelhecimento da restauração. Para isto, a avaliação da resistência de união^{7, 11, 13, 30, 43, 44} e da adaptação da interface^{39, 41, 45, 46, 47} têm sido adotadas com frequência por representarem dois requisitos imprescindíveis para o sucesso clínico de uma restauração adesiva.

O teste de microtração tem sido amplamente utilizado para a avaliação da resistência de união: sua essência é a divisão da restauração em espécimes com área de seção transversal de cerca de 1 mm² que, conforme originalmente proposto, eram torneados em forma de ampulheta para concentrar as forças de tração para a interface de união durante o ensaio⁴⁸.

A versatilidade da técnica pode ser apontada como sua principal vantagem: a obtenção de vários espécimes de um mesmo dente possibilita medir diferenças regionais de resistência de união em função de variações do substrato em esmalte ou dentina com variação na orientação dos prismas e túbulos dentinários e ainda estudo de dentina esclerótica e cariada^{49, 50}, estudos de durabilidade da união e avaliação num mesmo espécime da adaptação da interface e de sua resistência de união^{51, 52, 53}.

Entretanto, a comparação dos resultados de resistência de união de diferentes estudos deve ser criteriosa, pois ela não pode ser considerada como se

fosse uma propriedade do material uma vez que detalhes metodológicos como tipo do compósito utilizado, velocidade de ensaio, velocidade de corte, amostragem, geometria do espécime, colagem do espécime para ensaio influenciam seus valores^{43, 54, 55}.

Juntamente com a resistência de união, a qualidade do vedamento da dentina exposta ao meio bucal é outro requisito importante da restauração adesiva para prevenção de danos pulpar e lesão de cárie secundária. Ela tem sido avaliada principalmente por testes de infiltração marginal com a utilização de uma variedade de corantes e métodos de envelhecimento que dificultam a comparação dos resultados de diferentes estudos, fato este agravado pela ausência de grupo controle imediato na grande maioria deles⁵⁶.

Recentemente, verificou-se que a infiltração pode ocorrer entre a camada híbrida e a dentina intacta mesmo quando não há fendas aparentes na interface. Este tipo de infiltração tem sido denominada nanoinfiltração (*nanoleakage*) dadas suas dimensões diminutas que impedem o ingresso de bactérias, mas permitem o trânsito de seus produtos e de moléculas pequenas como a água⁴⁵. A nanoinfiltração foi observada em vários sistemas adesivos por meio da infiltração com nitrato de prata e microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de transmissão (MET), mas usualmente estas avaliações são morfológicas e não quantitativas, limitando a interpretação de seus resultados⁷.

Embora a eficiência imediata dos sistemas adesivos convencionais seja bastante favorável, tanto em termos de resistência de união como de adaptação da interface, com o envelhecimento, ocorre degradação tanto química como mecânica da interface de união que se traduz numa queda dos valores de resistência de união e aumento da nanoinfiltração. Quimicamente, a hidrólise e efeito plastificante da

sorção de água afetam a durabilidade das restaurações. Estes mecanismos podem ser potencializados pelas discrepâncias observadas em vários sistemas convencionais entre a infiltração dos monômeros e a profundidade de desmineralização promovida pelo condicionamento ácido^{18, 57, 58}. Mecanicamente, os ciclos mastigatórios podem exceder a tenacidade da interface e iniciar a formação de fraturas pontuais que podem se alastrar levando até mesmo à falha por fratura catastrófica⁷.

Com o intuito de simplificar o procedimento adesivo surgiram os sistemas autocondicionantes, nos quais ácidos orgânicos insaturados e potencialmente polimerizáveis, ou monômeros acídicos, são incorporados ao *primer* num frasco e o adesivo permanece noutro frasco, no caso de sistemas de duas etapas ou podem estar contidos num único frasco juntamente com o *primer* e o adesivo, no caso dos sistemas do tipo todos-em-um ou de etapa única.

Estes sistemas promovem uma dissolução parcial do substrato e infiltração simultânea dos monômeros resinosos, teoricamente sem discrepâncias entre a profundidade de dentina condicionada e infiltrada, o que resolveria o problema identificado nos sistemas convencionais. Além disso, verificou-se menor sensibilidade técnica relativa ao controle de umidade da dentina e menor sensibilidade pós-operatória com o uso dos sistemas autocondicionantes⁵⁹. Estas características aliadas a sua praticidade explicam sua popularidade.

Contudo, para que haja eficácia na utilização desses sistemas é necessário que a barreira da camada de esfregaço seja ultrapassada e que ainda o *primer* autocondicionante mantenha acidez suficiente para condicionar a dentina intacta subjacente e formar a camada híbrida. Caso contrário, a união ficará restrita à resistência coesiva da própria camada de esfregaço como ocorria com sistemas

adesivos mais antigos que também mantinham essa camada como substrato de adesão²³.

A acidez dos sistemas autocondicionantes pode ser obtida mediante três estratégias principais em ordem crescente de acidez: a primeira incorpora radicais à base de metacrilato a ácidos orgânicos como o ácido policarboxílico ou a ésteres de ácido fosfórico ou sulfônico, ou seja, uma mesma molécula contém o ácido e grupos funcionais polimerizáveis; a segunda adiciona ácidos inorgânicos ou orgânicos a monômeros não acídicos e hidrofílicos e a terceira mistura ácidos inorgânicos ou orgânicos com monômeros hidrofílicos e acídicos. Todos os sistemas possuem água como elemento comum importante para que haja ionização dos monômeros acídicos³.

O potencial de desmineralização dos *primers* autocondicionantes está vinculado a fatores como sua capacidade tampão, pKa, concentração do ácido, tempo de condicionamento e também ao seu pH, segundo o qual podem ser classificados como sistemas de acidez fraca, intermediária e forte^{3, 4}. Além disso, também se deve levar em conta características do próprio substrato, no caso, da camada de esfregaço.

A incorporação da camada de esfregaço da dentina na técnica autocondicionante suscita três preocupações: a primeira é de que a camada de esfregaço espessa possa interferir com a difusão dos *primers* até a dentina intacta subjacente tanto por atuar como barreira física como por sua própria capacidade de neutralizar os monômeros ácidos limitando seu potencial de desmineralização; a segunda é que, havendo a formação de camada híbrida, haja separação da camada de esfregaço hibridizada da camada híbrida propriamente dita e, por fim, pode faltar

material resinoso para a formação dos tampões resinosos para vedamento dos túbulos dentinários e prevenção de infiltração¹².

Estes aspectos têm sido investigados e observou-se que os três tipos são capazes de formar camada híbrida quando aplicados a camadas de esfregaço fina e espessa. De modo geral, quanto mais ácido o sistema autocondicionante, maior a dissolução da camada de esfregaço que é incorporada na assim chamada camada de esfregaço hibridizada, e maior a espessura da camada híbrida formada³. Assim, esta camada pode ser formada com diferentes capacidades de deformação (*compliance*) e, quando submetida a tensões ter maior ou menor capacidade de dissipação e resistência, aspectos que merecem mais estudos.

Neste sentido, valores semelhantes de resistência de união à dentina, em torno de 40 MPa, foram registrados para os sistemas autocondicionantes de duas etapas de acidez fraca e para os convencionais^{7, 13, 53}, a despeito das diferenças de micromorfologia de interface.

Não se chegou a uma conclusão a respeito de um possível efeito de uma camada de esfregaço espessa no desempenho de adesivos autocondicionantes de acidez fraca^{8, 10, 11, 13, 60, 61}. Isto pode ser explicado, em parte, pelas diferenças de espessura, rugosidade, densidade e grau de embricamento com a dentina subjacente, que pode variar conforme o modo como foi formada. De maneira geral, as superfícies originadas com pontas diamantadas parecem oferecer maior resistência à ação desse tipo de *primer* autocondicionante¹³.

A análise fractográfica por MET de espécimes de microtração revelou não haver separação da camada de esfregaço hibridizada da camada híbrida quando um sistema autocondicionante de acidez fraca foi utilizado, independentemente da espessura da camada de esfregaço, indicativo de que a interface manteve sua

unidade¹². Mas, danos progressivos por fadiga foram observados quando espécimes de microtração, num outro estudo, foram submetidos a cargas subcríticas cíclicas passíveis de ocorrer em condições clínicas⁶².

Para se evitar um possível efeito adverso da camada de esfregaço hibridizada na união dente-restauração, foram desenvolvidos sistemas autocondicionantes de maior acidez, que, além disso, produzem um padrão de condicionamento no esmalte mais semelhante ao do ácido fosfórico⁶¹, o que permitiria a adoção de um único sistema para ambos os substratos.

Contudo, recentemente foram encontradas evidências micromorfológicas de que, ao contrário do que se pensava, ocorrem discrepâncias entre a profundidade de desmineralização e infiltração por monômeros resinosos num sistema autocondicionante de acidez fraca⁶³, o que poderia ser ainda mais crítico com sistemas de maior acidez.

Na realidade, admitiu-se que a ação dos *primers* autocondicionantes seria auto-limitante devido a três mecanismos: os grupos acídicos seriam neutralizados pelo cálcio, a evaporação do solvente aumentaria a viscosidade do *primer* limitando sua difusão e a própria polimerização limitaria a disponibilidade de monômeros acídicos livres. Entretanto, verificou-se que houve diminuição da nanodureza abaixo da camada híbrida após a aplicação de um sistema autocondicionante de acidez fraca, mesmo após a polimerização do adesivo, atribuída pelos autores a uma possível desmineralização continuada provocada pelo *primer* autocondicionante⁶⁴.

De fato, evidências de desmineralização continuada também foram observadas, por meio de microscopia óptica, MEV e espectroscopia de Raman, para um sistema autocondicionante considerado de acidez forte (Prompt-L-Pop) e frasco único, quando avaliado imediatamente e após 4 semanas de armazenagem em

solução salina. Observou-se que o grau de conversão foi de 93% na interface adesivo-dentina diminuindo para 79% a 50 μm de profundidade no interior dos túbulos dentinários. Segundo os autores, a menor eficiência da polimerização aliada à hidrólise da ligação éster do monômero ácido pode ter resultado na formação de ácido fosfórico e conseqüente desmineralização continuada da dentina que resultou numa visível degradação da interface no fim do período avaliado⁶⁵.

Estes aspectos podem estar relacionados aos menores valores de resistência de união encontrados para os sistemas autocondicionantes de alta acidez e frasco único comparados com outros sistemas adesivos^{7, 11}, pois teoricamente, a resistência de união à dentina de um sistema adesivo corresponde ao somatório da resistência conferida pelos prolongamentos resinosos (*tags*), pela camada híbrida e pela adesão de superfície².

Ressalta-se que, quanto mais profunda a dentina menor a resistência de união de alguns sistemas adesivos, pois maior é o desafio para estabelecimento da união ao substrato, por haver menos dentina intertubular disponível para a formação da camada híbrida e ocorrer um aumento da umidade e da pressão do fluido dentinário⁴⁴. Esta maior umidade pode prejudicar a polimerização do adesivo, pois se verificou em espécimes de adesivo misturados a diferentes concentrações de água uma diminuição de 93 para 36% de seu grau de conversão quando o teor de água aumentou de 20 para 60% em volume⁶⁵.

De fato, as propriedades mecânicas do adesivo contribuem para o valor final de resistência de união, pois foi verificada uma correlação significativa entre a resistência coesiva de espécimes do adesivo e de espécimes de microtração confeccionados em dentina com o mesmo adesivo¹⁴.

Outro fator que pode estar associado à diminuição das propriedades mecânicas de sistemas adesivos simplificados, e conseqüente redução da sua resistência de união, é a ocorrência de separação de fases. A mistura de monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos com diferentes pesos moleculares implica numa taxa diferencial de infiltração na dentina de modo que monômeros aromáticos, como o BisGMA (bisfenol A glicidildimetacrilato) não conseguem se difundir adequadamente para formação da camada híbrida. Embora não se saiba exatamente a significância da separação de fases, essa difusão diferencial dos monômeros dentro da camada híbrida pode resultar em variações regionais em composição afetando a eficiência da polimerização, sua resistência mecânica e durabilidade⁶⁶.

Indícios de separação de fase, entre o solvente e os monômeros do adesivo, também foram verificados em sistemas autocondicionantes do tipo tudo-em-um. Estes, usualmente possuem alta concentração do solvente, podendo levar de 4 a 10 minutos para sua completa evaporação⁶⁷, ou seja, um tempo muito maior do que o usualmente recomendado pelos fabricantes. Isto pode levar ao aprisionamento do solvente e à formação de porosidades que interferem negativamente com o grau de conversão do adesivo e, conseqüentemente, a uma redução de suas propriedades mecânicas. Este efeito é aumentado com o teor de solvente do adesivo⁶⁸. Observou-se também, que a presença de monômeros hidrofílicos como o HEMA (hidroxietilmetacrilato) na formulação do adesivo pode evitar a formação dessas porosidades em sistemas do tipo tudo-em-um e experimentais⁶⁷.

Além da eficiência de hibridização e das propriedades mecânicas do adesivo, é preciso que haja compatibilidade com a resina restauradora e que a interface adesiva mantenha-se estável química e mecanicamente.

Porém, já foi verificado comprometimento da polimerização de resinas compostas / cimentos resinosos quimicamente ativados, ou de dupla ativação, devido à acidez de sistemas adesivos simplificados, convencionais de frasco único e autocondicionantes do tipo tudo-em-um⁶⁹. Esta incompatibilidade foi observada também quando uma resina fotoativada foi utilizada com estes sistemas adesivos quando houve demora na fotoativação da mesma⁷⁰.

Outro fator importante a se ponderar, é que sistemas adesivos simplificados altamente hidrofílicos podem ser eficientes na infiltração da dentina desmineralizada, mas, em contrapartida, comportam-se como membrana semipermeável, suscetível à absorção de água por osmose, que se acumula em formações dendríticas no adesivo favorecendo sua degradação ao longo do tempo⁷¹.

Uma camada de adesivo hidrofóbica pode minimizar esse efeito e, de fato, os sistemas convencionais de 3 etapas apresentaram os melhores resultados de longevidade. O mesmo pode-se dizer dos autocondicionantes de duas etapas, com vantagens adicionais relativas a sua praticidade e menor sensibilidade técnica⁷.

Contudo, para os sistemas autocondicionantes de duas etapas permanece a dúvida quanto ao grau de acidez ideal para que não ocorra desmineralização continuada após a polimerização do adesivo, nem prejuízo da hibridização.

A influência da camada de esfregaço como substrato para adesão também não está completamente esclarecida, uma vez que se verificou que o ácido fosfórico provoca desnaturação do colágeno que, gelatinizado, evita a total remoção desta camada mesmo após a lavagem que se segue ao condicionamento²⁴. Esta perspectiva, especialmente nos sistemas de alta acidez, pode ser ainda mais crítica em se tratando de um sistema autocondicionante, por não haver uma etapa de

lavagem, e poderia, dependendo das características da camada de esfregaço, prejudicar a infiltração dos monômeros.

Portanto, os dois fatores merecem ser melhor estudados quanto aos dois principais requisitos para o sucesso de uma restauração adesiva: a resistência de união e a adaptação da interface adesiva aliados a observações de micromorfologia que complementem a interpretação destes resultados. Serão enfocados neste estudo apenas os efeitos imediatos, pois se entende que a compreensão dos fatores que levam a um bom desempenho imediato é um pré-requisito para o desenvolvimento de sistemas adesivos mais duráveis.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência do tipo de camada de esfregaço e de sistemas autocondicionantes com diferentes graus de acidez na adaptação e resistência de união à dentina. Adicionalmente, aspectos de micromorfologia como o padrão de condicionamento da dentina e a formação de prolongamentos resinosos.

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Escolha dos sistemas adesivos

Foram selecionados para este estudo sistemas adesivos autocondicionantes representativos das três categorias de classificação ⁷² conforme a acidez: Clearfil SE Bond (**SE**) – acidez fraca (Kuraray Medical Inc. Osaka, Japan), Optibond Solo primer autocondicionante + Optibond Solo Plus – acidez intermediária (**SO**) (Kerr; Orange,CA,USA) e Tyrian SPE + One-Step Plus (**TY**) – acidez forte (Bisco,Schaumburg,IL,USA). Além deles, um sistema adesivo convencional de três passos também foi incluído: ScotchBond Multi-Usó Plus (**MP**) (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) conforme a Tabela 4.1:

Tabela 4.1 – Sistemas Adesivos e Seqüência de Aplicação

Adesivo	Composição	Aplicação	Lote
SE	<i>Primer</i> – água, etanol, MDP, HEMA, dimetacrilatos hidrofílicos, N,N dietanol <i>p</i> -toluidina, canforoquinona	a_1, c_1, e_1, c_1, g	00176A 001185A
	<i>Adesivo</i> – MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilatos hidrofóbicos, N,N dietanol <i>p</i> -toluidina, canforoquinona, sílica coloidal silanizada.		
SO	<i>Primer</i> - alquil dimetacrilatos, vidro de aluminoborosilicato de bário, sílica fundida (dióxido de silício), hexafluorosilicato de sódio e álcool etílico;	$a_2, c_1, e_1, c_1, g_1, e_1, c_1, g_1$	205187, 203D20
	<i>Adesivo</i> - alquil dimetacrilatos (25-28%), álcool etílico, água, estabilizadores e ativadores		
TY	<i>Primer</i> autocondicionante Parte A – Etanol (20-30%) <i>Primer</i> autocondicionante Parte B – ácido 2-Acrilamido-2-metil propanosulfônico (30-50%); Bis (2-(metacrilóiloxietil) fosfato (5-15%)GMA; Etanol (40-70%)	a_3, c_1, e, c, g	200002694, 200004295
	<i>Adesivo</i> – Bis-GMA e BPDM (15-40%), HEMA (15-40%), vidro odontológico(1-10%) e acetona (40-70%) <i>Ácido</i> – ácido fosfórico a 37%		
MP	<i>Primer</i> – solução aquosa de HEMA, co-polímero do ácido polialquenóico (Vitrebond) <i>Adesivo</i> – Bis-GMA, HEMA, dimetacrilatos e iniciadores	$a, b, c, d, f, c, f, c, g, f, c, g$	3008,7543

a – condicionamento ácido (15s); a₁ – aplicação de duas camadas do primer com leve agitação (20s); a₂ – aplicação de uma camada do primer com leve agitação (15s); a₃ – ativação da mistura do TY+OSrian SPE (A e B) e aplicação de duas camadas com leve agitação (10 s); b – lavagem (15s); c – jato de ar (10s); c₁ –jato de ar por 10s (primeiro a 20 cm de distância, depois aproximando-se gradualmente até que uma superfície uniforme e brilhante seja formada); d – reumedecimento da dentina com água; e – aplicação de duas camadas consecutivas do adesivo com agitação por 10s cada; e₁ – aplicação de uma camada do adesivo com agitação (15s); f – aplicação de uma camada do adesivo ou do primer + adesivo de frasco (10s com leve agitação) e remoção do excesso g – fotoativação (10s - 600 mW/cm²); g₁ – fotoativação (20s - 600 mW/cm²)

4.1.1 titulação dos *primers*

Para melhor caracterização da acidez destes sistemas adesivos foram obtidas suas curvas de titulação. Amostras de 0,5 ml dos *primers* foram tituladas com uma solução de NaOH (1N) adicionadas por meio de uma micropipeta em alíquotas de 0,05 ml até que fosse atingido um pH de 4 monitorado com o auxílio de um medidor de pH. Adicionalmente, foi realizada do mesmo modo a titulação de uma solução de ácido fosfórico a 35%. Foram feitas três leituras para cada amostra.

4.2 Preparo dos dentes.

Foram utilizados 47 terceiros molares humanos hígidos, conservados em solução de cloramina a 0,5% até o preparo das amostras.

O esmalte oclusal foi desgastado com lixa de SiC de granulação 180 sob refrigeração com água até a exposição de uma superfície plana de dentina. A seguir, os dentes foram seccionados em duas metades, no seu longo eixo no sentido vestibulo-lingual (Labcut 1010, Extec). Uma das metades foi asperizada por 60s com lixa de SiC umedecida de granulação 60 e a outra da mesma forma, porém com lixa

600, para preparo de diferentes camadas de esfregação: a primeira corresponderia à camada de esfregação denominada espessa e a segunda à fina (Figura 4.1).

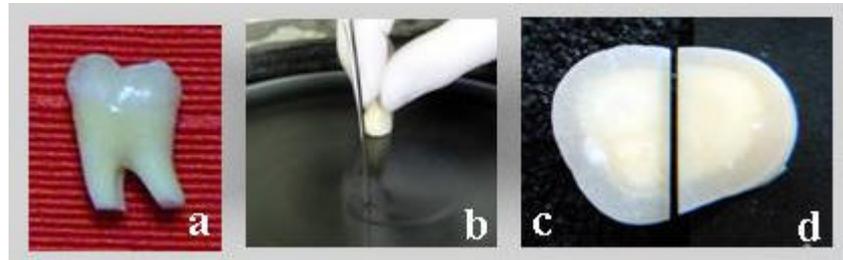


Figura 4.1 - Molar íntegro (a), desgaste oclusal (b), aspecto das superfícies preparadas com lixa 60 (c) e lixa 600 (d)

Cada sistema adesivo foi aplicado às duas partes de um mesmo dente, perfazendo as 8 condições experimentais (2 espessuras de camada de esfregação x 4 sistemas adesivos) sendo que cada metade (n=5) corresponderia a uma unidade experimental conforme esquema da Figura 4.2.

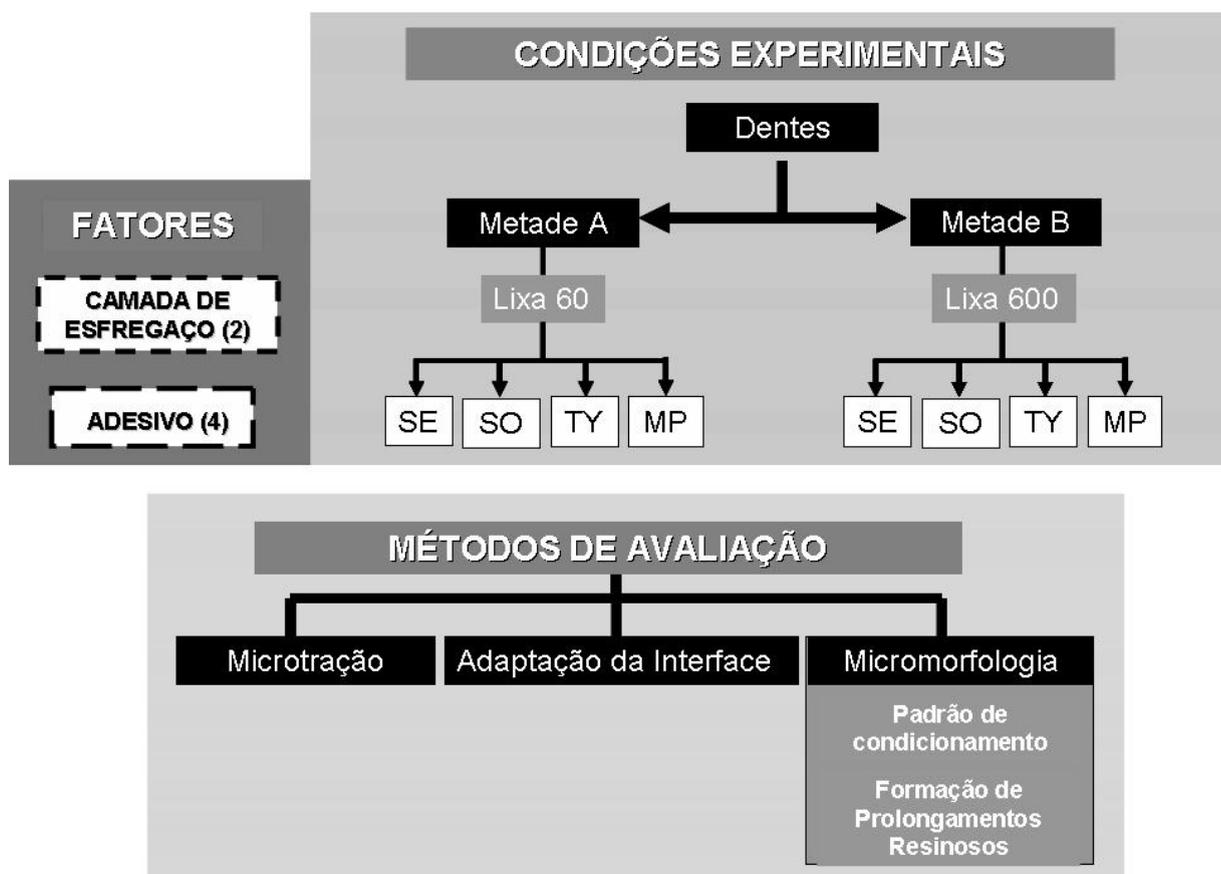


Figura 4.2 - Delineamento experimental e métodos de avaliação

4.3 Obtenção dos espécimes para microtração

Todos os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante por um mesmo operador (Tabela 4.1) em condições de temperatura e umidade controladas (24°C and 75 % de umidade relativa). O fotoativador utilizado foi o VIP (Bisco, Schaumburg, IL, USA) com intensidade de 600 mW/cm².

Após a aplicação do adesivo, uma reconstrução da porção coronária foi feita com a resina composta Z250 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) por meio de 3 porções de cerca de 1mm de altura, fotoativadas cada uma por 30 s.

Após estocagem em água destilada a 37°C durante 24h, os dentes foram seccionados em planos paralelos ao longo eixo, tanto no sentido méso-distal como no sentido vestibulo-lingual, portanto em cortes perpendiculares à interface de união, com disco de diamante (Labcut 1010 - Extec Corp, Enfield, CT, USA), para obtenção de cerca de 10 espécimes tetragonais (“palitos”) com área de seção transversal de aproximadamente 0,8mm² para cada unidade experimental (Figura 4.3).

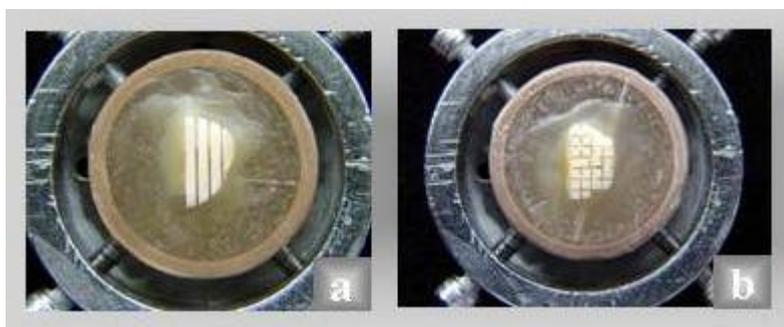


Figura 4.3 - Primeira seqüência de corte (a), segunda seqüência de corte perpendicular à primeira (b)

Foi feito um controle da espessura da dentina remanescente (EDR) a fim de se uniformizar a profundidade do substrato. A EDR foi medida nos palitos com um

paquímetro digital com precisão de 0,01mm (Absolute Digimatic, Mitutoyo, Tokyo, Japan).

4.4 Métodos de Avaliação

Os palitos obtidos da mesma secção (unidade experimental) de cada dente foram divididos em dois grupos. Um para ser utilizado nos ensaios de microtração, a fim de aferir a resistência de união. O outro grupo foi avaliado, quanto à adaptação, utilizando-se o microscópio de luz de um microdurômetro (HMV-2, Shimadzu, Tokyo, Japan) para mensuração das fendas na interface dente-resina.

4.4.1 resistência de união (RU)

Os palitos foram individualmente fixados a um paquímetro modificado⁷³, para ensaio de microtração, com um adesivo a base de cianoacrilato (SuperBonder gel) e submetidos a uma força de tração numa máquina de ensaios universal (Kratos Dinamômetros, São Paulo, SP, Brazil) com velocidade 0,5 mm/min.

Os palitos fraturados foram avaliados em aumentos de 400x (HMV-2, Shimadzu, Tokyo, Japan) e o tipo de fratura anotado segundo sua classificação como coesiva (falha exclusivamente em dentina - D - ou resina - R) ou adesivo-mista

(falha na interface dentina/resina ou mista com falha coesiva de um dos substratos circundantes).

Para cada unidade experimental foi obtido o valor de resistência de união (MPa) através de um índice (I_{RU}) calculado pela seguinte fórmula ³⁰:

$$I_{RU} = \frac{R_{A/M} \times n_{A/M} + C_R \times n_R + C_D \times n_D + P \times n_P}{n_{A/M} + n_R + n_D + n_P}$$

I_{RU} é uma média ponderada em que a porcentagem de palitos (n) correspondente a cada tipo possível de fratura, A/D - adesiva / mista; C_R – coesiva em resina; C_D – coesiva em dentina e P – (perdidos) é adotada como “peso” para os respectivos valores de resistência obtidos no ensaio de micro-tração ($R_{A/M}$, C_R , C_D e P). Deste modo, é possível estabelecer a contribuição relativa de cada tipo de falha, inclusive daqueles palitos considerados perdidos que não puderam ser utilizados no ensaio de microtração, por terem fraturado durante o corte na sua obtenção. Aos palitos perdidos foi atribuído o valor de 5,2 MPa ou o correspondente à metade do menor valor registrado (10,4 MPa). $R_{A/M}$ corresponde ao valor de RU usualmente descrito em estudos similares.

4.4.2 avaliação da adaptação da interface (L_m)

Para observação das fendas, os espécimes foram limpos em ultra-som por 5 min e secos com papel absorvente, tomando-se cuidado para que não houvesse desidratação excessiva. A interface de união foi avaliada em todos os lados de cada palito com um aumento de 400x (Shimadzu HMV-2, Tokyo, Japan). Como as fendas

ao longo da interface não possuem uma forma geométrica regular, as medidas foram feitas anotando-se para cada trecho regular seus comprimentos e larguras para o cálculo das respectivas áreas (Figura 4.4).

A largura média das fendas (L_m) para cada palito é dada pela razão entre o somatório das áreas parciais das fendas e o comprimento total da interface analisada conforme expresso pela equação abaixo:

$$L_m = \frac{S (c_n \times I_n)}{S c_n}$$

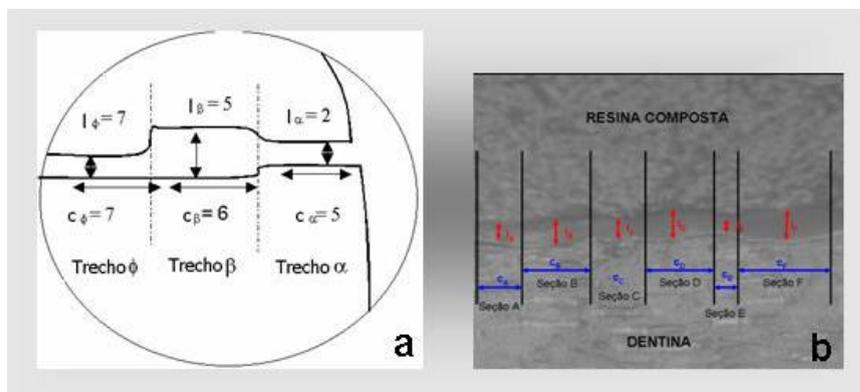


Figura 4.4 - Representação esquemática de fendas e seus trechos regulares e imagem obtida do durômetro

4.4.3 micromorfologia

4.4.3.1 espessura da camada de esfregaço

Com o intuito de aferir a espessura da camada de esfregaço produzida, 3 dentes (6 unidades experimentais) foram preparados com as lixas 60 e 600,

conforme descrito previamente, e uma canaleta foi feita no lado oposto à superfície preparada para posterior clivagem do espécime.

Imediatamente após, os espécimes foram fixados em solução de glutaraldeído 2,5% numa solução tampão de cacodilato de sódio 0,1 M (pH=7,4) por 12 h a 4 °C, lavados com solução de cacodilato de sódio 0,2 M por 1 hora com três trocas de solução. Foram então desidratados em banhos de etanol em concentrações crescentes (até 100%) e então transferidos para secagem em HMDS por 10 min⁷⁴.

Depois, os espécimes foram clivados e recobertos com ouro (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein). Imagens de MEV com aumentos originais de 5000 X foram tiradas da seção fragmentada de cada parte do dente e a espessura da camada de esfregaço foi medida a cada 10 pontos igualmente espaçados ao longo da face fraturada do espécime com auxílio de um *software*, UTHSCSA Image Tool, Version 3.0 (University of Texas Health Science Center, San Antonio, Texas).

4.4.3.2 padrão de condicionamento

Para avaliação do padrão de condicionamento foram utilizados 12 dentes (24 unidades experimentais). Os *primers* autocondicionantes foram aplicados conforme as instruções do fabricante e removidos com um banho de acetona P.A. (5 min), seguido de um banho em água deionizada (5 min), outro com álcool 96% (5 min) e por fim novo banho em água deionizada (5 min). Para fins comparativos, também foi

feito o condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15s. A seguir, fixados, desidratados e secos com HMDS⁷⁴.

Após recobrimento com ouro, os espécimes foram observados com aumentos originais de 1500 x e as imagens características das superfícies tratadas foram capturadas.

4.4.3.3 formação de prolongamentos resinosos (tags)

Para avaliação da formação de prolongamentos resinosos foram utilizados 12 dentes (24 unidades experimentais). Os espécimes foram confeccionados exatamente conforme descrito anteriormente até o procedimento restaurador, com reconstrução da porção coronária do dente. Logo em seguida, os espécimes foram desmineralizados por imersão em HCl 6N, a seguir, para remoção de qualquer resíduo orgânico, em solução de hipoclorito de sódio 1% até que a dentina fosse totalmente removida. O remanescente em resina composta foi então recoberto com ouro e observado no MEV com 1500x de aumento sendo capturadas imagens características das superfícies observadas.

4.4 Tratamento Estatístico

Cada variável resposta, individualmente, teve seus dados submetidos a uma análise de variância de dois fatores (adesivo e camada de esfregaço). Um fator aleatório adicional foi incluído no modelo estatístico como meio de correção para as duas amostras (metade A + metade B) obtidas de um mesmo dente. O teste de comparações múltiplas de Tukey foi utilizado para comparação dos índices de resistência de união e das larguras médias das fendas ($p = 0,05$).

As correlações entre a acidez dos *primers* autocondicionantes com a resistência de união, bem como com a largura média das fendas foram realizadas por regressão simples. Também foram feitos testes de correlação e regressão entre a resistência de união e a largura média de fendas.

5 RESULTADOS

5.1 Titulação dos primers

O pH inicial, a titulação dos *primers* e os volumes máximos de NaOH necessários para que um pH=4 fosse atingido encontram-se na Tabela 5.1. (Como os desvios-padrão foram muito baixos, não foram incluídos – dados não mostrados).

Tabela 5.1 – Caracterização por meio da titulação dos *primers* autocondicionantes

<i>Primers</i> autocondicionantes	pH inicial	Faixa de pH da capacidade tampão	Volume de NaOH (1N x 10 ⁻¹ ml)
SE	1,60	4-5	0,30-0,35
SO	0,86	3-4	0,35-0,40
TY	0,03	0-1	0,75-0,80
H ₃ PO ₄ 35%	0,00	0-2	2,50-3,00

As curvas de titulação dos *primers* autocondicionantes e de uma solução de ácido fosfórico 35% encontram-se na figura 5.1.

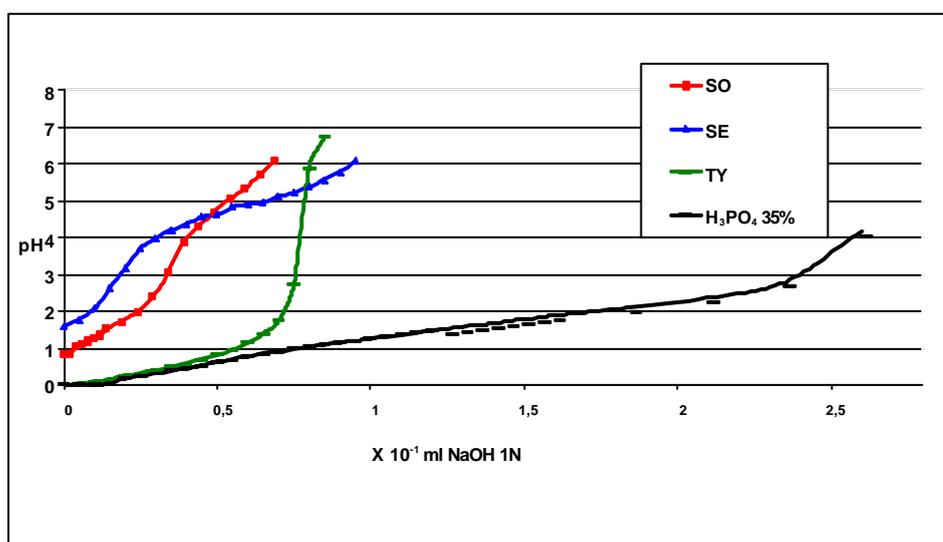


Figura 5.1 - Curvas de titulação dos primers autocondicionantes e do ácido fosfórico a 35%

O ácido fosfórico possui três constantes de dissociação (pKa). Contudo, na Figura 5.1, apenas a primeira inflexão da curva de titulação, correspondente ao primeiro valor de pKa, pode ser observada, porque o restante da curva foi retirado para permitir comparação com os *primers* autocondicionantes.

A curva de titulação do TY foi a que mais se assemelhou à porção inicial da do ácido fosfórico a 35% (pH=1, Figura 5.1). A taxa de aumento do pH deste primer também foi semelhante ao do ácido fosfórico a 35% na sua faixa de pH tampão (Tabela 5.1). Contudo, após essa faixa, um aumento abrupto do pH foi observado para TY enquanto o pH da curva do ácido fosfórico permaneceu praticamente inalterado. Apenas após a adição de 2,5 ml de NaOH, houve um aumento perceptível do pH do ácido fosfórico, atingindo o valor 4.

O *primer* do adesivo SE apresentou o pH inicial mais alto (1,6) e, sua curva de titulação, uma taxa de aumento de pH marcadamente menor na faixa de pH relacionada a sua capacidade tampão. O pH inicial do primer do adesivo SO foi de aproximadamente metade do *primer* do adesivo SE, com uma curva de titulação praticamente linear, diferentemente do ocorrido com os *primers* do adesivo SE e do *primer* TY.

5.2 Resistência de União (RU)

Uma análise de regressão demonstrou que não houve influência da espessura de dentina remanescente (EDR), em média de 2,5 mm, na resistência de

união ($p>0,05$). A área da seção transversal variou de 0,82 a 0,89 mm² e não se observou diferença entre os grupos experimentais ($p>0,05$).

Tabela 5.2 - Porcentagem de palitos (%) de acordo com o tipo de fratura* ou falha prematura para cada condição experimental

Sistemas adesivos	Camada de esfregaço					
	Lixa 60			Lixa 600		
Tipo de fratura	A/M	C	P	A/M	C	P
SE	88,9	7,4	3,7	81,6	14,7	3,7
SO	92,6	7,4	0,0	81,6	11,0	7,4
TY	83,0	0,0	17,0	89,0	0,0	11,0
MP	89,6	5,2	5,2	89,8	10,2	0,0

* A/M = adesiva / mista, C = coesiva em dentina (não houve fratura coesiva em resina) e P = perdidos por falha prematura

A porcentagem de palitos com falha prematura durante seu preparo, assim como de cada padrão de fratura nos grupos experimentais encontram-se na Tabela 5.2. As médias e desvios-padrão dos índices de resistência de união estão na Tabela 5.3.

Tabela 5.3 - Médias e desvios-padrão dos índices de resistência de união

Sistema Adesivo	(*)	Camada de esfregaço	
		Lixa 60	Lixa 600
SE	A	40,4±4,1	40,7±5,5
SO	A	36,6±4,1	35,7±3,9
TY	B	25,2±4,7	22,9±2,8
MP	A	44,3±3,6	40,8±7,3

(*) Letras iguais indicam não haver diferença estatisticamente significativa ($p>0,05$)

A análise de variância de dois fatores não detectou efeito nem para a espessura da camada de esfregaço ($p=0,72$) e nem para a interação ($p=0,66$). Entretanto, o adesivo influenciou significativamente os índices de resistência de união ($p=0,0001$). TY apresentou menor valor de resistência de união que os demais sistemas adesivos que alcançaram valores semelhantes entre si.

5.3 Avaliação da adaptação da interface (LM)

A análise de variância de dois fatores não apontou significância para a interação dos fatores adesivo e espessura da camada de esfregação ($p = 0,22$). Os fatores principais, por sua vez, foram ambos significativos. O sistema convencional MU apresentou as menores larguras médias de fenda. Considerando-se os sistemas autocondicionantes, a maior largura média de fendas foi encontrada para o de acidez fraca SE e a menor para o de alta acidez TY ($p = 0,001$) conforme mostrado na tabela 5.4. Houve também efeito significativo da espessura da camada de esfregação ($p = 0,008$). A largura média de fendas foi maior para a camada de esfregação espessa ($2,8 \pm 0,6 \mu\text{m}$) do que para a fina ($1,8 \pm 0,3 \mu\text{m}$).

Tabela 5.4 - Médias e desvios-padrão das larguras médias de fendas

Sistema Adesivo	(*)	Camada de esfregação	
		Lixa 60	Lixa 600
SE	A	$5,2 \pm 1,1$	$3,0 \pm 0,4$
SO	A,B	$3,2 \pm 0,8$	$2,1 \pm 0,5$
TY	B	$1,9 \pm 0,3$	$0,9 \pm 0,2$
MP	C	$0,8 \pm 0,2$	$1,0 \pm 0,1$

(*) Letras iguais indicam não haver diferença estatisticamente significativa ($p > 0,05$)

5.4 Correlações

5.4.1 pH inicial dos primers autocondicionantes e RU

Uma relação foi observada entre a resistência de união e a acidez (menor resistência para a maior acidez), mas ela não foi significativa ($R = 0,97$, $p = 0,15$), certamente devido ao pequeno número de pares de valores (Figura 5.2).

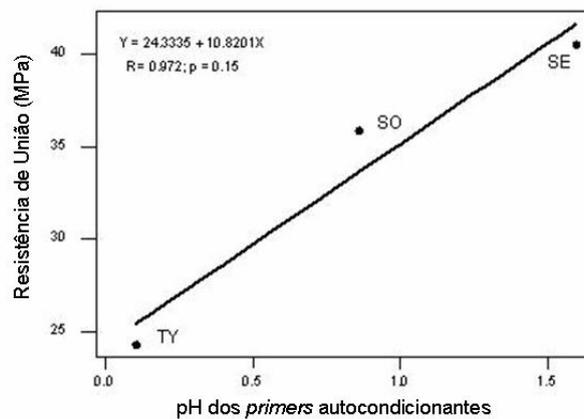


Figura 5.2 - Relação entre a acidez dos primers autocondicionantes e as médias de resistência de união

5.4.2 pH inicial dos primers autocondicionantes e Lm

Uma relação linear com correlação positiva e significativa foi encontrada para a acidez e a largura média de fenda ($R = 0,99$, $p = 0,02$). Deste modo, observou-se que as menores larguras médias de fenda foram encontradas para o sistema autocondicionante de maior acidez e as maiores para o sistema de menor acidez (Figura 5.3).

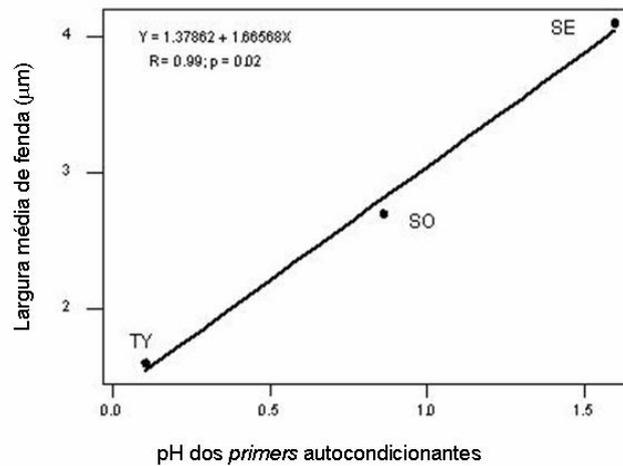


Figura 5.3 - Relação entre a acidez dos *primers* autocondicionantes e as larguras médias de fenda.

5.4.3 RU e Lm

A análise de regressão linear não detectou nenhuma relação entre a resistência de união e as larguras médias de fendas ($R = 0,04$, $p = 0,77$) (Figura 5.4).

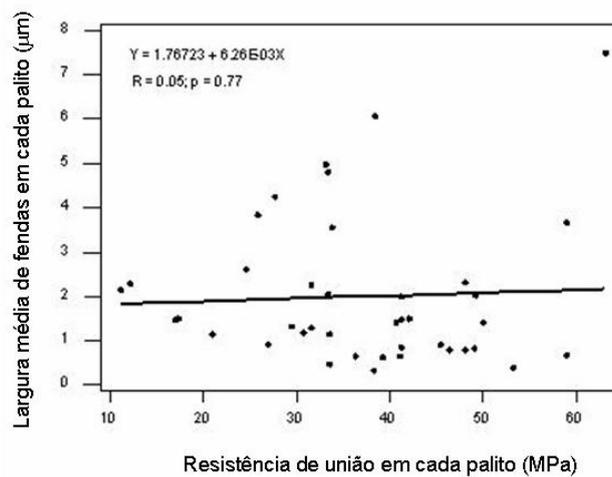


Figura 5.4 - Relação entre a largura média de fenda e a resistência de união

5.5 Micromorfologia

5.5.1 camada de esfregaço

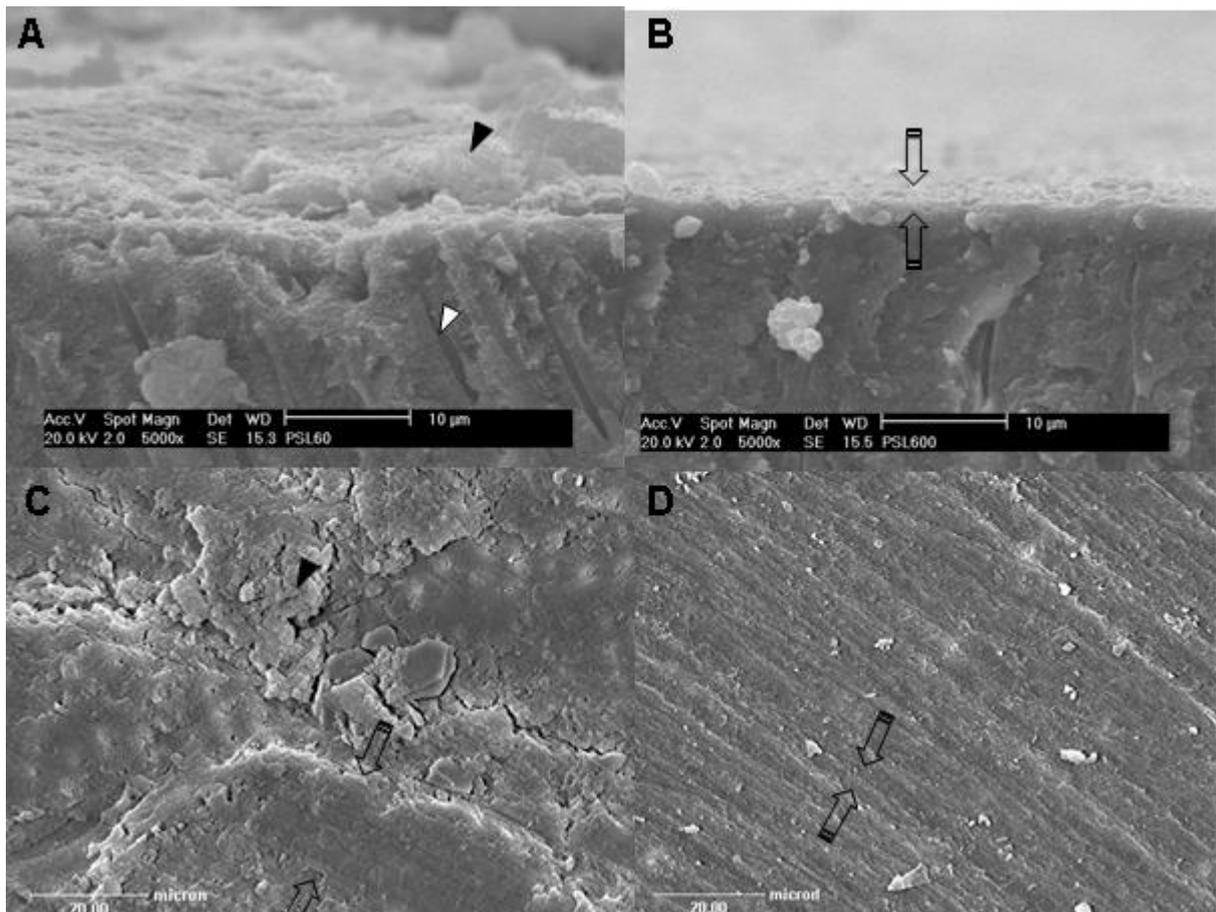


Figura 5.5 - Camada de esfregaço espessa e fina

A – vista lateral da superfície preparada com lixa 60 com depósitos granulares e volumosos (seta preta), interior de túbulo dentinário (seta branca); B – vista lateral da superfície preparada com lixa 600 e camada de esfregaço fina (entre setas abertas); C superfície preparada com lixa 60 com depósitos granulares volumosos (seta preta) e riscos largos (entre setas abertas); D – superfície preparada com lixa 600 e riscos finos (entre setas abertas). Notar a uniformidade da superfície

A superfície de dentina preparada com lixa 60 apresentou riscos largos e profundos (Figura 5.5C) e a camada de esfregaço não teve distribuição uniforme, formando depósitos granulares e aparentemente soltos em relação à dentina subjacente (Figura 5.5A e 5.5C). A média e o desvio-padrão da espessura da camada de esfregaço medida foram de $3,58 \pm 1,79 \mu\text{m}$.

A superfície preparada com lixa 600, por sua vez, apresentou um aspecto mais uniforme, com riscos mais finos e regularmente distribuídos (Figura 5.5 B e 5.5 D). A média e o desvio-padrão da espessura da camada de esfregaço medida foram de $1,37 \pm 0,78 \mu\text{m}$.

5.5.2 padrão de condicionamento

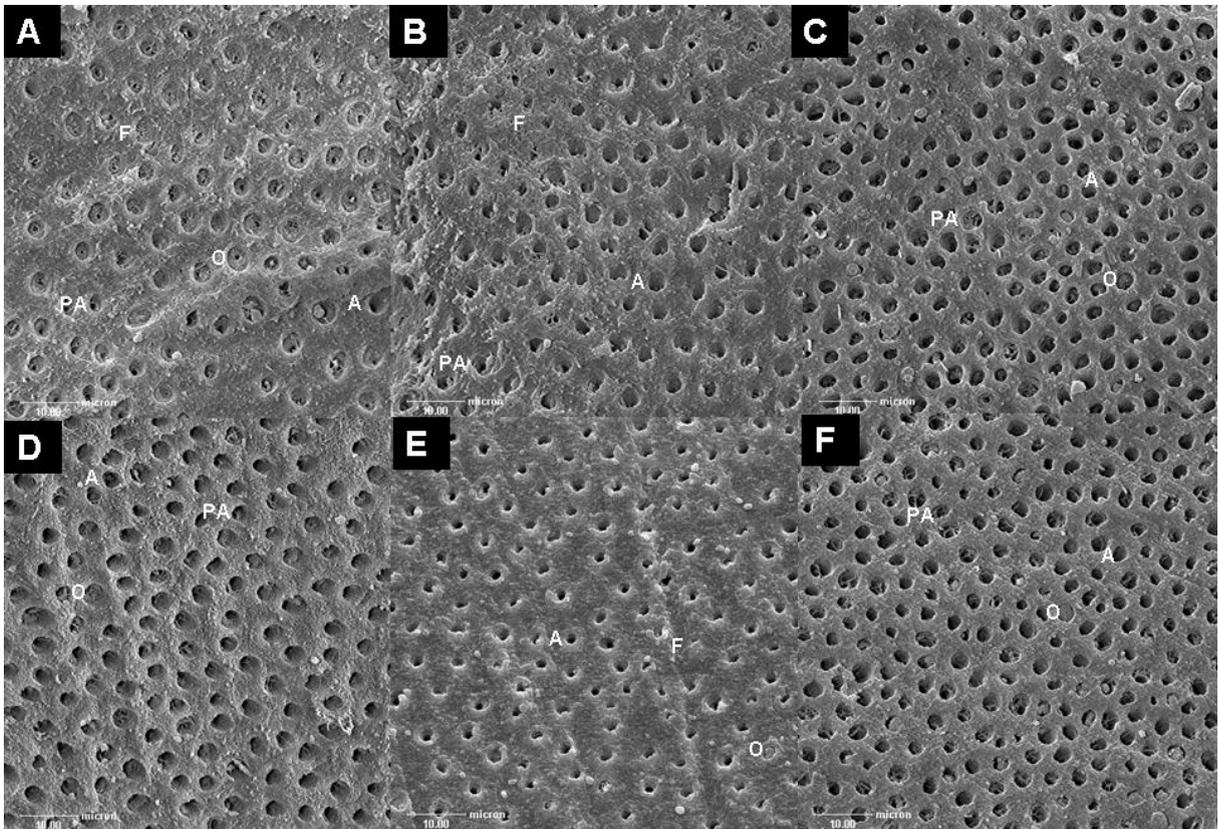


Figura 5.6 - Padrão de condicionamento dos *primers* autocondicionantes.

Da esquerda para a direita, o padrão de condicionamento com *primer* de SE (A e D), SO (B e E) e TY (C e F). As imagens de cima correspondem às superfícies tratadas com lixa 60 e as de baixo com lixa 600. As letras indicam a estrutura à sua direita: túbulos abertos (A), parcialmente abertos (PA), obstruídos (O) e fechados (F)

O tipo da camada de esfregaço teve efeito no padrão de condicionamento da superfície apenas para o sistema autocondicionante de acidez fraca, SE, onde se verificou uma alta concentração de túbulos dentinários obstruídos e parcialmente

abertos com poucos totalmente abertos quando este *primer* foi aplicado à superfície preparada com lixa 60 (Figura 5.6A). Por outro lado, quando aplicado à superfície preparada com lixa 600, a maior parte dos túbulos dentinários encontrou-se aberta (Figura 5.6D). (Os túbulos foram considerados fechados quando a estrutura da dentina peritubular não estava visível e, obstruídos quando havia material abaixo da superfície obstruindo o túbulo, mas a dentina peritubular podia ser identificada).

Não houve efeito do tipo de camada de esfregação no padrão de condicionamento da dentina nem para o sistema de acidez intermediária SO – Figura 5.6B e 5.6E, nem para o de acidez forte TY – Figura 5.6C e 5.6F e nem para as superfícies tratadas com ácido fosfórico que apresentaram o mesmo padrão de condicionamento com exposição das fibrilas de colágeno e remoção dos tampões de esfregação – Figura 5.7.

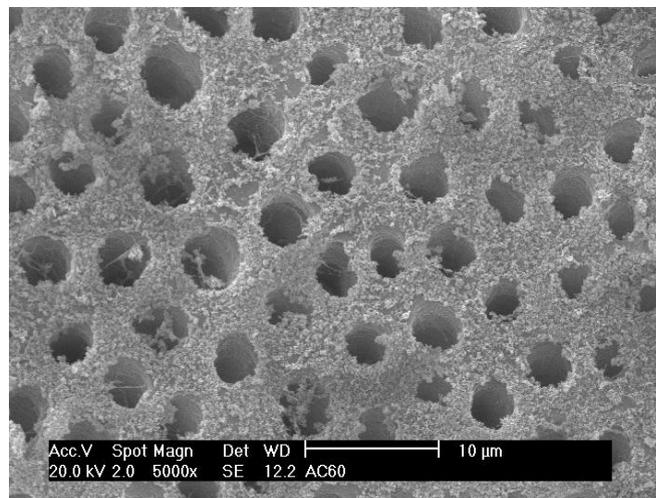


Figura 5.7 - Padrão de condicionamento da dentina com ácido fosfórico a 37%
Notar a exposição das fibrilas de colágeno além da abertura dos túbulos dentinários

Em relação aos sistemas autocondicionantes, a acidez influenciou o padrão de condicionamento da dentina, claramente quando se compara o sistema de acidez fraca SE e forte TY para as superfícies preparadas com lixa 60 (Figuras 5.6A e 5.6D). A diferença é mais sutil nas preparadas com lixa 600, mas se observa maior

quantidade de túbulos abertos para o sistema de acidez forte que o de acidez fraca em que a maior parte dos túbulos estava parcialmente aberta.

O *primer* de acidez intermediária apresentou um padrão de condicionamento intermediário quando aplicado a superfícies preparadas com lixa 60. Contudo, esta gradação não pôde ser observada quando foi aplicado a superfícies tratadas com lixa 600, apesar da maior parte dos túbulos se apresentarem abertos, uma vez que não havia obstrução aparente, suas aberturas eram irregulares devido à dissolução incompleta e não uniforme da camada de esfregaço na região da dentina intertubular (Figura 5.6E).

5.5.3 Formação de prolongamentos resinosos (tags)

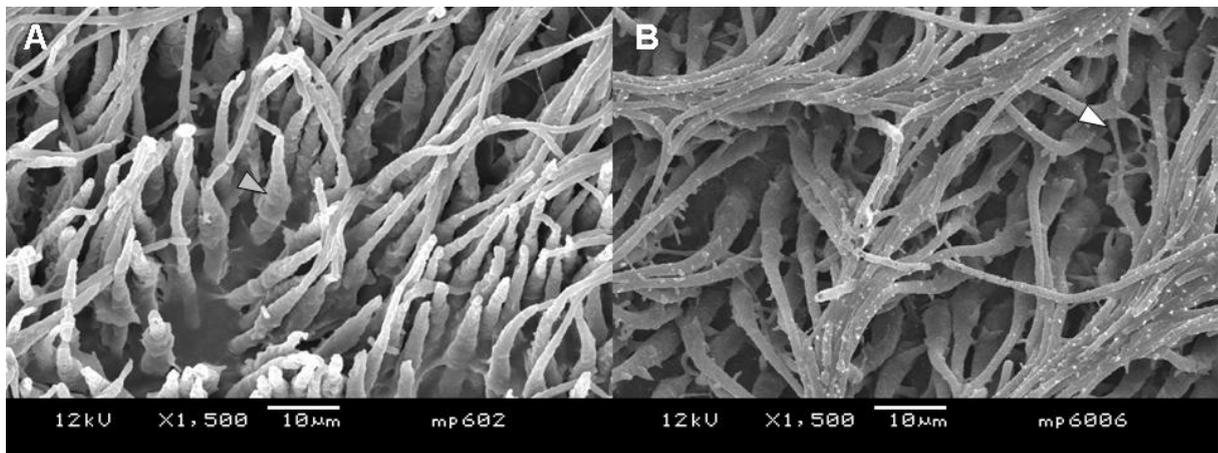


Figura 5.8 - Formação de prolongamentos resinosos do sistema convencional
Notar sua forma afunilada (seta cinza) e as ramificações laterais (seta branca)

O sistema convencional apresentou o melhor padrão de formação de prolongamentos resinosos porque, independentemente da espessura da camada de esfregaço, produziu em toda a superfície dentinária uma uniforme e alta

concentração de prolongamentos resinosos afunilados e sólidos com múltiplas ramificações laterais (Figura 5.8).

Em geral, a formação de prolongamentos resinosos não foi uniforme para os sistemas autocondicionantes. Numa mesma superfície pode-se observar áreas com prolongamentos fraturados ou com formação incompleta devido à falha na infiltração de monômeros resinosos, e áreas completamente diferentes, com alta concentração de prolongamentos resinosos, apesar de eles terem apresentado um padrão aquém do obtido pelo sistema convencional. Observou-se que a acidez influenciou a formação dos prolongamentos resinosos e quanto mais ácido o sistema autocondicionante, maior a densidade de prolongamentos resinosos por área.

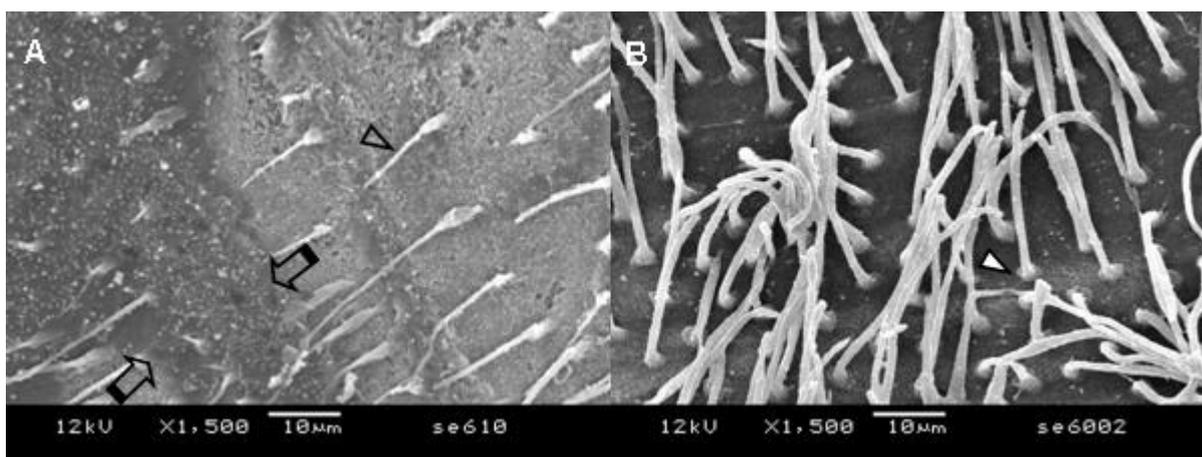


Figura 5.9 - Formação de prolongamentos resinosos de SE Superfícies preparadas com lixa 60 (A) e 600 (B). Notar prolongamentos resinosos em forma de agulha (seta aberta), ausência de prolongamentos resinosos nas áreas com riscos mais aparentes (entre setas) e seção transversal uniforme desde a base dos prolongamentos resinosos (seta branca)

O sistema de acidez fraca SE apresentou diferenças marcantes na formação dos prolongamentos resinosos para as superfícies tratadas com lixa 60 e 600 (Figura 5.9A e 5.9B). Em camadas de esfregaço espessas, foram observadas áreas com raros prolongamentos resinosos curtos que se assemelhavam a agulhas, devido à menor dissolução dos tampões da camada de esfregaço (*smear plugs*), conforme observado na condição correspondente de padrão de condicionamento deste *primer*

(Figura 5.6A). Houve áreas caracterizadas por riscos mais marcados, onde não se formaram prolongamentos resinosos (Figura 5.9A). Este padrão não foi observado em nenhuma outra condição experimental

Contrariamente ao que ocorreu com o sistema convencional, no qual houve dissolução da dentina peritubular com formação nítida de prolongamentos resinosos em forma de funil, para o sistema de acidez fraca, ambas as superfícies (lixa 60 e 600), apresentaram áreas com prolongamentos resinosos de seção transversal uniforme e comprimentos variados.

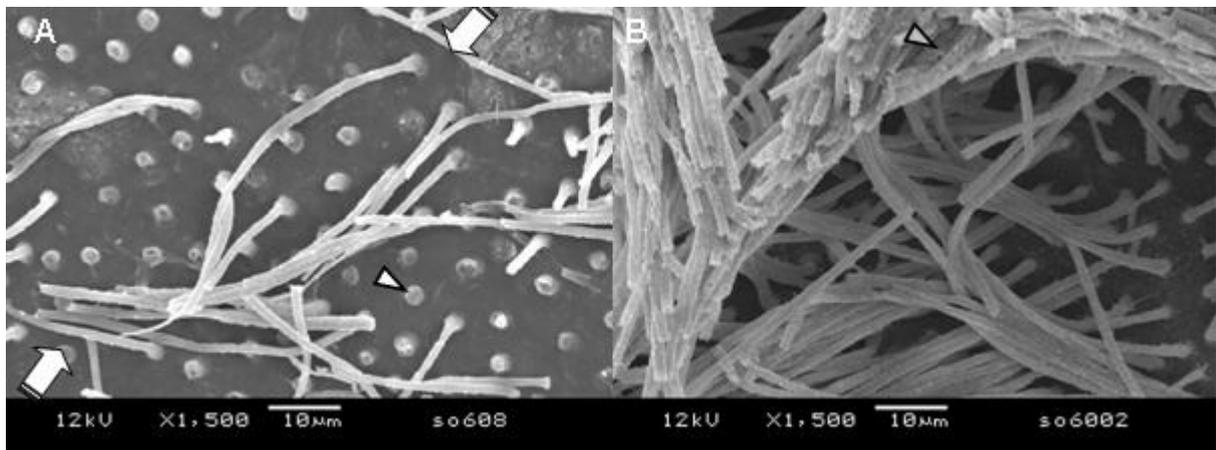


Figura 5.10 - Formação de prolongamentos resinosos de SO
Superfície preparada com lixa 60 (A) e 600 (B). Notar a regularidade de diâmetro dos remanescentes de prolongamentos resinosos com aspecto de fraturados (seta branca) concentrados numa área com risco aparente (entre setas) e aspecto poroso dos prolongamentos resinosos formados (seta cinza)

O sistema de acidez intermediária também sofreu influência da espessura da camada de esfregação, mas o efeito da camada espessa (lixa 60) foi menos pronunciado: pode ter ocorrido formação incompleta de prolongamentos resinosos, ou fratura dos mesmos já que os remanescentes apresentam regularidade em seu diâmetro (Figura 5.10A). Para as duas condições de tratamento com lixa, observaram-se áreas com maior concentração de prolongamentos resinosos (Figura 5.10B), mas a frequência de prolongamentos resinosos com aspecto de fraturados era maior para as preparadas com lixa 60. É interessante notar a presença de

porosidade ao longo dos prolongamentos resinosos, com maior concentração em suas extremidades (Figura 5.10B).

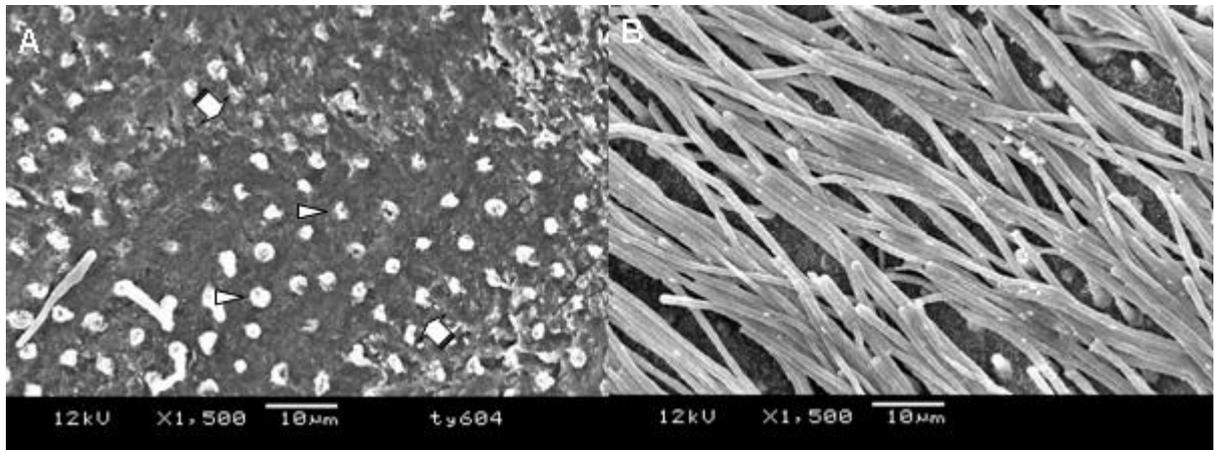


Figura 5.11 - Formação de prolongamentos resinosos de TY

Padrão 1 (A): notar irregularidade de forma e diâmetro dos remanescentes de prolongamentos resinosos (seta branca) provavelmente devido à infiltração incompleta de monômeros resinosos nas áreas com risco aparente (entre setas). Padrão 2 (B): alta concentração de prolongamentos resinosos longos e com seção transversal uniforme ao longo de seu comprimento

O sistema de acidez forte não foi afetado pela espessura da camada de esfregaço, e para ambas, foram observados dois padrões distintos de formação de prolongamentos resinosos: 1) áreas com infiltração incompleta de monômeros resinosos, denotada pela irregularidade de formato e diâmetro dos remanescentes de prolongamentos resinosos observados (Figura 5.11A); e 2) áreas com o padrão mais parecido com o do sistema convencional, com maior concentração de prolongamentos resinosos que a dos sistemas de menor acidez. Embora no sistema autocondicionante de acidez forte os prolongamentos pareçam ter diâmetro mais regular que os obtidos com a utilização do sistema convencional, mais afunilado. O segundo padrão (Figura 5.11B) foi mais freqüente, mas ambos foram identificados independentemente da espessura da camada de esfregaço.

6 DISCUSSÃO

Novos sistemas adesivos são lançados no mercado com intervalos de tempo relativamente curtos, o que suscita preocupação quanto à sua eficiência, pois a avaliação prévia à comercialização usualmente se restringe aos testes laboratoriais. Neste sentido, estudos envolvendo testes de tração ou cisalhamento, e suas versões mais recentes de micro tração e micro cisalhamento, juntamente com os testes de infiltração marginal são os mais freqüentes na literatura.

Na grande maioria destes estudos *in vitro*, apenas um dos métodos de avaliação é utilizado⁷⁵. Apesar disso, é razoável se ter como meta para um sistema adesivo a obtenção de altos valores de resistência de união, para que a interface resista às tensões de contração de polimerização da resina restauradora³², associados a uma boa adaptação da interface de união, para prevenir a infiltração marginal, visando um bom desempenho clínico.

Contudo, um bom resultado imediato não garante sua efetividade em longo prazo, e alguns sistemas adesivos apresentam diminuição significativa de sua resistência de união com o passar do tempo⁷. Por outro lado, é importante que a união inicial seja confiável para que se possam avaliar os efeitos do envelhecimento *in vitro*⁵⁶, uma vez que nos estudos *in vivo* é muito difícil estabelecer as causas de falha, devido à interação de múltiplos fatores envolvidos no envelhecimento da restauração⁷.

Independentemente da abordagem técnica pertinente ao sistema adesivo, com remoção ou não da camada de esfregaço, a eficiência da adesão à dentina está diretamente associada à formação da camada híbrida.

Os resultados deste estudo indicam que, para o sistema adesivo convencional, não houve influência da camada de esfregaço na resistência de união, nem na adaptação da interface de união, em concordância com a literatura^{13, 60}. Isto porque o ácido fosfórico promove uma remoção praticamente completa da camada de esfregaço²⁴ e ainda uma desmineralização em profundidades de 3,0 a 7,5 μm , dependendo da sua concentração, pH, viscosidade e tempo de aplicação^{6, 20}. Com isso, ocorre exposição de uma trama de fibrilas de colágeno passível de ser infiltrada subsequente por monômeros resinosos, promovendo um forte embricamento mecânico responsável por altos valores de resistência de união^{29, 30}. Assim, o sistema convencional produziu, independentemente da espessura da camada de esfregaço, a mais uniforme e aparentemente densa formação de prolongamentos resinosos com múltiplas ramificações (Figura 5.8)⁷⁶. Estas observações são compatíveis com os altos valores de resistência de união e excelente adaptação da interface observados (Tabela 5.3 e Tabela 5.4).

Contudo, uma diminuição de resistência ao longo do tempo para este tipo de junta adesiva poderia ser atribuída a uma degradação química, em função da não permeação total da dentina desmineralizada pelos monômeros resinosos^{18, 52, 57, 58}.

Teoricamente, este inconveniente poderia ser minimizado ou até mesmo evitado com os sistemas autocondicionantes, uma vez que, para eles, a desmineralização e a infiltração ocorrem simultaneamente, graças à incorporação em sua formulação de monômeros acídicos polimerizáveis^{3, 4}. Além disso, a eliminação da etapa de lavagem leva a uma economia de tempo clínico e menor

sensibilidade técnica, uma vez que não há necessidade de controle rigoroso da umidade da dentina desmineralizada, que é individual para cada sistema adesivo³⁰, a fim de se evitar o colapso de fibrilas colágeno que comprometeria a formação da camada híbrida.

No caso dos sistemas autocondicionantes, observou-se que, dependendo da sua acidez, a camada híbrida resultante pode apresentar duas partes^{4, 77}. Uma resulta da infiltração dos monômeros resinosos na camada de esfregaço que é incorporada à interface de união. A outra corresponde à verdadeira camada híbrida formada com a desmineralização e infiltração da dentina intacta subjacente^{3, 4}. Entretanto, para que esta hibridização ocorra, é preciso que os monômeros resinosos acídicos penetrem além da camada de esfregaço e mantenham acidez suficiente para desmineralizar a dentina intacta subjacente^{3, 4, 77}.

Portanto, a espessura da camada de esfregaço gerou preocupações, por ser também substrato de união para os sistemas autocondicionantes. É razoável se esperar que sistemas autocondicionantes de acidez fraca pudessem ser bloqueados ou tamponados por camadas de esfregaço espessas e, assim, ficarem impedidos de interagir com a dentina subjacente. Neste sentido, estudos registraram menores valores de resistência de união para alguns sistemas autocondicionantes aplicados em camadas de esfregaço espessas^{8, 9, 10, 13, 60}.

Hoje, uma grande variedade de sistemas autocondicionantes se encontra disponível no mercado. Eles diferem no número de frascos, etapas de aplicação e acidez do *primer*. Os três sistemas de duas etapas adotados neste estudo foram selecionados com base na acidez. O sistema Clearfil SE Bond (SE) pode ser considerado de acidez fraca, enquanto os sistemas Optibond Solo Plus Self-Etch Primer (SO) e Tyrian SPE (TY) de acidez intermediária e alta, respectivamente.

Apesar das diferenças em acidez, todos eles parecem capazes de formar camada híbrida, que, no entanto, diferem em dimensão, quando aplicados a camadas de esfregação finas e espessas³. Com exceção do TY, que será discutido mais adiante, todos os sistemas adesivos estudados produziram valores de resistência de união semelhantes, corroborando com resultados obtidos em outros estudos^{11, 12}.

Isto sugere que a capacidade tampão da camada de esfregação é baixa, ou que ela não constitui barreira física que impeça o *primer* de atingir e condicionar a dentina intacta subjacente^{4, 12}. Também se pode depreender que, mesmo uma camada híbrida muito fina é suficiente para produzir uma forte resistência de união entre resina e dentina. Embora, uma correlação entre a espessura da camada híbrida e os valores de resistência de união ainda não tenha sido estabelecida na literatura^{78, 79}.

Além da espessura, muitas outras características da camada de esfregação podem influenciar na união adesiva à dentina. Assim, devem-se levar em consideração outros fatores como a maneira de obtenção desta camada, que pode ser por lixas abrasivas, pontas de diamante e brocas de aço, entre outros.

Verificou-se que camadas de esfregação de mesma espessura podem variar, conforme seu método de produção, em características como rugosidade e densidade^{11, 13}. Foi demonstrado que a rugosidade da camada de esfregação afeta os valores de resistência de união¹³. Pontas de diamante produzem uma camada de esfregação mais densa que a produzida por lixas abrasivas¹³ e, portanto, oferece maior resistência à remoção por ácidos. Além disso, a padronização da camada de esfregação produzida por pontas de diamante ou brocas apresenta uma sensibilidade técnica muito maior que a produzida por lixas abrasivas^{13, 60}.

Ao lado das características da camada de esfregaço, a eficiência dos sistemas autocondicionantes depende de sua própria formulação. Fatores como a constante de dissociação da solução ácida, capacidade tampão (pKa), compatibilidade de parâmetros de solubilidade com a dentina, que afeta o seu molhamento, e teor de solvente utilizado como veículo podem influenciar os resultados encontrados^{6, 20}. Entre eles, o pH dos *primers* autocondicionantes é um parâmetro utilizado para sua classificação³.

Como o pH é definido como cologarítimo da concentração hidrogeniônica, pequenas diferenças nos valores de pH podem significar que uma substância é 100 vezes mais ácida que a outra⁸⁰. Ao lado do pH inicial, a capacidade tampão dos *primers* autocondicionantes também é importante, pois indica sua resistência à neutralização por componentes da camada de esfregaço e da dentina. Já que é necessário manter acidez suficiente para a hibridização.

As curvas de titulação da Figura 7 registram as alterações de pH dos *primers* autocondicionantes estudados conforme o desafio de neutralização imposto pelo acréscimo gradativo de alíquotas de 0,05 ml de NaOH, uma solução básica forte. A faixa de pH correspondente à capacidade tampão das soluções pode ser percebida nestas curvas, pois há uma redução da taxa de aumento do pH, que praticamente forma um platô, entre o pH de 4 e 5 para SE e de 0 e 1 para TY.

TY apresentou a curva de titulação mais parecida com a da porção inicial do ácido fosfórico a 35%, o que pode ser bastante crítico em se tratando de um sistema autocondicionante. Foi demonstrado que apenas 12 a 14% de ácido fosfórico a 35% permanecem na dentina após a lavagem⁸¹, contudo, para os sistemas autocondicionantes, como não há etapa de lavagem após o condicionamento, sua

neutralização depende da remoção do solvente e conseqüente aumento da viscosidade, aliada à polimerização dos monômeros acídicos.

Estudos recentes demonstraram evidências de discrepância entre desmineralização e infiltração de monômeros resinosos para sistemas autocondicionantes, o que foi atribuído a uma continuação do processo de desmineralização após a polimerização do adesivo^{63, 64, 65}. Esta possibilidade parece bastante plausível, especialmente para o sistema de acidez alta deste estudo (TY), que apresentou a maior capacidade tampão na menor faixa de pH entre 0 e 1 (Tabela 5.1).

Apesar de os sistemas autocondicionantes de maior acidez conduzirem à formação de camadas híbridas mais espessas, o que poderia criar uma expectativa de melhor resistência de união, neste estudo isto não ocorreu com o sistema TY, que obteve os menores valores. Todavia isto está de acordo com o observado em outros trabalhos^{11, 72, 82}. A alta ionização dos monômeros de TY é alcançada com um elevado teor de solvente, maior que dos demais *primers* autocondicionantes (dados não publicados). Conseqüentemente, após a evaporação do solvente, a quantidade de material resinoso disponível pode ser insuficiente para a promoção de uma boa polimerização, além desta ser mais facilmente inibida pelo oxigênio^{83, 84}. O aumento verificado na resistência de união com maior número de camadas do *primer* autocondicionante de acidez forte reforça a hipótese anterior⁸³.

Neste estudo, também o adesivo utilizado com o TY, One Step Plus, pode ter colaborado no mesmo sentido, já que também possui um alto teor de solvente. Além disso, já foi demonstrado que a diminuição do teor de solvente destes adesivos, pela evaporação ocorrida durante a vida útil, melhora a integridade da interface^{85, 86} e as propriedades mecânicas do polímero formado^{14, 86}.

Num estudo com sistemas autocondicionantes experimentais, verificou-se que o teor de água influencia seu potencial de desmineralização e o desempenho do adesivo. Assim se faz necessário equilíbrio na formulação dos mesmos, para que haja água suficiente para ionização adequada dos monômeros acídicos sem uma redução muito grande da sua concentração, para obtenção de alta resistência de união com um mínimo de nanoinfiltração⁸⁷.

Muitos estudos têm avaliado a interface adesiva por meio de testes de resistência de união. Contudo, poucos se preocupam em averiguar a integridade da interface, por meio da mensuração de fendas. Além disso, há carência de estudos envolvendo sistemas autocondicionantes, que complemente a interpretação dos resultados de resistência de união e adaptação da interface, com aspectos de micromorfologia referente às duas etapas críticas da hibridização: o efeito do condicionamento da dentina e formação de prolongamentos resinosos.

Neste estudo, a largura média das fendas foi influenciada tanto pela espessura da camada de esfregaço, como pela acidez dos *primers* autocondicionantes (Tabela 5.4).

É evidente, pelos dados da literatura, que sistemas autocondicionantes com *primers* mais ácidos penetram mais profundamente na dentina subjacente à camada de esfregaço e formam camadas híbridas mais espessas, comparáveis às de sistemas que utilizam o ácido fosfórico^{4, 12, 13, 72}. Em concordância com estes dados, neste estudo, se observou que quanto maior a acidez dos *primers* autocondicionantes, maior a efetividade da remoção da camada de esfregaço espessa (lixa 60).

É interessante notar que, ao contrário da camada de esfregaço obtida com a lixa 600, considerada fina ($1,37 \pm 0,78 \mu\text{m}$), a camada de esfregaço referente à lixa

60, considerada espessa ($3,58 \pm 1,79 \mu\text{m}$), não foi uniforme ao longo da superfície de dentina (Figura 5.5) possuindo depósitos granulares amorfos, aparentemente soltos em algumas áreas e mais finos e compactados em outras, o que sugere diferenças quanto a sua densidade. Estas características estão de acordo com a literatura que registra maiores valores de desvio padrão para maiores espessuras da camada de esfregaço, que pode ser indicativo da sua falta de uniformidade¹³.

Deste modo, é razoável supor que uma maior densidade da camada de esfregaço em algumas áreas poderia, dependendo do potencial de desmineralização do *primer* autocondicionante, impedir sua dissolução completa e dificultar a infiltração de monômeros resinosos.

Observou-se neste estudo, que quanto maior a acidez do sistema autocondicionante, maior foi a quantidade de túbulos dentinários abertos após a aplicação do *primer*, indicativo de uma maior eficiência na remoção da camada de esfregaço, e maior a semelhança com o padrão de condicionamento da dentina proporcionado pelo ácido fosfórico (Figura 5.6). De modo semelhante ao previamente observado para o sistema autocondicionante Prompt-L-Pop, considerado de acidez forte, os tampões de esfregaço (*smear plugs*) foram extensivamente dissolvidos pelo *primer* mais ácido deste estudo (TY)^{3, 4}.

Estas observações estão de acordo com o verificado em outro trabalho, que apontou para um maior aumento da permeabilidade dentinária com a aplicação do Prompt-L-Pop (acidez forte) do que com o uso de Clearfil SE Bond (acidez fraca)⁸⁸.

Como pode ser observado na tabela 5.4, as larguras médias das fendas foram significativamente menores para o sistema convencional e, entre os autocondicionantes, TY, especialmente na condição de camada de esfregaço do tipo fina (lixa 600), foi o que apresentou adaptação mais parecida. Isto poderia ser

explicado pelo papel desempenhado pela camada híbrida que evita mudanças abruptas de rigidez da dentina para a resina composta por possuir módulo de elasticidade intermediário entre as duas estruturas¹⁵ Em conjunto com o adesivo, eles podem absorver a tensão de contração de polimerização da resina composta melhorando a capacidade de deformação do conjunto (*compliance*) e evitando a ruptura da interface de união durante a confecção da restauração^{41, 42}. Esta hipótese é reforçada pela correlação significativa encontrada neste estudo entre a acidez e a largura média de fendas, que relaciona melhor adaptação à maior acidez do sistema autocondicionante.

É intrigante verificar que menores larguras médias de fendas não conduziram a melhores resultados de resistência de união aferida no caso dos sistemas autocondicionantes. Embora para a variável RU o TY tenha obtido valores mais baixos que os demais sistemas, que foram semelhantes entre si, não se observaram correspondência com os resultados de larguras médias de fendas. Para esta variável (Lm), o TY foi pior que o sistema convencional (MP), porém, igual ao SO e melhor que o SE.

Observou-se que os sistemas autocondicionantes, independentemente de sua acidez e da espessura da camada de esfregaço, apresentaram falhas na formação de prolongamentos resinosos, seja na extensão ou mesmo por rupturas, que ocorreram em diferentes graus em algumas áreas ao longo da superfície restauradora, ao contrário do observado para o sistema convencional, que obteve a mais densa e uniforme formação de prolongamentos resinosos (Figura 5.8).

A largura média de fendas foi maior para a camada de esfregaço espessa ($2,8 \pm 0,6 \mu\text{m}$) do que para a fina ($1,8 \pm 0,3 \mu\text{m}$). É possível que a camada de esfregaço mais espessa reduza o potencial de condicionamento do *primer*

autocondicionante tanto pela barreira física imposta como pela neutralização de parte dos monômeros acídicos. Este efeito foi observado, de modo mais evidente, em algumas áreas com formação incompleta de prolongamentos resinosos na condição experimental do *primer* de acidez fraca aplicado à superfície obtida por lixa 60 (Figura 5.9A).

Neste estudo, a espessura da camada de esfregaço influenciou acentuadamente o padrão de condicionamento da dentina apenas para o autocondicionante de baixa acidez, SE. Para este sistema, numerosos túbulos obstruídos foram observados após a aplicação do *primer* em camada de esfregaço espessa (Figura 5.6A), não havendo, portanto, dissolução completa dos tampões de esfregaço conforme previamente descrito em estudos com MEV e MET^{3, 4, 13}.

Ainda com relação aos autocondicionantes de menor acidez, alguns autores especularam sobre a possibilidade de separação da camada de esfregaço hibridizada da camada híbrida verdadeira⁴. O raciocínio por trás desta especulação é de que o único material a unir as duas camadas é a resina que se difundiu por entre as partículas de agregados que formam a camada de esfregaço, infiltrando-se inclusive nos tampões de esfregaço hibridizados. Não se sabe se a interação entre a resina e as partículas globulares da camada de esfregaço promove reforço ou não do conjunto como ocorreria num compósito. Outra preocupação é de que não haja material resinoso suficiente para formar prolongamentos resinosos e promover vedamento suficiente para evitar a infiltração de fluidos e produtos microbianos para a polpa²⁰.

Frente aos resultados deste estudo, ambas as possibilidades não podem ser descartadas, uma vez que houve efeito negativo para o sistema de acidez fraca da camada de esfregaço espessa, que levou à formação incompleta de prolongamentos

resinosos. Provavelmente estas falhas propiciaram uma diminuição localizada da resistência de união, que resultaram na formação de maiores larguras médias de fendas.

É interessante notar que, embora apenas o TY tenha apresentado RU estatisticamente menor, observa-se também uma diminuição numérica desses valores para o SO e, neste caso específico, observou-se aspecto poroso de seus prolongamentos resinosos (Figura 5.10B) que pode ter reduzido suas propriedades mecânicas. Evaporação incompleta do solvente é uma explicação possível para este achado uma vez que este sistema apresenta etanol em sua composição e até mesmo sistemas com solvente de maior pressão de vapor, apresentaram evaporação incompleta⁶⁸.

A irregularidade na formação de prolongamentos resinosos e sua fratura associada à formação de porosidade no sistema de acidez intermediária também pode estar relacionada à separação de fases, já que uma difusão diferencial dos monômeros na camada híbrida pode resultar em diferenças regionais de composição e afetar a efetividade de polimerização, comprometendo a resistência coesiva dos prolongamentos resinosos⁶⁸. Neste sentido, a ausência de HEMA na composição do *primer* pode ter contribuído para uma possível separação de fases, pois este monômero promoveu o desaparecimento de gotículas de solvente, mesmo em sistemas adesivos experimentais comprovadamente mais propensos ao aprisionamento do solvente⁶⁷.

Considerando-se o sistema autocondicionante de alta acidez (TY), houve uma maior frequência de áreas com formação de prolongamentos resinosos longos e densamente concentrados, portanto, mais parecidas com o padrão observado para o sistema convencional. Por outro lado, também se observou áreas com

remanescentes de prolongamentos resinosos irregulares em forma e tamanho sugestivos de remoção incompleta da camada de esfregaço (Figura13A) o que pode ter contribuído com sua menor resistência de união.

Foi previamente demonstrado que o ácido fosfórico provoca desnaturação do colágeno e formação de uma camada de esfregaço gelatinizada que não é removida totalmente com a lavagem²⁴. Se um efeito semelhante ocorresse com a utilização do primer mais ácido deste estudo, como não há uma etapa de lavagem para os sistemas autocondicionantes, é possível que em áreas com camada de esfregaço mais densas e encrustradas na dentina subjacente haja uma remoção incompleta que prejudique a infiltração de monômeros resinosos. Contudo, esta questão precisaria ser diretamente investigada num estudo específico.

Neste estudo, tanto o padrão de condicionamento da dentina como as formações de prolongamentos resinosos, obtidos de sistemas autocondicionantes com diferentes pHs, constituíram aspectos de micromorfologia provavelmente mais relacionados à adaptação da interface. Neste sentido, a acidez destes sistemas já foi previamente correlacionada especificamente à espessura da camada híbrida⁷², que pode influenciar também a capacidade de absorção de tensões¹⁵.

Com relação à falta de correlação entre os resultados de resistência de união e larguras médias de fendas apontada em alguns estudos, sugeriu-se que ela pode estar relacionada ao fato das duas propriedades serem usualmente avaliadas em diferentes espécimes em que variáveis como o fator C e a contração de polimerização poderiam alterar estes resultados⁴⁷.

Em face disso, alguns estudos procuraram relacionar dados de selamento marginal, micro e nanoinfiltração com resistência de união obtidos de um mesmo espécime^{46, 51, 53, 89}. Assim, a resistência de união foi medida em palitos previamente

infiltrados com nitrato de prata⁸⁹ e tentou-se correlaciona-la à nanoinfiltração na camada híbrida de palitos infiltrados com nitrato de prata para sistemas adesivos convencionais^{53; 51}.

Entretanto, como neste estudo, quase nenhum outro conseguiu estabelecer uma correlação significativa entre as propriedades de adaptação e resistência de união. Detectou-se que a resistência de união era significativamente maior para os espécimes com menor infiltração, embora não tenha sido estabelecida correlação significativa entre ambas⁸⁹. Noutro estudo⁵², houve maior correlação entre a resistência de união e a infiltração com nitrato de prata nos espécimes com 9 meses de idade de Clearfil Liner Bond 2V ($R^2=0.844$) que nos de menor idade (1 dia, 3 e 6 meses). É provável que as diferenças entre os estudos estejam relacionadas às metodologias aplicadas. Enquanto este estudo mediu a largura média das fendas ao longo da interface de união, no trabalho deles se avaliou a infiltração com nitrato de prata.

Assim, estudos específicos comparando as duas metodologias para análise da adaptação da interface poderiam esclarecer melhor os fatores que influenciam estas variáveis e a interpretação dos resultados obtidos.

Por fim, é preciso lembrar que a resistência de união e a adaptação da interface dependem de múltiplos fatores, entre eles, a própria composição do sistema adesivo, impossível de ser controlada num estudo com produtos comerciais. Neste sentido, estudos futuros com formulações experimentais poderiam ajudar a otimizar parâmetros relacionados ao potencial de desmineralização, infiltração e eficiência de polimerização *in situ* dos sistemas adesivos, proporcionando uma união com a dentina mais durável, com sensibilidade técnica reduzida e aliada à praticidade oferecida pelos sistemas autocondicionantes.

7 CONCLUSÕES

Concluiu-se que:

1. A resistência de união foi influenciada apenas pelo sistema adesivo. O sistema autocondicionante de acidez forte apresentou os menores valores de resistência de união comparados com os demais adesivos semelhantes entre si, independentemente da espessura da camada de esfregaço.
2. A adaptação da interface de união foi afetada pelo sistema adesivo e pela espessura da camada de esfregaço. O sistema convencional apresentou as menores larguras médias de fendas e, entre os sistemas autocondicionantes, quanto maior a acidez, melhor foi a adaptação observada (correlação entre pH e larguras médias de fendas significativa). A camada de esfregaço espessa também resultou em maiores larguras médias de fendas.
3. O padrão de condicionamento da dentina variou conforme a acidez do *primer* autocondicionante e a espessura da camada de esfregaço: houve maior dificuldade de remoção da camada de esfregaço espessa (lixa 60) pelo *primer* de acidez fraca que com o de acidez forte.
4. A formação de prolongamentos resinosos foi uniforme e densa para o sistema convencional. Para os sistemas autocondicionantes, especialmente na condição experimental de camada de esfregaço espessa (lixa 60), houve infiltração incompleta dos monômeros resinosos e aspecto de fratura de prolongamentos resinosos em

algumas áreas em diferentes graus conforme a acidez do sistema autocondicionante.

Portanto, apenas o sistema convencional conseguiu aliar altos valores de resistência de união com uma boa adaptação marginal associados a aspectos de micromorfologia compatíveis.

REFERÊNCIAS ¹

1. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003;28(3):215-35.
2. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Carvalho RM, Russell CM. Bond strength versus dentine structure: a modelling approach. *Arch Oral Biol* 1995;40(12):1109-18.
3. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 2001;17(4):296-308.
4. Tay FR, Sano H, Carvalho R, Pashley EL, Pashley DH. An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. *J Adhes Dent* 2000;2(2):83-98.
5. Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, et al. Adhesives and Cements to Promote Preservation Dentistry. *Oper Dent* 2001;26 suppl:119-44.
6. Pashley DH. The effects of acid etching on the pulpodentin complex. *Oper Dent* 1992;17(6):229-42.
7. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 2005;84(2):118-32.
8. Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N. Bonding to dentin with a self-etching primer: the effect of smear layers. *Dent Mater* 2001;17(2):122-6.
9. Miyasaka K, Nakabayashi N. Combination of EDTA conditioner and phenyl-P/HEMA self-etching primer for bonding to dentin. *Dent Mater* 1999;15(3):153-7.
10. Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Nakajima M, Pereira PN, Tagami J. Effects of different burs on dentin bond strengths of self-etching primer bonding systems. *Oper Dent* 2001;26(4):375-82.

¹ De acordo com estilo Vancouver. Abreviatura de periódicos segundo base de dados MEDLINE.

11. Tani C, Finger WJ. Effect of smear layer thickness on bond strength mediated by three all-in-one self-etching priming adhesives. *J Adhes Dent* 2002;4(4):283-9.
12. Tay FR, Carvalho R, Sano H, Pashley DH. Effect of smear layers on the bonding of a self-etching primer to dentin. *J Adhes Dent* 2000;2(2):99-116.
13. Oliveira SS, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW. The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs. a total-etch system. *Dent Mater* 2003;19(8):758-767.
14. Takahashi A, Sato Y, Uno S, Pereira PN, Sano H. Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. *Dent Mater* 2002;18(3):263-8.
15. Van Meerbeek B, Willems G, Celis JP, Roos JR, Braem M, Lambrechts P, et al. Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. *J Dent Res* 1993;72(10):1434-42.
16. Miller RG, Bowles CQ, Chappelow CC, Eick JD. Application of solubility parameter theory to dentin-bonding systems and adhesive strength correlations. *J Biomed Mater Res* 1998;41(2):237-43.
17. Anusavice K. *Phillips Materiais Dentários*. 10^a ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S.A.; 1998.
18. De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, et al. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2003;82(2):136-40.
19. Marshall GW, Jr., Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent* 1997;25(6):441-58.
20. Nakabayashi N, Pashley DH. *Hibridização dos tecidos dentais duros*. São Paulo: Quintessence; 2000.
21. Brannstrom M. Etiology of dentin hypersensitivity. *Proc Finn Dent Soc* 1992;88 Suppl 1:7-13.
22. Pashley DH. Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent* 1984;3 Suppl:13-29.

23. Pashley DH. Smear layer: overview of structure and function. *Proc Finn Dent Soc* 1992;88 (Suppl 1):215-24.
24. Wang Y, Spencer P. Analysis of acid-treated dentin smear debris and smear layers using confocal Raman microspectroscopy. *J Biomed Mater Res* 2002;60(2):300-8.
25. Gwinnett AJ. Smear layer: morphological considerations. *Oper Dent* 1984;3 Suppl:2-12.
26. Milia E, Santini A. Ultrastructural transmission electron microscopy (TEM) study of hybrid layers formed beneath a one-bottle adhesive system using the total-etch technique and a self-etching system. *Quintessence Int* 2003;34(6):447-52.
27. Perdigao J, Lambrechts P, van Meerbeek B, Tome AR, Vanherle G, Lopes AB. Morphological field emission-SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dent Mater* 1996;12(4):262-71.
28. Kanca J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent* 1992;5(4):213-5.
29. Nakajima M, Kanemura N, Pereira PN, Tagami J, Pashley DH. Comparative microtensile bond strength and SEM analysis of bonding to wet and dry dentin. *Am J Dent* 2000;13(6):324-8.
30. Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, de Carvalho RM, da Julio Singer M, Grande RH. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. *J Adhes Dent* 2003;5(3):183-92.
31. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Micromorphological spectrum of acid-conditioned dentin following the application of a water-based adhesive. *Dent Mater* 1998;14(5):329-38.
32. Carvalho RM, Pereira JC, Yoshiyama M, Pashley DH. A review of polymerization contraction: the influence of stress development versus stress relief. *Oper Dent* 1996;21(1):17-24.
33. Labella R, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater* 1999;15(2):128-37.

34. Versluis A, Tantbirojn D. Theoretical considerations of contraction stress. *Compend Contin Educ Dent Suppl* 1999(25):S24-32; quiz S73.
35. Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Setting stresses in composites for two different curing modes. *Dent Mater* 1993;9(1):2-5.
36. Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res* 1987;66(11):1636-9.
37. Christensen RP, Palmer TM, Ploeger BJ, Yost MP. Resin polymerization problems--are they caused by resin curing lights, resin formulations, or both? *Compend Contin Educ Dent Suppl* 1999(25 Suppl):S42-54; quiz S74.
38. Lutz E, Krejci I, Oldenburg TR. Elimination of polymerization stresses at the margins of posterior composite resin restorations: a new restorative technique. *Quintessence Int* 1986;17(12):777-84.
39. Lutz F, Krejci I, Luescher B, Oldenburg TR. Improved proximal margin adaptation of Class II composite resin restorations by use of light-reflecting wedges. *Quintessence Int* 1986;17(10):659-64.
40. Koran P, Kurschner R. Effect of sequential versus continuous irradiation of a light-cured resin composite on shrinkage, viscosity, adhesion, and degree of polymerization. *Am J Dent* 1998;11(1):17-22.
41. Kemp-Scholte CM, Davidson CL. Marginal integrity related to bond strength and strain capacity of composite resin restorative systems. *J Prosthet Dent* 1990;64(6):658-64.
42. Kemp-Scholte CM, Davidson CL. Complete marginal seal of Class V resin composite restorations effected by increased flexibility. *J Dent Res* 1990;69(6):1240-3.
43. Loguercio AD, Uceda-Gomez N, de Oliveira Carrilho MR, Reis A. Influence of specimen size and regional variation on long-term resin-dentin bond strength. *Dent Mater* 2005;21(3):224-31.
44. Yoshikawa T, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Pashley DH. Effects of dentin depth and cavity configuration on bond strength. *J Dent Res* 1999;78(4):898-905.

45. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 1995;20(1):18-25.
46. Loguercio AD, Reis A, Ballester RY. Polymerization shrinkage: effects of constraint and filling technique in composite restorations. *Dent Mater* 2004;20(3):236-43.
47. Hilton TJ. Can modern restorative procedures and materials reliably seal cavities? In vitro investigations. Part 2. *Am J Dent* 2002;15(4):279-89.
48. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1999;1(4):299-309.
49. Kwong SM, Cheung GS, Kei LH, Itthagaran A, Smales RJ, Tay FR, et al. Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. *Dent Mater* 2002;18(5):359-69.
50. Yoshiyama M, Urayama A, Kimochi T, Matsuo T, Pashley DH. Comparison of conventional vs self-etching adhesive bonds to caries-affected dentin. *Oper Dent* 2000;25(3):163-9.
51. Okuda M, Pereira PN, Nakajima M, Tagami J. Relationship between nanoleakage and long-term durability of dentin bonds. *Oper Dent* 2001;26(5):482-90.
52. Okuda M, Pereira PN, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs. microtensile bond strength. *Oper Dent* 2002;27(3):289-96.
53. Pereira PN, Okuda M, Nakajima M, Sano H, Tagami J, Pashley DH. Relationship between bond strengths and nanoleakage: evaluation of a new assessment method. *Am J Dent* 2001;14(2):100-4.
54. Reis A, de Oliveira Bauer JR, Loguercio AD. Influence of crosshead speed on resin-dentin microtensile bond strength. *J Adhes Dent* 2004;6(4):275-8.
55. Meira JB, Souza RM, Driemeier L, Ballester RY. Stress concentration in microtensile tests using uniform material. *J Adhes Dent* 2004;6(4):267-73.
56. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999;27(2):89-99.

57. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. *J Biomed Mater Res* 2003;66B(1):324-30.
58. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Tay FR, Kaga M, Kudou Y, et al. Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year of water storage. *J Biomed Mater Res* 2002;63(3):306-11.
59. Burke FJ. What's new in dentine bonding? Self-etch adhesives. *Dent Update* 2004;31(10):580-2, 584-6, 588-9.
60. Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Nakajima M, Tagami J. Effect of self-etching primer vs phosphoric acid etchant on bonding to bur-prepared dentin. *Oper Dent* 2002;27(5):447-54.
61. Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater* 2001;17(5):430-44.
62. De Munck J, Braem M, Wevers M, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K, et al. Microrotary fatigue of tooth-biomaterial interfaces. *Biomaterials* 2005;26(10):1145-53.
63. Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials* 2005;26(9):1035-42.
64. Oliveira SS, Marshall SJ, Habelitz S, Gansky SA, Wilson RS, Marshall GW, Jr. The effect of a self-etching primer on the continuous demineralization of dentin. *Eur J Oral Sci* 2004;112(4):376-83.
65. Wang Y, Spencer P. Continuing Etching of an All-in-One Adhesive in Wet Dentin Tubules. *J Dent Res* 2005;84(4):350-4.
66. Eliades G, Vougiouklakis G, Palaghias G. Heterogeneous distribution of single-bottle adhesive monomers in the resin-dentin interdiffusion zone. *Dent Mater* 2001;17(4):277-83.
67. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, et al. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 2005;84(2):183-8.

68. Dickens SH, Cho BH. Interpretation of bond failure through conversion and residual solvent measurements and Weibull analyses of flexural and microtensile bond strengths of bonding agents. *Dent Mater* 2005;21(4):354-64.
69. Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent* 2003;5(1):27-40.
70. Tay FR, King NM, Suh BI, Pashley DH. Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives. *J Adhes Dent* 2001;3(3):207-25.
71. Tay FR, Pashley DH, Suh B, Carvalho R, Miller M. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part I. Bond strength and morphologic evidence. *Am J Dent* 2004;17(4):271-8.
72. De Munck J, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, et al. One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Oper Dent* 2005;30(1):39-49.
73. Bianchi J. Estudo sobre a resistência a microtração em função das dimensões, modo de preensão e formato do corpo-de-prov [Tese (Doutorado)]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 1999.
74. Perdigao J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G, Lopes AL. Field emission SEM comparison of four postfixation drying techniques for human dentin. *J Biomed Mater Res* 1995;29(9):1111-20.
75. Guzman-Armstrong S, Armstrong SR, Qian F. Relationship between nanoleakage and microtensile bond strength at the resin-dentin interface. *Oper Dent* 2003;28(1):60-6.
76. Chappell RP, Cobb CM, Spencer P, Eick JD. Dentinal tubule anastomosis: a potential factor in adhesive bonding? *J Prosthet Dent* 1994;72(2):183-8.
77. Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res* 1994;73(6):1212-20.
78. Perdigao J, May Jr. KN, Wilder Jr. AD, Lopes M. The effect of depth of dentin demineralization on bond strengths and morphology of the hybrid layer. *Oper Dent* 2000;25(3):186-94.

79. Yoshiyama M, Carvalho R, Sano H, Horner J, Brewer PD, Pashley DH. Interfacial morphology and strength of bonds made to superficial versus deep dentin. *Am J Dent* 1995;8(6):297-302.
80. Kaaden C, Powers JM, Friedl KH, Schmalz G. Bond strength of self-etching adhesives to dental hard tissues. *Clin Oral Investig* 2002;6(3):155-60.
81. Camps J, Pashley DH. Buffering action of human dentin in vitro. *J Adhes Dent* 2000;2(1):39-50.
82. Asmussen E, Peutzfeldt A. Short- and long-term bonding efficacy of a self-etching, one-step adhesive. *J Adhes Dent* 2003;5(1):41-5.
83. 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.
84. Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res* 1990;69(10):1652-8.
85. Cho BH, Dickens SH. Effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dent Mater* 2004;20(2):107-15.
86. Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent* 1999;27(3):209-14.
87. Hiraishi N, Nishiyama N, Ikemura K, Yau JY, King NM, Tagami J, et al. Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin. *J Dent Res* 2005;84(7):653-8.
88. Pradelle-Plasse N, Colon P, Wenger F, Picard B. Quantitative evaluation of self-etching primer action on dentin permeability: a correlation between impedance measurements and acidity. *Am J Dent* 2004;17(2):131-6.
89. Guzman-Ruiz S, Armstrong SR, Cobb DS, Vargas MA. Association between microtensile bond strength and leakage in the indirect resin composite/dentin adhesively bonded joint. *J Dent* 2001;29(2):145-53.

ANEXO A – Protocolo de aprovação do comitê de ética do projeto integrado de pesquisa USP-UNOESC (Apoio CNPq 551049/2002-2)

Faculdade de Odontologia
Universidade de São Paulo

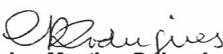


PARECER n° 192/02
Protocolo 218/02

O Grupo de Trabalho indicado pelo Comitê de Ética em Pesquisa, **APROVOU** o protocolo de pesquisa "**Adesivos autocondicionantes aplicados ao esmalte e dentina: avaliação da resistência de união, da formação de fendas e da micromorfologia, após diferentes tempos de armazenagem**", de responsabilidade do pesquisador **Alessandro Dourado Loguercio**, sob orientação da Professora Doutora **Rosa Helena Miranda Grande**.

Tendo em vista a legislação vigente, devem ser encaminhados a este Comitê relatórios referentes ao andamento da pesquisa em 03 de abril de 2003 e em 03 de outubro de 2003. Ao término da pesquisa, cópia do trabalho deve ser encaminhada a este CEP.

São Paulo, 03 de outubro de 2002


Profa.Dra. Célia Regina Martins Delgado Rodrigues
Coordenadora do CEP-FOUSP

ANEXO B – Protocolo de aprovação do comitê de ética

Faculdade de Odontologia
Universidade de São Paulo



PARECER n° 204/03
Protocolo 209/03

O Grupo de Trabalho indicado pelo Comitê de Ética em Pesquisa, **APROVOU** o protocolo de pesquisa ***"Influência da espessura da smear layer na adaptação e resistência de união à dentina de diferentes adesivos"***, de responsabilidade do Prof. Dr. Leonardo Eloy Rodrigues Filho.

Tendo em vista a legislação vigente, devem ser encaminhados a este Comitê relatórios anuais referentes ao andamento da pesquisa e ao término cópia do trabalho em "cd". Qualquer emenda do projeto original deve ser apresentada a este CEP para apreciação, de forma clara e sucinta, identificando a parte do protocolo a ser modificada e suas justificativas.

São Paulo, 20 de novembro de 2003.

Profª Drª **ROSA HELENA MIRANDA GRANDE**
Coordenadora do CEP-FOUSP