

ANDRÉ GUARACI DE VITO-MORAES

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO E CARACTERIZAÇÃO DA
CAMADA HÍBRIDA FORMADA POR ADESIVOS EXPERIMENTAIS A
BASE DE METACRILATO HIDRÓFOBO OU SOLVATADO EM 10% E
30% DE ETANOL, APLICADOS SOBRE DENTINA SATURADA COM
ETANOL EM UM ESTUDO DE LONGEVIDADE**

São Paulo
2009

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

André Guaraci De Vito-Moraes

Avaliação da resistência de união e caracterização da camada híbrida formada por adesivos experimentais a base de metacrilato hidrófobo ou solvatado em 10% e 30% de etanol, aplicados sobre dentina saturada com etanol em um estudo de longevidade

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Carlos Eduardo Francci

São Paulo
2009

FOLHA DE APROVAÇÃO

DeVito-Moraes AG. Avaliação da resistência de união e caracterização da camada híbrida formada por adesivos experimentais a base de metacrilato hidrófobo ou solvatado em 10% e 30% de etanol, aplicados sobre dentina saturada com etanol em um estudo de longevidade [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2009.

São Paulo, 20/05/2009

Banca Examinadora

1) Prof(a). Dr(a). Carlos Eduardo Francci

Titulação: Prof. Dr.

Julgamento: _____ Assinatura: _____

2) Prof(a). Dr(a). André Figueiredo Reis

Titulação: Prof. Dr.

Julgamento: _____ Assinatura: _____

3) Prof(a). Dr(a). Edméa Lodovici

Titulação: Prof. Dr.

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

À minha mãe, Maria Thereza De Vito, por sua dedicação e ao meu pai, José Aparecido de Moraes por sua torcida...

Sonhe com aquilo que você quiser.

Seja o que você quer ser, porque você possui apenas uma vida e nela só se tem uma chance de fazer aquilo que quer.

Tenha felicidade bastante para fazê-la doce.

Dificuldades para fazê-la forte.

Tristeza para fazê-la humana.

E esperança suficiente para fazê-la feliz.

As pessoas mais felizes não têm as melhores coisas.

Elas sabem fazer o melhor das oportunidades que aparecem em seus caminhos.

A felicidade aparece para aqueles que choram.

Para aqueles que se machucam.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a **Deus** por me guiar e me dar coragem para enfrentar os obstáculos da vida.

Agradeço à minha **Mãe, Thereza**, por todo seu esforço e dedicação eternos dispensados a mim de forma incondicional. Obrigado por você jamais ter desistido em me dar todas as condições para que eu pudesse estudar e ser alguém na vida. Sua persistência me fez chegar até aqui.

Agradeço ao meu **Pai, Moraes**, por me acompanhar e vibrar a cada conquista, a cada objetivo alcançado por mim durante minha trajetória até aqui. Obrigado por torcer e me apoiar em todos os meus desafios.

Agradeço aos meus irmãos **Maíra e Leonardo**. Obrigado, **Maíra**, por dividir comigo, as tristezas e as alegrias da nossa casa. Obrigado, **Leonardo**, que apesar de estar tão distante também torce para que meus objetivos sejam alcançados.

Agradeço à minha tia **Margareth** e à minha prima **Mariana**. Obrigado, **Tia**, por seu carinho e atenção dedicados a mim desde quando eu era bem pequeno. Obrigado, **Mari**, também por seu carinho e sua confiança. Obrigado a vocês pelo apoio e incentivo em todos os momentos.

*Agradeço ao meu primo **James**. Obrigado, **Primo Gêmeo**, por ter tido a coragem e a determinação suficientes para que o nosso reencontro pudesse acontecer depois de tanto tempo. Você é protagonista de uma linda história que mudou a vida de nossa família.*

*Agradeço ao meu orientador, **Prof. Carlos Francci**. Obrigado, **Prof.**, por ter me dado a oportunidade de desenvolver trabalhos em materiais dentários desde a iniciação científica, até os projetos extras que você confiou a mim. Obrigado por ter me apoiado sempre que precisei de sua intervenção. Sigo seu exemplo como profissional dedicado e talentoso, como pesquisador íntegro e como professor que tem o prazer de transmitir o que sabe com respeito e humildade. Nossa convivência me proporcionou a oportunidade de considerá-lo um amigo.*

*Agradeço à minha co-orientadora, **Profa. Marcela Carrilho**. Obrigado, **Marcela**, por ter confiado em mim, sem mesmo me conhecer. Obrigado por sua atenção, pelas oportunidades e por seus conselhos sempre disponíveis quando precisei. Obrigado por dividir comigo um pouco de sua sabedoria e me fazer aprender com sua experiência de forma sempre muito respeitosa.*

*Agradeço à **Profa. Rosa Helena Miranda Grande**. Obrigado, **Profa. Rosa**, por sua dedicação e atenção a todos nós, alunos da pós-graduação. Agradeço especialmente o carinho e ao modo decisivo com que você defendeu minha bolsa junto às instituições de fomento. Obrigado por nos apoiar em todos os momentos em que foi preciso sua intervenção.*

*Agradeço ao **Prof. Leonardo Eloy Rodrigues Filho**. Obrigado, **Prof. Léo**, pela forma sempre muito respeitosa com que você nos trata dentro do departamento. Um grande professor que de forma sempre muito bem humorada, divide conosco seu conhecimento e sua experiência de vida.*

*Agradeço ao **Prof. Roberto Ruggiero Braga**. Obrigado, **Prof. Braga**, por sua disponibilidade em me ajudar na elaboração de artigos científicos. Foi, sem dúvida, uma honra ter tido a oportunidade de aprender com um grande pesquisador, dedicado e reconhecido por sua capacidade científica.*

*Agradeço ao **Prof. Antonio Muench**. Obrigado, **Prof. Muench**, pela forma sempre atenciosa com que nos recebe para nos ensinar estatística. Saiba que por sua maneira de ser, você se torna um grandioso exemplo de vida, nos ensinando muito mais do que materiais dentários.*

*Agradeço a todos os demais **Professores do Departamento de Materiais Dentários**. Obrigado, **Prof. Paulo César**, **Prof. Fernando Neves**, **Prof. Igor Studart**, **Prof. Rafael Ballester**, **Profa. Josete Meira**, **Prof. Walter Miranda**, **Prof. Paulo Capel**, **Prof. Victor Arana**, **Prof. José Nicolau**, pela possibilidade de conviver e aprender com vocês, seja na graduação, nas aulas da pós, nas conversas no departamento ou nos estágios. São, sem dúvida, grandes mestres.*

*Agradeço à **Profa. Fernanda Sadek**. Obrigado, **Fernanda**, pela sua disponibilidade em me ajudar, em tirar minhas dúvidas, em fazer suas valiosas observações sobre este trabalho.*

Agradeço à **Rosa Cristina Nogueira**. Obrigado, querida **Rosinha**, por sua amizade, sua companhia, sua confiança e seu apoio em todas as horas difíceis. O que seria de nós sem o seu socorro?!?!

Agradeço ao **Silvio Peixoto, Antonio Lascala e Douglas Nesadal**, técnicos do Departamento de Materiais Dentários. Obrigado, **Silvio, Antonio e Douglas**, antes de mais nada, pela convivência e por toda a disposição com que vocês nos auxiliam. São fundamentais para que um projeto de pesquisa se transforme em mais um trabalho realizado.

Agradeço ao amigo, **Victor Di Donato**. Obrigado, **Vitão**, por sua amizade, fundamental em todas as horas, pois amigo-irmão fiel como você não se encontra sempre e por isso deve ser valorizado. Obrigado por todas as oportunidades que você me proporciona e por confiar em mim sempre que precisa de um apoio.

Agradeço ao amigo **Arthur Côrtes**. Obrigado, **Arthur**, pela convivência saudável e diária desde o primeiro ano da graduação, portanto, você é uma companhia indispensável. Você é meu grande incentivador para assuntos internacionais e saiba que sou grato por isso.

Agradeço ao amigo **Maico Dutra**. Obrigado, **Maico**, por poder conviver e aprender com você como ser uma pessoa melhor, através de seu exemplo de fé e justiça. Fiquei muito honrado em poder ter sido escolhido como seu padrinho de casamento. Eu é que ganhei um presente. Ah!!! Não poderia deixar de agradecer por me dar a satisfação de lhe dar carona todos os dias!!!!

*Agradeço ao amigo **Jonas Matos**. Obrigado, **Jonas**, pela companhia, pela convivência desde a época da graduação, pelas parcerias e pelas longas conversas sobre os mais variados assuntos.*

*Agradeço à **Turma 94**. Obrigado a vocês amigos da inesquecível Turma 94. Saiba que levo vocês comigo como uma grata lembrança em todos os momentos da minha vida. Saudades, sempre!!!!!!*

*Agradeço ao amigo **Maurício Gomes**. Obrigado, **Mau**, por ter tido a oportunidade de trabalhar com um cara tão bacana como você é. Sua disponibilidade em me ajudar ou me ensinar EndNote são gratificantes. Lembra-se da célebre frase: “Posso não te conhecer, mas conheço quem te conhece” ??? Pois é, ela se aplica a nós, mas posso dizer que fiquei muito mais feliz em ter te conhecido e poder ter sua amizade a partir de então.*

*Agradeço à amiga, **Andrea Mello**. Obrigado, **Déa**, pela amizade, pela companhia, pela confiança, pelas risadas, pelas conversas, pelos desabafos e pelas caronas. Você é uma grande pessoa e se tornou uma grande amiga. Não se esqueça que eu quero conhecer Manaus!!!!*

*Agradeço às amigas **Tathy Xavier** e **Caroline Miyazaki**. Obrigado, **Carol** e **Tathy**, pelo apoio em todas as horas, pelas dúvidas respondidas com toda a paciência do mundo, pois são referências intelectuais na pós, pelas risadas e pela convivência. Vocês são pessoas formidáveis que eu levo pra sempre.*

Agradeço ao amigo **Breno Mont'Alverne** e à amiga **Helena Burlamaqui**. Obrigado, **Brenão**, por defender nossos interesses como representante discente, por ser uma grande pessoa, um cara com quem se pode contar, além de ser uma grande figura. Obrigado, **Helena**, pela companhia e por dividir comigo a ansiedade da defesa.

Agradeço às demais integrantes do Grupo Free de Pesquisa, **Nívea Fróes**, **Lilyan Yamasaki** e **Luciana Silva**. Obrigado a vocês pela convivência e confiança. Ainda trabalharemos bastante juntos!!!!

Agradeço à amiga **Soraia Carvalho**. Obrigado, **Soso**, por todas as suas dicas indispensáveis sobre MEV e, principalmente, pela oportunidade de ter conhecido essa pessoa encantadora que você é.

Agradeço a todos os demais **colegas da pós**, por tudo que vivemos juntos dentro ou fora do departamento, nas aulas ou nos congressos. Agradeço pela contribuição que cada um, a sua maneira, me deu durante o desenvolvimento do meu Mestrado. Obrigado a vocês todos.

Agradeço à amiga **Marjorie Akemi**. Obrigado, **Má**, por ter me dado a oportunidade de conhecer uma pessoa tão especial. Sempre interessada em aprender novos assuntos, acabou me dando a chance de poder ter sua ajuda durante toda a realização da fase experimental deste projeto de Mestrado. Mas, muito mais valioso do que isso, foi poder conviver ainda mais com você.

*Agradeço a todos os **Professores do GFree**. Obrigado a vocês que me receberam sempre com muito respeito e que me permitiram aprender ainda mais com suas aulas, suas técnicas, suas opiniões e trabalhos desenvolvidos.*

*Agradeço às amigas **Mariane Brumatti** e **Liz Zanchetta** do Laboratório de Caracterização Tecnológica LCT – POLI. Obrigado, **Liz** e **Mari**, pelas lindas imagens de microscopia eletrônica, mas principalmente, pela maravilhosa companhia que fez com que o trabalho se tornasse mais suave durante as várias horas em que estive com vocês.*

*Agradeço às instituições de fomento à pesquisa, **CAPES** e **CNPq**, pelo auxílio financeiro prestado, sem o qual não seria possível tamanha dedicação.*

DeVito-Moraes AG. Avaliação da resistência de união e caracterização da camada híbrida formada por adesivos experimentais a base de metacrilato hidrófobo ou solvatado em 10% e 30% de etanol, aplicados sobre dentina saturada com etanol em um estudo de longevidade [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2009.

RESUMO

A longevidade da interface adesiva é afetada pelos efeitos da degradação hidrolítica, cuja ocorrência está associada ao alto conteúdo de água presente no tecido dentinário. A hibridização da dentina com monômeros hidrófobos em um substrato isento de água poderia fazer com que a resistência de união dessas interfaces se mantivesse estável por um período de tempo prolongado. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união, através do teste de microtração, da interface adesiva em dentina saturada com etanol, sobre a qual se fez o uso de um adesivo hidrófobo, além de caracterizar a morfologia desta interface. Vinte e oito dentes molares foram cortados para que um *flat* de dentina do terço médio fosse obtido. Foram estudados quatro grupos experimentais: Grupo controle (Scotchbond MultiUso, 3M ESPE), cuja dentina foi saturada com água, grupo experimental 1, cuja dentina saturada com etanol foi hibridizada com o adesivo hidrófobo puro do sistema Scotchbond e grupos experimentais 2 e 3, cuja dentina saturada com etanol recebeu *primers* hidrofóbicos dissolvidos em etanol 10% e 30% respectivamente. Após a hibridização da dentina, os dentes foram restaurados de forma incremental com resina composta (Filtek Z350, 3M ESPE). As resistências adesivas imediata (24 horas) e tardia (6 meses) foram avaliadas por μ -tração (0.5 mm/min) de “palitos” obtidos por cortes perpendiculares à interface adesiva, com área de seção transversal de 1 mm². O meio de armazenagem dos “palitos” foi saliva artificial a 37°C. Amostras dos “palitos”

foram preparadas para caracterização da interface adesiva e avaliação do modo de fratura em microscopia eletrônica de varredura. Os dados foram submetidos à análise de variância de dois fatores, Técnica Adesiva e Tempo de Armazenamento, sendo este último vinculado. Os resultados encontrados não mostraram diferença estatística para todos os grupos estudados após 6 meses de armazenamento quando comparados com os dados obtidos de forma imediata (24 horas). Também não foram encontradas diferenças entre os grupos quando avaliados em 24 horas e em 6 meses separadamente. A camada híbrida formada em dentina saturada por etanol apresentou características similares, em relação à morfologia e dimensão, àquela formada pela técnica convencional. A técnica de substituição de água por etanol produziu interfaces tão resistentes quanto à técnica úmida convencional, pelo menos nos primeiros seis meses.

Palavras-Chave: Interface adesiva, Adesivos hidrófobos, Etanol, Resistência de união, Microtração, Dentina

DeVito-Moraes AG. Evaluation of bond strength and characterization of hybrid layer produced by an experimental adhesive based on hydrophobic methacrylate or dissolved in 10% and 30% ethanol, applied to ethanol-saturated dentin in a longevity study [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2009.

ABSTRACT

The longevity of an adhesive interface is affected by the effects of hydrolytic degradation, which is associated with high water content in the dentin tissue. The hybridization of dentin with hydrophobic monomers in a water-free substrate could make the bond strength of these interfaces remain stable for an extended period of time. The aim of this study was to evaluate the bond strength of the adhesive interface in ethanol-saturated dentin using a microtensile test, on which a hydrophobic adhesive was used, and also to characterize the morphology of this interface. Twenty-eight molar teeth were cut to a flat middle third of the dentin was obtained. We studied four experimental groups: control group (Scotchbond MultiPurpose, 3M ESPE), whose dentin was saturated with water; experimental group 1, whose dentin saturated with ethanol was hybridized with the pure hydrophobic adhesive from Scotchbond adhesive system and experimental groups 2 and 3, whose dentin saturated with ethanol received hydrophobic primers dissolved in ethanol 10% and 30%, respectively. After dentin hybridization, teeth were restored with the incremental technique with composite resin (Filtek Z350, 3M ESPE). The immediate (24 hours) and late (6 months) adhesive resistance was determined by μ -tensile (0.5 mm / min) of "sticks" obtained by perpendicular cuts on the adhesive interface, with cross section area of 1 mm². The sticks' storage medium was artificial saliva at 37 °C. Interface samples were prepared to characterize the adhesive

interface and to assess the failure mode by scanning electron microscopy. The data were submitted to two factors analysis of variance, adhesive technique and storage time, the latter being dependent. The results showed no statistical differences for all groups after 6 months of storage when compared to data obtained from the immediate group (24 hours). Also, no differences were found between groups evaluated at 24 hours and 6 months separately. The hybrid layer formed in ethanol-saturated dentin had similar characteristics considering the morphology and size formed by conventional technique. The technique of water replacement for ethanol produced interfaces as strong as the conventional wet technique, at least in the first six months.

Keywords: Adhesive interface, hydrophobic adhesives, Ethanol, Bond Strength, Microtensile, Dentin

LISTA DE FIGURAS

Figura 4.1 - Preparação do dente para procedimento adesivo.....	45
Figura 4.2 - Preparação dos <i>primers</i> experimentais.....	47
Figura 4.3 - Procedimento adesivo.....	51
Figura 4.4 - Restauração e Fotoativação.....	52
Figura 4.5 - Preparação dos palitos.....	53
Figura 4.6 - Teste Microtração.....	55
Figura 5.1- Médias e desvios padrão (MPa) da resistência de união dos grupos experimentais que representam as técnicas adesivas testadas nos dois períodos de armazenamento (24h e 6M).....	64
Figura 5.2 - Micrografias obtidas em MEV para observação da interface adesiva e camada híbrida formada pelos 4 grupos experimentais estudados após 24h.....	66
Figura 5.3 - Micrografias obtidas em MEV para observação da interface adesiva e camada híbrida formada pelos 4 grupos experimentais estudados após 6M.....	68

- Figura 5.4 - Micrografias obtidas em MEV para observação do arcabouço colágeno mantido em expansão para infiltração dos monômeros resinosos. Dentina saturada com água: Aumento de 60.000x. Dentina saturada com etanol: Aumento de 80.000x.....69
- Figura 5.5 - Superfície da região de fratura de um “palito” utilizado no ensaio de microtração. Nota-se uma fratura do tipo coesiva em dentina. Superfície de fratura: Aumento de 100x. Detalhes em maior aumento: 500x.....71
- Figura 5.6 - Superfície da região de fratura de um “palito” utilizado no ensaio de microtração. Nota-se uma fratura do tipo coesiva em resina composta. Superfície de fratura: Aumento de 100x. Detalhes em maior aumento: 500x.....72
- Figura 5.7 - Superfície da região de fratura de um “palito” utilizado no ensaio de microtração. Nota-se uma fratura do tipo adesiva. Superfície de fratura: Aumento de 100x. Detalhes em maior aumento: 500x.....73
- Figura 5.8 - Superfície da região de fratura de um “palito” utilizado no ensaio de microtração. Nota-se uma fratura do tipo coesiva do adesivo. Superfície de fratura: Aumento de 100x. Detalhes em maior aumento: 500x.....74
- Figura 5.9 - Superfície da região de fratura de um “palito” utilizado no ensaio de microtração. Nota-se uma fratura do tipo mista. Superfície de fratura: Aumento de 100x. Detalhes em maior aumento: 500x.....75

LISTA DE QUADROS E TABELAS

- Quadro 4.1 - Grupos de estudo segundo o tratamento da dentina, número de dentes submetidos ao teste de microtração e o tempo de armazenagem de cada adesivo experimental.....46
- Quadro 4.2 - Protocolo lento de substituição de água por etanol.....49
- Quadro 4.3 - Descrição das instruções de aplicação dos sistemas adesivos de acordo com o grupo experimental.....50
- Tabela 5.1 - Número total de espécimes obtidos, testados e perdidos por condição experimental.....59
- Tabela 5.2 - Padrão de fratura observado nos diferentes grupos experimentais, após realização do teste de microtração imediato e depois do período de armazenamento.....61
- Tabela 5.3 - Média e desvio-padrão (mm^2) da área de seção transversal dos palitos testados. Letras iguais significam semelhança estatística ($p>0,05$).....62
- Tabela 5.4 - Média e desvio-padrão da resistência de união em MPa. Letras iguais significam semelhança estatística ($p>0,05$).....63

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

Bis-GMA	bisfenol-glicidil metacrilato
CaCl ₂	cloreto de cálcio
°C	graus Celsius
HEMA	2-hidroxi etil metacrilato
HMDS	hexametildisilazane
h	hora
JAD	junção amelodentinária
(J/cm ³) ^{1/2}	raiz quadrada de joule por centímetro cúbico
KH ₂ PO ₄	di-Hidrogenofosfato de Potássio
KHCO ₃	hidrogenocarbonato de potássio
MgCl ₂	cloreto de magnésio
MDP	ácido 10-metacriloideca-metileno fosfórico
MPa	mega Pascal
min	minuto
mm	milímetro
mm ²	milímetro ao quadrado
mm/min	milímetro por minuto
mL	mililitro
mW/cm ²	miliWatts por centímetro quadrado
M	concentração molar ou molaridade
MEV	microscopia eletrônica de varredura
NaHPO ₄	hidrogenofosfato de sódio
NaCl	cloreto de sódio

N	Newton
n	tamanho da amostra
PENTA	ácido penta eritrol pentacrilato
Phenil-P	2-metacriloxietil trimetilato anidro
%	porcentagem
PH	ponte de hidrogênio
pH	potencial hidrogeniônico
PVC	poli (cloreto de vinila)
RU	resistência de união
s	segundo
SiC	carbeto de silício
TEGDMA	trietilenoglicol dimetacrilato
UDMA	uretano dimetacrilato
μm	micrometro
δ_h	força das pontes de hidrogênio
24h	tempo de armazenamento – 24 horas
6M	tempo de armazenamento – 6 meses

SUMÁRIO

	p.
1 INTRODUÇÃO	21
2 REVISÃO DA LITERATURA	25
2.1 Composição e Características Morfológicas da Dentina.....	26
2.2 Técnicas Adesivas	27
2.3 Durabilidade da Interface Adesiva.....	35
2.4 Técnica de Adesão à Dentina Saturada com Etanol	38
3 PROPOSIÇÃO	42
4 MATERIAL E MÉTODOS	44
4.1 Preparação dos Corpos- de- prova.....	44
4.2 Preparação dos Adesivos Experimentais	46
4.3 Protocolo de Substituição de Água e Procedimento Adesivo	47
4.4 Teste Mecânico.....	54
4.5 Análise Ultramorfológica	56
5 RESULTADOS	59
5.1 Avaliação da Resistência de União – Teste de Microtração.....	59
5.2 Análise Ultramorfológica	65
6 DISCUSSÃO	76
7 CONCLUSÕES	88
REFERÊNCIAS	89
ANEXO	99

1 INTRODUÇÃO

Na prática clínica do cirurgião-dentista, em grande parte das cavidades que necessitam receber restaurações como terapêutica, há o comprometimento da estrutura dental com o envolvimento do tecido dentinário. Entretanto, a dentina é por sua natureza, um substrato bastante complexo por se tratar de um tecido com grande quantidade de matéria orgânica e água (KATCHBURIAN; ARANA, 1999), o que o torna sensível aos procedimentos restauradores.

A técnica restauradora adesiva preconiza o uso de uma restauração hidrófoba para selar a interface dentina-material restaurador e dessa maneira garantir estabilidade à terapêutica empregada. No entanto, para que esta restauração possa ser confeccionada é utilizado um adesivo hidrofílico, haja vista que a dentina é um tecido, cuja principal característica é a abundante presença de água.

Após a aplicação do ácido fosfórico, a camada de esfregaço (*smear layer*) é removida, assim como os cristais superficiais de hidroxiapatita da dentina subjacente, expondo uma rede fibrilar de colágeno, além de desobliterar os túbulos dentinários que percorrem toda a espessura deste substrato (FUSAYAMA et al., 1979). É então possível imaginar, que os espaços ausentes, antes ocupados pelos cristais de apatita, são preenchidos por monômeros resinosos hidrofílicos que sustentam o arcabouço colágeno em estado de expansão, substituindo a água ali existente e formando o que foi denominado por Nakabayashi, Kojima e Masuhara (1982), de camada híbrida.

Portanto, a desmineralização da dentina traz como consequência o aumento da permeabilidade dentinária, fazendo com que a umidade característica deste tecido

aflore em direção à região em que o processo de hibridização é desenvolvido (PASHLEY; HORNER; BREWER, 1992).

Justifica-se assim a proposição da técnica úmida de adesão à dentina que consiste na manutenção da umidade dentinária para que seja possível a preservação dos espaços interfibrilares (GWINNETT, 1992; KANCA, 1992a, b)

A partir de então, os sistemas adesivos desenvolvidos, utilizam-se de monômeros hidrofílicos para que seja possível sua infiltração para o interior da dentina mantida sob umidade. Porém, o controle desta umidade deve ser criterioso, uma vez que seu excesso causa a diluição dos monômeros, a separação de seus componentes e a deficiência de conversão dos monômeros em polímero prejudicando assim, o selamento da dentina (TAY; GWINNETT; WEI, 1996a, b, c).

Como na odontologia moderna busca-se constantemente a facilitação dos procedimentos restauradores, e diante da complexidade da hibridização da dentina sob umidade, surgiram os sistemas adesivos autocondicionantes, caracterizados pela manutenção da *smear layer*, fato este que elimina a necessidade de lavagem do ácido, diminuindo a sensibilidade do procedimento adesivo, pela ausência do controle crítico da umidade dentinária (TAY; PASHLEY, 2001).

Em contrapartida, esses sistemas adesivos autocondicionantes ou *self-etch* lançam mão do uso de monômeros ácidos ainda mais hidrofílicos que os utilizados na técnica de condicionamento ácido. Esses monômeros são responsáveis pela capacidade dos adesivos *self-etch* condicionarem a camada de esfarelamento e dentina subjacente, simultaneamente à infiltração desses monômeros para o interior da dentina (PASHLEY; CARVALHO, 1997).

O grande problema das técnicas adesivas mais difundidas até o presente momento está justamente no uso de monômeros hidrofílicos que são bastante

suscetíveis à degradação hidrolítica, o que os torna menos resistentes (SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2003), e mais predispostos à sorção de fluídos (FERRACANE, 2006; ITO et al., 2005; MALACARNE et al., 2006), sendo, portanto, menos eficientes no selamento da dentina (TAY; PASHLEY; YOSHIYAMA, 2002; TAY et al., 2002; TAY; CARVALHO; PASHLEY, 2004).

Parece realmente um contra-senso imaginar que o selamento da cavidade dentinária seria eficiente quando se lança mão de uma substância hidrofílica, presente nos sistemas adesivos, para impermeabilizar um substrato, cuja umidade está intrinsecamente presente em sua composição.

É lícito concluir que seria ideal produzir adesão em um substrato livre de água, criando uma camada híbrida composta por monômeros essencialmente mais hidrófobos, mais resistentes à degradação ao longo do tempo. Dessa forma, recentemente tem sido, proposta uma técnica que busca substituir a água presente na matriz dentinária, por um solvente anidro capaz de preservar o arcabouço colágeno, o etanol (PASHLEY et al., 2007).

Esta técnica surgiu a partir da observação dos procedimentos empregados para a manipulação de tecidos biológicos submetidos à análise por microscopia eletrônica. Neste caso, estes tecidos são imersos em soluções com concentrações ascendentes de etanol para que se tornem adequados à infiltração por monômeros hidrofóbicos. É, portanto, exatamente isto que vem sendo feito, com a adoção de um protocolo de substituição de água por etanol e posterior permeação de resinas hidrófobas em dentina desmineralizada.

Estudos recentes têm mostrado que esta técnica de hibridização da dentina com resinas hidrofóbicas tem proporcionado resultados satisfatórios de resistência

de união e bom vedamento, pelo menos em curto prazo (CARRILHO et al., 2007c; NISHITANI et al., 2006a; PASHLEY et al., 2007; SADEK et al., 2008).

Desta maneira, o comportamento da união de resinas compostas à dentina submetida a esta nova técnica precisa ser avaliado em função do tempo de exposição à umidade, já que a principal vantagem dos polímeros hidrofóbicos seria a capacidade de resistirem à degradação, aumentando a durabilidade das restaurações.

2 REVISÃO DA LITERATURA

A odontologia adesiva modificou a realidade da profissão. Todos os procedimentos restauradores até então se baseavam na retenção mecânica do material restaurador às paredes cavitárias. Depois de um procedimento de limpeza superficial das cavidades, os materiais restauradores eram aplicados sobre uma camada composta por restos minerais do preparo cavitário, óleo da turbina do motor, sangue, saliva e bactérias, a chamada *smear layer* ou camada de esfregaço.

Com o advento do condicionamento ácido em 1955 (BUONOCORE), foi possível não só a limpeza cavitária pela remoção da *smear layer*, mas também uma desmineralização seletiva dos tecidos duros dos dentes. Esta desmineralização proporcionou um aumento substancial da área de contato do material restaurador polimérico com as paredes cavitárias, ou seja, uma micro-retenção. Assim, a infiltração de um monômero hidrófobo de baixa viscosidade nos tecidos duros constituintes das paredes da cavidade preparada, seguida de sua polimerização, parecia uma solução para a interface dente / restauração. Mas, tal solução apenas se aplicou ao esmalte, um tecido mineralizado com baixa quantidade de água e substâncias orgânicas. Porém, em dentina, por ser um tecido com características diferentes do esmalte, ou seja, alto conteúdo de água e fibrilas de colágeno, o desafio de uma interface bem selada e estável reside até o presente.

2.1 Composição e Características Morfológicas da Dentina

A dentina é um substrato naturalmente complexo, justamente por suas características morfológicas e por sua composição. É um tecido de natureza conjuntiva, mineralizado composto por, aproximadamente, em peso, 70% de matéria inorgânica, 18% de matéria orgânica e 12% de água (KATCHBURIAN; ARANA, 1999). O componente inorgânico mineral é constituído por cristais de hidroxiapatita e o componente orgânico é, basicamente, constituído por fibrilas de colágeno tipo I (MJÖR, 1973).

Morfologicamente a dentina é composta por túbulos que se distribuem ao longo de seu comprimento, comunicando a câmara pulpar à junção amelodentinária (JAD). A distribuição desses túbulos se dá de maneira bastante heterogênea, assim como o seu diâmetro. Aqueles que estão localizados junto à polpa possuem maior diâmetro, cerca de 2,5 μm , e estão presentes em maior número por unidade de área (mm^2). Já os túbulos que chegam à JAD possuem menor diâmetro, cerca de 1 μm , e estão presentes em menor número por unidade de área (KATCHBURIAN; ARANA, 1999).

A dentina pode ainda ser dividida em dentina peritubular, que circunda os limites do túbulo dentinário, e origina-se a partir da deposição dos cristais de apatita entre os espaços vazios existentes na matriz orgânica formada pelos odontoblastos (LANDIS, 1996). Esta região é caracterizada por seu alto conteúdo mineral. Já a deposição mineral que ocorre sobre a matriz orgânica, ou seja, entre as fibrilas de colágeno forma o que se denomina dentina intertubular, caracterizada por possuir alto conteúdo orgânico (MARSHALL Jr et al., 1997). No interior dos túbulos estão os

prolongamentos citoplasmáticos dos odontoblastos, fibras nervosas e o fluido pulpar, o que confere a este tecido uma umidade intrínseca que influencia de maneira decisiva nos procedimentos adesivos (MARSHALL Jr et al., 1997).

Aproximadamente 85 a 90% do material orgânico da dentina é composto por colágeno. O colágeno é uma proteína fibrilar, insolúvel, formada por um triplo filamento helicoidal de 3 cadeias polipeptídicas compostas por inúmeros aminoácidos, com destaque à glicina, prolina e hidroxiprolina (BUTLER; RICHARDSON, 1984). Essas moléculas alongadas estão unidas entre si por ligações cruzadas covalentes entre as fibrilas colágenas, conferindo resistência mecânica e estabilidade à rede fibrilar (BUTLER; RICHARDSON, 1984). Por ser insolúvel, o colágeno é resistente à ação de proteases e, portanto, sua desestruturação só é possível após clivagem da tripla hélice por ação da enzima colagenase (BUTLER; RICHARDSON, 1984).

Diferenças no conteúdo mineral, distribuição desigual em número e diâmetro dos túbulos dentinários, a umidade intrínseca, presença de fibrilas colágenas insolúveis, por todas essas características pode-se dizer que a dentina é, sem dúvida alguma, um substrato bastante complexo e que deve ser conhecido para que se obtenha sucesso nos procedimentos adesivos disponíveis aos clínicos.

2.2 Técnicas Adesivas

Um outro fator muito importante a ser considerado com relação à dentina é o fato de que esta permanece recoberta por uma camada de esfregaço composta por remanescentes do próprio tecido seccionado, sangue, saliva, bactérias, fragmentos

do abrasivo, óleo da turbina do motor, quando a dentina é preparada para receber os procedimentos adesivos. Esta camada, denominada *smear layer*, se acomoda sobre a dentina intertubular, além de penetrar e obliterar os túbulos dentinários formando os *smear plugs* (GWINNETT, 1984; PASHLEY, 1984).

Por tudo isso, ou seja, pela complexidade intrínseca da dentina, somada à presença da *smear layer* que se torna um obstáculo à união de materiais adesivos diretamente sobre este substrato que a comunidade científica tem estudado exaustivamente os procedimentos adesivos em dentina, com o intuito de promover condições para que as restaurações adesivas tornem-se mais eficientes e duradouras.

Os primeiros sistemas adesivos que surgiram tentaram promover a união das restaurações à camada de esfregaço, visto que esta reduzia a permeabilidade dentinária e, portanto, o fluxo de fluido tissular proveniente da câmara pulpar (PASHLEY et al., 1993), além de proteger a polpa de possíveis agressões advindas dos materiais odontológicos (BRÄNNSTRÖN; VOJINOVIC, 1976; ERIKSEN; LEIDAL, 1979). No entanto, a retenção desses adesivos à *smear layer* era fraca devido à baixa resistência coesiva desta camada ou por que quase não ocorria adesão à dentina subjacente (SWIFT Jr; PERDIGÃO; HEYMAN, 1995).

Para facilitar a adesão de materiais resinosos aos tecidos duros dos dentes, Buonocore (1955) propôs o uso de um ácido sobre o esmalte a fim de promover a formação de irregularidades na superfície desmineralizada deste substrato, ou seja, irregularidades provenientes da perda de estrutura mineral por ação dos ácidos. A superfície de esmalte seria então, preenchida por uma resina de alta fluidez (selantes) e que após sua polimerização ficaria retida através de um contato micro-mecânico ao dente.

Seguindo estes princípios, embora fosse muito controverso, Fusayama et al. (1979) propuseram o uso do condicionamento ácido em dentina de forma tal que fosse removida a *smear layer* que dificultava a adesão à dentina subjacente. Entretanto, o uso desta técnica só se popularizou em meados dos anos 80, quando foi esclarecido o potencial agressivo dos ácidos sobre o complexo dentino-pulpar (SWIFT Jr et al., 1995).

Com a possibilidade de remover a camada de esfregaço, aventou-se a capacidade de infiltrar monômeros resinosos para o interior da dentina exposta e superficialmente desmineralizada pelo condicionamento ácido. Assim, se conseguiu remover cristais de hidroxiapatita das camadas superficiais, ampliando o diâmetro dos túbulos, aumentando a permeabilidade do tecido dentinário, e expondo um tecido conjuntivo frouxo rico em fibrilas colágenas (ELIADES; PALAGHIAS; VOUGIOUKLAKLIS, 1997; PERDIGÃO, 1995), originando uma estrutura menos mineralizada, mais porosa e mais úmida (ROSALES-LEAL et al., 2001).

Os sistemas adesivos desenvolvidos a partir daí baseavam-se na capacidade de infiltrar monômeros resinosos por entre as fibrilas de colágeno expostas, para que fosse possível manter seu arcabouço em estado de expansão, após a polimerização, formando assim o que se chamou de camada híbrida (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982), composta pelo conteúdo orgânico da dentina e monômeros resinosos dos sistemas adesivos. Em princípio, o conceito de hibridização dos tecidos duros do dente com as resinas odontológicas é simples e se baseia em um processo de troca, em que o componente inorgânico da dentina (cristais de apatita) é substituído por monômeros hidrofílicos diluídos em solventes anidros (acetona ou etanol) ou em uma mistura de solventes aquosos (água, água / etanol).

Portanto, a formação da camada híbrida está vinculada ao uso de monômeros hidrofílicos, já que com a desmineralização promovida pelo uso dos ácidos, houve um considerável aumento da permeabilidade dentinária (PASHLEY; HORNER; BREWER, 1992). Isto significa que o fluido tubular estará em contato com o material resinoso utilizado para promover a hibridização da dentina, além da necessidade de se manter as fibrilas colágenas em estado de expansão, preservando os espaços interfibrilares, antes ocupados pelos cristais de hidroxiapatita, para a perfeita difusão dos monômeros (NAKABAYASHI; PASHLEY, 1998). E isso é garantido pela presença de umidade.

Com a ausência do arcabouço mineral, a matriz de colágeno tende a contrair-se, reduzindo o tamanho dos espaços interfibrilares e impedindo a infiltração dos monômeros (AGEE et al., 1997; CARVALHO et al., 1999; PASHLEY et al., 1993).

Diante de tal desafio foi proposta a técnica úmida de hibridização da dentina (GWINNETT, 1992; KANCA, 1992a, b) que consiste na manutenção da umidade dentinária, ou seja, na presença de água na dentina desmineralizada, para que esta possa ocupar os espaços deixados ausentes entre as fibrilas de colágeno e impedir seu colapso (CARVALHO et al., 1996). A água consegue romper pontes de hidrogênio (PH) formadas entre as cadeias polipeptídicas das fibrilas colágenas, mantendo-as afastadas (CARVALHO et al., 1996; PASHLEY et al., 1993).

Quando a dentina desmineralizada é desidratada pelo uso excessivo de jatos de ar, nota-se a contração das fibrilas colágenas (BECKER et al., 2006; CARVALHO et al., 1996). Porém, a simples re-hidratação da dentina é capaz de promover a re-expansão da matriz de colágeno, justamente pelo fato de que a água é capaz de se ligar quimicamente às cadeias de colágeno, preenchendo os espaços entre elas (CARVALHO et al., 1996). Embora a presença da água seja fundamental para

garantir a expansão da matriz orgânica, seu excesso pode ser prejudicial, pois sua presença compete pela ocupação dos espaços interfibrilares com os monômeros resinosos (TAY; GWINNETT; WEI, 1996a, b, c, d; TAY; GWINNETT; WEI, 1998). Além disso, a presença de água pode diluir os monômeros, provocando a separação de seus componentes, resultando em um selamento deficiente da dentina (TAY; GWINNETT; WEI, 1996a, b, c). Portanto, vale dizer que o controle criterioso da umidade dentinária é fundamental para que o processo de hibridização seja efetivo no selamento da dentina e na preservação da restauração.

É válido enfatizar que a técnica descrita até aqui prevê a remoção total da *smear layer*, através do condicionamento com ácido fosfórico em esmalte e dentina, logo foi denominada como técnica adesiva de condicionamento ácido total ou *etch&rinse* (VAN MEERBEEK et al., 2001). Nela, os procedimentos para adesão podem ser realizados em três ou em dois passos clínicos, utilizando múltiplos frascos ou frasco único. Quando realizada em três etapas seus componentes são aplicados separadamente nos tecidos dentais, logo se faz o condicionamento com ácido fosfórico, seguido da lavagem e manutenção da umidade em dentina para aplicação do *primer* e, em seguida, é feita a aplicação do *bond*. Entretanto, sua utilização em duas etapas clínicas prevê o uso do *primer* e *bond* misturados em um único frasco e aplicados simultaneamente (VAN MEERBEEK et al., 2005).

Os *primers* são compostos por solventes orgânicos polares misturados aos monômeros resinosos hidrofílicos. Estes solventes são responsáveis por carrear os monômeros para o interior da matriz desmineralizada, além de provocarem a evaporação da água presente em seu interior, garantindo a ocupação dos espaços interfibrilares sem que seja permitida a contração do colágeno. Esses monômeros podem também penetrar para o interior dos túbulos dentinários desobstruídos,

formando o que se denomina de *tags* resinosos (VAN MEERBEEK et al., 1992; VAN MEERBEEK et al., 1993; PERDIGÃO; LOPES, 1999). É importante enfatizar que para haver compatibilidade entre o *primer* e o substrato, os monômeros utilizados devem ser obrigatoriamente hidrofílicos, já que a dentina é um substrato genuinamente úmido, assim como a técnica usada para seu tratamento, o que impede qualquer tentativa de uso de monômeros hidrofóbicos.

Os solventes orgânicos teriam a obrigação de garantir a expansão da matriz colágena de forma tão eficiente quanto a água é capaz de fazer. Porém, já foi constatado que estas substâncias não possuem a mesma capacidade de re-expansão, o que acarretaria numa possível contração do arcabouço colágeno (PASHLEY et al., 2001). O etanol e a acetona são os principais solventes utilizados nos sistemas adesivos, mas não são eficientes como a água para re-expandir a matriz (CARVALHO et al., 1996; PASHLEY et al., 2001). Portanto, é lícito concluir que uma solução de água/álcool ou solventes a base de água são mais eficientes.

Vale lembrar também que o uso de acetona e etanol requer maior umidade residual após o enxágüe da dentina, visto que por possuírem maior pressão de vapor, volatilizam-se mais rapidamente que água, o que impediria a correta permeação dos monômeros para o interior da matriz (REIS et al., 2003).

Superadas todas as dificuldades que se apresentam para a preparação do substrato durante a aplicação dos *primers*, tornando-o mais compatível para receber o adesivo, deve-se fazer a aplicação do adesivo propriamente dito, denominado *bond*, garantindo, dessa forma, a estruturação da camada híbrida ou zona de interdifusão resinosa (VAN MEERBEEK et al., 1992). Este componente dos sistemas adesivos caracteriza-se por sua composição hidrófoba, constituindo-se de monômeros viscosos e avessos à água, como por exemplo, o Bis-GMA, TEGDMA e

UDMA (VAN LANDUYT et al., 2007). Estes monômeros são mais estáveis e resistentes à sorção de fluidos (FERRACANE, 2006), o que possibilita maior durabilidade da restauração adesiva.

Pela descrição da técnica úmida de condicionamento ácido total é possível perceber que se trata de um procedimento bastante sensível, visto que o cuidado com o controle da umidade, necessária à infiltração dos monômeros hidrofílicos dos *primers*, deve ser muito criterioso, uma vez que o excesso de água pode diluir os monômeros e dificultar sua presença entre as fibrilas colágenas, e sua falta pode levar ao colapamento do arcabouço protéico, dificultando o processo de hibridização.

Somam-se a estes tópicos, problemas gerados pelo sobre-condicionamento ácido (HASHIMOTO et al., 2002) que pode resultar na formação de uma zona de fibrilas expostas pela perda mineral, mas que dificilmente serão permeadas pelos monômeros (EICK et al., 1991; PASHLEY et al., 1993; SANO et al., 1994; SANO et al., 1995), fazendo com que esta região localizada na base da camada híbrida, diminua a resistência de união (HASHIMOTO et al., 2002) e a durabilidade da restauração adesiva (CARRILHO et al., 2002).

Diante de todas essas informações, e na tentativa de simplificar os procedimentos clínicos, otimizando o trabalho do profissional de odontologia, os fabricantes resolveram retomar a idéia da preservação da camada de esfregaço, a *smear layer*. Isso foi possível, graças à adição de grande quantidade de monômeros ácidos hidrofílicos (Phenyl-P, MDP, PENTA) aos *primers* (TAY; PASHLEY, 2001), responsáveis pela capacidade destes produtos em condicionar a camada de esfregaço simultaneamente à infiltração desses monômeros para o interior da dentina (PASHLEY; CARVALHO, 1997). Desta maneira, os monômeros ácidos

dissolvem parte da *smear layer* e dentina subjacente, ao mesmo tempo em que ocupam os espaços deixados por essa atividade (TAY; PASHLEY, 2001).

Surgiram assim os adesivos autocondicionantes ou *self-etch* que acabaram com os passos clínicos sensíveis da técnica de condicionamento ácido, pois eliminaram a necessidade de lavagem do ácido e secagem criteriosa da dentina, garantindo a permeação do *primer* por entre as fibrilas colágenas, diminuindo o remanescente colágeno exposto não hibridizado (WATANABE; NAKABAYASHI; PASHLEY, 1994).

Esses sistemas adesivos podem ser usados assim como os convencionais (*etch&rinse*), em duas etapas clínicas, os chamados *self-etching primers* que consistem na aplicação do *primer* autocondicionante, seguido da aplicação do adesivo (*bond*) sobre a dentina, sem a necessidade de qualquer intermediário. Estão contidos em dois frascos distintos. No entanto, na tentativa de simplificar ainda mais a técnica adesiva, surgiram os adesivos autocondicionantes de passo único, os “*all-in-one*” que consistem na aplicação do sistema adesivo em uma única etapa clínica, onde condicionamento, *primer* e *bond* ocorrem simultaneamente e estão contidos em um único frasco (TAY; CARVALHO; PASHLEY, 2004).

Embora pareça promissor o fato de que com o uso dos adesivos autocondicionantes não haveria discrepância entre a quantidade de colágeno exposto e a infiltração dos monômeros, o sucesso clínico destes adesivos foi, no entanto, contestado justamente por sua característica extremamente hidrofílica que permite a difusão de fluidos pela interface adesiva (CHERSONI et al., 2004), formando o que foi denominado de “favos de mel” devido à presença de poros na interface (FRITZ; FINGER, 1999; INOUE et al., 2001).

Outra característica da micromorfologia das interfaces formadas pelos adesivos autocondicionantes, assim como da interface de adesivos convencionais simplificados, é a presença de canais de água (*water trees*) que percorrem toda a extensão da camada híbrida (TAY; PASHLEY, 2001) e aumentam em tamanho e comprimento como consequência do prolongado tempo de armazenamento em água (TAY et al., 2003).

Diante das características obtidas pelas interfaces adesivas provenientes das duas técnicas adesivas em dentina, é possível concluir que em ambos os casos faz-se uso de monômeros hidrofílicos para garantir o selamento de um substrato intrinsecamente úmido, o que nos parece ser uma questão bastante controversa, pois a durabilidade das restaurações com compósitos depende de substâncias extremamente vulneráveis à degradação hidrolítica e sorção de fluidos. Em contrapartida, por ser a dentina um substrato com tais características, não parece existir outro meio para realizar a hibridização com substâncias resinosas, que não seja o uso destes monômeros ávidos por umidade.

2.3 Durabilidade da Interface Adesiva

A literatura tem mostrado a grande preocupação dos pesquisadores em avaliar a durabilidade da interface adesiva formada com o uso dos sistemas adesivos. Essa preocupação tem realmente razão para existir, uma vez que as interfaces são formadas, como mencionado, por monômeros extremamente suscetíveis a ação da água.

A falha na retenção das restaurações adesivas, que ocorre após um longo período de submissão às condições fisiológicas da cavidade oral, se justifica por problemas oriundos da camada híbrida formada. A incompleta infiltração de monômeros para o interior da matriz da dentina seria uma das causas do fracasso da interface, pois, dessa forma, as fibrilas de colágeno expostas pelo condicionamento estariam desprotegidas e suscetíveis à hidrólise (BURROW; SATOH; TAGAMI, 1996, HASHIMOTO et al., 2000; KATO; NAKABAYASHI, 1998; NAKABAYASHI; ASHIZAWA; NAKAMURA, 1992; NAKABAYASHI; KOJIMA, MASUHARA, 1982; VAN MEERBEEK et al., 1993, WATANABE; NAKABAYASHI, 1993), ou à ação de metalo-proteinases que provocariam a degradação do colágeno (CARRILHO et al., 2007a, b; MAZZONI et al., 2006; NISHITANI et al., 2006b).

Atualmente, no entanto, são fortes os indícios de que o componente resinoso da camada híbrida é o mais suscetível à degradação hidrolítica (SANO et al., 1999), já que sua natureza hidrofílica o torna apto à permitir que este tipo de reação química se desenvolva e tem sido apontada como responsável por abreviar a longevidade das restaurações adesivas (CARRILHO et al., 2001, 2005; FERRACANE, 2006; ITO et al., 2005; MALACARNE et al., 2006; YIU et al., 2005).

Com o advento dos adesivos autocondicionantes, caracterizados por serem mais suscetíveis à degradação devido à sua natureza extremamente hidrofílica, ficou ainda mais claro que monômeros hidrofóbicos deveriam ser preferencialmente usados para a constituição da camada híbrida. Alguns estudos foram desenvolvidos com o objetivo de melhorar a durabilidade da interface adesiva formada pelo uso dos adesivos autocondicionantes. Nesses estudos avaliou-se o potencial do uso de um adesivo hidrófobo extra sobre a camada de adesivo autocondicionante. Os resultados mostraram que quando esta condição foi testada de forma imediata,

houve tendência de melhora nos resultados de resistência de união, embora não fosse estatisticamente significativa (DEVITO-MORAES et al., 2009¹; VAN LANDUYT et al., 2006). Entretanto, quando esta mesma condição foi testada após um período de armazenamento prolongado (72 horas), a camada hidrófoba mostrou-se significativamente eficiente na melhora da resistência adesiva (BRACKETT et al., 2005). Estes resultados corroboram a hipótese de que monômeros hidrófobos são mais resistentes a ação hidrolítica das moléculas de água, fazendo com que a interface adesiva torne-se mais estável ao longo tempo.

A redução nos valores de resistência de união em longo prazo, tanto em estudos *in vitro* (BURROW; SATOH; TAGAMI, 1996; CARRILHO; CARVALHO; PASHLEY, 2001; GWINNETT; YU, 1995; KATO; NAKABAYASHI, 1998; OKUDA et al., 2001) como *in vivo* (HASHIMOTO et al., 2000), confirmaram uma provável degradação da interface. Isto porque resinas mais hidrofílicas são, inerentemente, menos resistentes (SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2003) e também porque a conversão de monômeros em polímeros num meio úmido (técnica de adesão à dentina úmida) determina a formação de polímeros mais frágeis (CADENARO et al., 2005; PAUL et al., 1999a, b; YIU et al., 2004) e susceptíveis à sorção de fluidos extra e intra-orais (FERRACANE, 2006; ITO et al., 2005; MALACARNE et al., 2006), sendo, portanto, menos capazes de selar adequadamente a dentina (TAY; PASHLEY; YOSHIYAMA, 2002; TAY et al., 2002; TAY; CARVALHO; PASHLEY, 2004).

¹ DeVito-Moraes AG, Francci C, Carvalho CN, Soares SP, Braga RR. Microshear bond strength of self-etching systems associated with a hydrophobic resin layer. Trabalho enviado para publicação no Journal of Adhesive Dentistry em 2009.

2.4 Técnica de Adesão à Dentina Saturada com Etanol

Idealmente, deveríamos ser capazes de produzir adesão à dentina em campo isento de água, fazendo uso de sistemas de união hidrofóbicos, naturalmente mais estáveis (FERRACANE, 2006). Entretanto, na grande maioria dos casos, a dentina é o substrato que normalmente ocupa a maior área exposta a ser restaurada, e, sendo um substrato úmido, requer a hibridização com monômeros mais hidrofílicos (KANCA, 1993).

Indubitavelmente a hibridização dos monômeros que constituem os sistemas adesivos *etch&rinse* na dentina desmineralizada é otimizada pelo emprego da técnica úmida de adesão (GWINNETT, 1992; KANCA, 1992a, b). Porém, como foi já mencionado, a presença de água na matriz dentinária pode, paradoxalmente, comprometer a conversão dos monômeros em polímeros, além de impedir a infiltração de monômeros relativamente mais hidrofóbicos como o Bis-GMA (SPENCER; WANG, 2002).

Diante da informação de que os monômeros mais hidrofílicos formam polímeros mais frágeis (ALLEN et al., 1989; BELLENGER; VERDU, 1989; KLOOSTERBOER; VAN DE HEI; BOOTS, 1984; SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2003), e que a infiltração de monômeros mais hidrofóbicos em dentina saturada com água é inviável; uma possibilidade para formar camadas híbridas mais duráveis seria aplicar monômeros mais hidrofóbicos sobre a dentina desmineralizada expandida em solventes anidros (livres de água), como por exemplo, o etanol (PASHLEY et al., 2007). Há mais de 50 anos em microscopia eletrônica foi identificado que a análise morfológica de substratos biológicos hidratados somente seria possível se estes fossem, primeiramente, desidratados e, em seguida, infiltrados

por resinas hidrofóbicas que mantivessem seus arcabouços internos preservados (NEWMAN; HOBOT, 1999). O etanol é um excelente solvente de monômeros hidrofóbicos (PASHLEY et al., 2007) e, portanto, viabiliza a infiltração desses monômeros pelo tecido desidratado. Desde então os microscopistas têm embebido os tecidos biologicamente hidratados em concentrações ascendentes de etanol, de modo a conseguir a lenta remoção da água e, então, infiltrar o tecido com resina epóxica, de natureza relativamente hidrófoba. Ao exemplo do que os microscopistas recomendam, alguns pesquisadores da área odontológica têm proposto o estudo de protocolos que promovam a substituição da água por etanol na dentina desmineralizada por procedimentos adesivos; e assim tornar esse substrato apto à infiltração de dimetacrilatos mais hidrofóbicos, como o Bis-GMA (CARRILHO et al., 2007c; NISHITANI et al., 2006a; PASHLEY et al., 2007; SADEK et al., 2008). É importante salientar que o etanol ao substituir a água presente na dentina, permite que algumas pontes de hidrogênio se desenvolvam entre as suas moléculas e os polipeptídeos colágenos, fazendo com que seja evitada a contração da matriz (BECKER et al., 2006; EDDLESTON et al., 2003; GARCIA et al., 2005).

Estudo conduzido por Nishitani et al. (2006a) demonstrou que monômeros hidrófobos diluídos em etanol obtiveram maior resistência adesiva quando aplicados em dentina tratada pela técnica da substituição de água por etanol em relação à técnica úmida convencional ou em comparação com outro grupo, cuja dentina foi totalmente seca.

Um estudo recente demonstrou que a lenta substituição da água (3,5 minutos), alcançada pela imersão da dentina desmineralizada em concentrações ascendentes de etanol, foi capaz de promover a infiltração desse substrato com uma resina experimental, constituída basicamente por monômeros mais hidrofóbicos, como

o Bis-GMA e TEGDMA, o que resultou na formação de interfaces adesivas tão resistentes quanto às aquelas formadas por adesivos comerciais aplicados sobre a dentina saturada com água (SADEK et al., 2008). Porém, apesar de promissor, o protocolo de lenta remoção da água pode ser clinicamente inviável, em função do tempo gasto em sua execução.

Em outro estudo *in vitro* recente, Carrilho et al. (2007c) demonstraram que a aplicação de adesivos experimentais hidrofóbicos sobre a dentina desmineralizada, enxaguada e imediatamente saturada com etanol absoluto (100% etanol) foi capaz de selar mais eficientemente a dentina do que adesivos experimentais hidrofílicos aplicados sobre a dentina saturada com água. Neste estudo, a condutância de fluido através da dentina coberta por *smear layer* ou hibridizada com resinas experimentais com características diferentes de hidrofília / hidrofobia foi mensurada por indução hidrostática. A *smear layer* foi mais efetiva no selamento dentinário em comparação com a maioria das condições experimentais, com exceção apenas das resinas mais hidrófobas aplicadas à dentina saturada com etanol. A condução de fluido através da camada adesiva em dentina saturada por etanol mostrou-se significativamente menor em relação à dentina controle, saturada por água. Entretanto, os resultados desse estudo também revelaram que, apesar dos adesivos hidrofóbicos terem sido capazes de melhorar o selamento da dentina, quando saturada com etanol, eles não produziram interfaces 100% impermeáveis. Os autores especulam que a rápida substituição da água por etanol pode ter sido responsável por uma pequena contração dos espaços interfibrilares, impedindo a completa infiltração dos monômeros e resultando numa interface adesiva ligeiramente permeável (2-5%).

É importante ressaltar que em todos os estudos aqui citados, a dentina saturada com etanol recebeu uma resina experimental proveniente da mistura de

monômeros hidrofóbicos dissolvidos também em etanol com diferentes concentrações. Dessa forma, pode-se dizer que os “*primers* hidrofóbicos” utilizados têm sua composição conhecida e por esse motivo pode-se, através dos parâmetros de solubilidade, avaliar o quão miscível esta mistura é em relação à dentina saturada com etanol (PASHLEY et al., 2007). Porém, os fabricantes dos sistemas adesivos comerciais não informam a exata composição de seus produtos, logo a avaliação da miscibilidade de seus adesivos à dentina saturada com água ou etanol não pode ser realizada.

Embora seja conceitualmente promissora, a técnica de adesão à dentina saturada com etanol necessita ser extensivamente avaliada em estudos laboratoriais e clínicos antes que seja incluída na rotina odontológica.

3 PROPOSIÇÃO

3.1 Objetivo Geral

O objetivo deste estudo é expandir o conhecimento sobre a recém criada técnica de adesão à dentina saturada com etanol (CARRILHO et al., 2007c; PASHLEY et al., 2007; SADEK et al., 2008), fazendo uso do componente hidrofóbico de um sistema adesivo comercial, previamente solubilizado com etanol ou utilizado da forma como é produzido industrialmente, aplicando-o sobre a dentina desmineralizada saturada com água ou etanol. Para o emprego da técnica de adesão à dentina saturada com etanol, é utilizado o protocolo lento de substituição de água por etanol, já que é necessário consolidar as informações sobre a técnica antes de simplificá-la para uso clínico (CARRILHO et al., 2007c; SADEK et al., 2008).

3.2 Objetivos Específicos

Este estudo tem como objetivos específicos avaliar a resistência de união, através do teste mecânico de microtração, e morfologia, através de microscopia eletrônica de varredura, da interface formada por adesivos experimentais a base de metacrilato hidrófobo ou solvatado em 10% e 30% de etanol e a dentina saturada com etanol.

As hipóteses testadas foram: 1) O uso de adesivo hidrófobo aplicado sobre a dentina desmineralizada saturada com etanol produz interfaces adesivas tão resistentes e duráveis quanto àquelas formadas por adesivos hidrofílicos aplicados sobre a dentina saturada com água, mesmo quando submetidas ao armazenamento;

2) A morfologia das interfaces adesivas formadas pelo adesivo hidrófobo aplicado sobre a dentina saturada com etanol não difere daquela formada por adesivos hidrofílicos aplicados sobre a dentina saturada com água, mesmo quando submetidas ao armazenamento;

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Preparação dos Corpos- de- prova

Foram utilizados 28 dentes molares permanentes íntegros adquiridos junto ao Banco de Dentes Permanentes da FOUSP e sob aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo (Protocolo 148/07 – Anexo A). Os dentes foram mantidos em solução com azida sódica 0,02% a 4°C até o momento da confecção dos corpos de prova.

As superfícies de esmalte oclusal dos dentes molares foram planificadas com lixa de carbeto de silício (SiC), de granulação 180 (Figura 4.1 A), o suficiente para que os dentes pudessem ser posicionados sobre os blocos de embutimento (tubos de PVC) com seus longos eixos perpendiculares à superfície desses blocos (Figura 4.1 B). Cada bloco de embutimento foi confeccionado com um tubo de PVC cortado à altura de 12 mm e preenchido com resina acrílica (VIPI, Pirassununga, SP, Brasil). O conjunto dente/bloco foi fixado à máquina de corte Isomet 1000 (Buheler, Lake Bluff, IL, EUA), fazendo com que o dente ficasse perpendicular ao disco de corte diamantado (Diamond Waffering Disc – Buheler, Lake Bluff, IL, EUA). Dessa forma, o terço oclusal dos dentes pode ser seccionado, sob refrigeração (Figura 4.1 C), expondo uma superfície dentinária plana e totalmente livre de esmalte oclusal (*flat* de dentina) (Figura 4.1 D). Previamente aos procedimentos adesivos, as superfícies de dentina foram polidas com lixa de carbeto de silício de granulação 600 por 60s,

sob refrigeração, para criação de uma camada de esfregaço (PASHLEY et al., 1988).

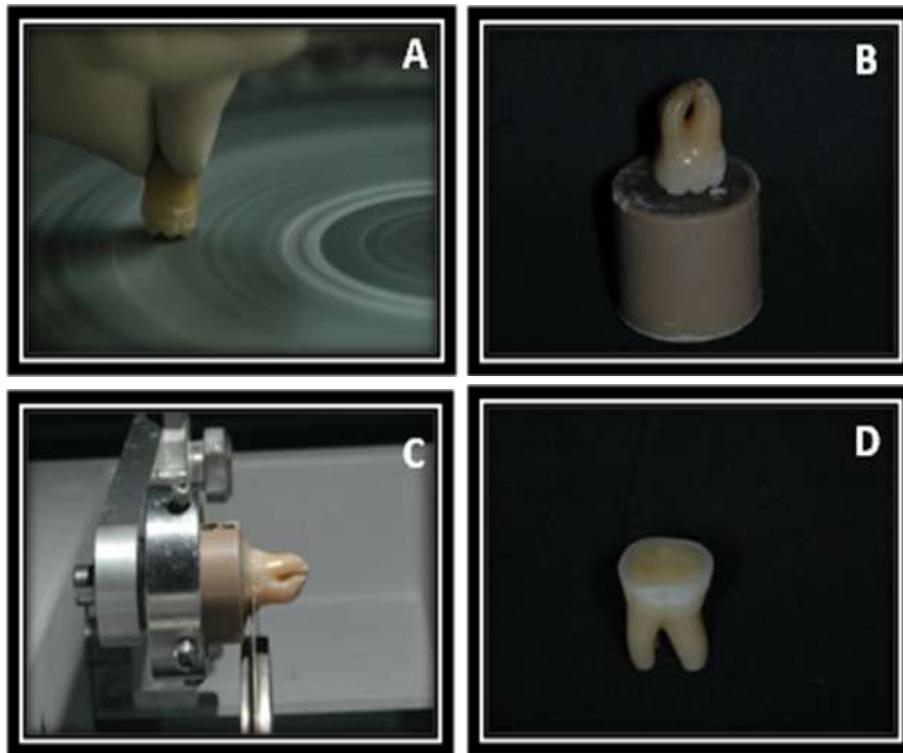


Figura 4.1 - Preparação do dente para procedimento adesivo. A: Planificação superficial oclusal, B: Posicionamento sobre o bloco de embutimento, C: Remoção do terço oclusal e D: Superfície de dentina planificada

Os dentes foram aleatoriamente divididos de acordo com os 4 grupos experimentais listados no quadro 4.1 para realização do ensaio mecânico, sendo utilizados 7 dentes para cada grupo experimental (1 grupo controle e 3 grupos experimentais). O número total de palitos obtidos de cada um dos dentes foi dividido em dois grupos: os palitos correspondentes à metade desse número foi utilizada para o teste de micro-tração imediato, ou seja, os espécimes foram testados 24h após o corte dos dentes. A outra metade permaneceu em armazenamento a 37°C em saliva artificial pelo período de seis meses. Vale dizer que para análise microscópica da interface adesiva foi utilizado 3 “palitos” de cada grupo de armazenagem de cada grupo experimental, ou seja, foi analisada em MEV a interface de um espécime

armazenado por 24h e um espécime armazenado por 6 meses de cada um dos grupos experimentais propostos.

Sistema Adesivo	Tratamento Dentina	Número de dentes para μ -tração	Tempo de armazenagem
Scotchbond Controle	Saturada com Água	7	24 horas
			6 meses
Scotchbond - BOND	Saturada com Etanol	7	24 horas
			6 meses
Scotchbond + 10% de Etanol	Saturada com Etanol	7	24 horas
			6 meses
Scotchbond + 30% de Etanol	Saturada com Etanol	7	24 horas
			6 meses

Quadro 4.1 - Grupos de estudo segundo o tratamento da dentina, número de dentes submetidos ao teste de microtração e o tempo de armazenagem de cada adesivo experimental

4.2 Preparação dos Adesivos Experimentais

O componente mais hidrofóbico (*bond*) do sistema de união Adper Scotchbond MultiUso (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), frasco número 3, foi utilizado diretamente sobre a dentina saturada com etanol, ou foi primeiramente diluído em etanol e, então, aplicado sobre a dentina como um “*primer*” hidrofóbico. Dois “*primers*” hidrofóbicos foram preparados da seguinte maneira: em duas provetas foram adicionados 2 mL do adesivo (frasco 3) do referido sistema de união (Figura 4.2 A). Então, essas provetas foram pesadas em balança analítica para obtenção do

equivalente em massa da resina (Figura 4.2 B). O adesivo foi dispensado em um frasco de vidro âmbar. Em um dos frascos foi adicionado o equivalente a dez por cento (10%) em peso de etanol absoluto; no outro frasco o equivalente a trinta por cento (30%) em peso de etanol absoluto (Merck KgaA, Darmstadt, Alemanha). Os frascos foram hermeticamente vedados, e as respectivas misturas de resina/solvente foram homogeneizadas em um aparelho de ultrassom por 15 minutos. Os frascos foram protegidos por folhas de alumínio, para evitar o contato com a luz, e armazenados a 4°C até o momento em que foram utilizados.

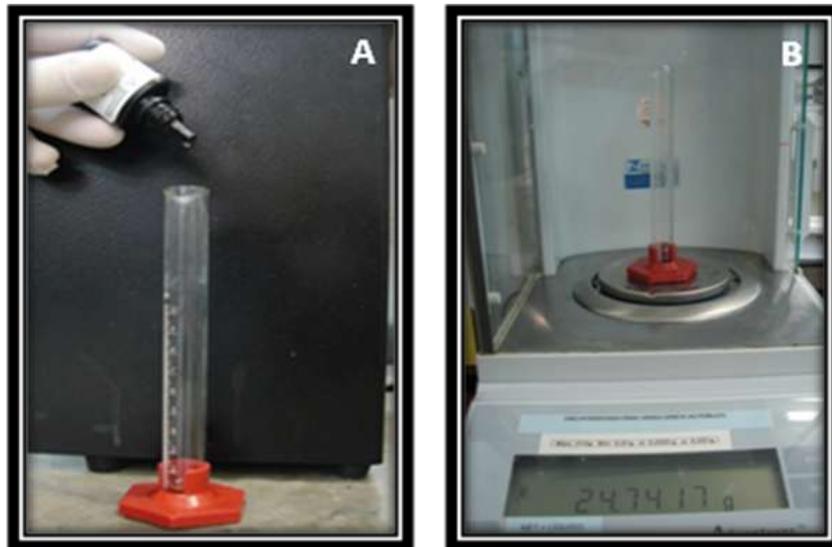


Figura 4.2 - Preparação dos *primers* experimentais. A: 2 mL de adesivo (frasco 3) do Sistema Scotchbond MultiUso. B: Obtenção do equivalente em peso do adesivo

4.3 Protocolo de Substituição de Água e Procedimento Adesivo

O protocolo de substituição de água consiste na substituição da água presente na matriz dentinária por etanol na tentativa de preservar o arcabouço

colágeno e permitir a adequada infiltração de monômeros mais hidrofóbicos capazes de resistir de forma mais eficiente à sorção de fluidos responsáveis pela degradação da interface adesiva.

Foi utilizado o protocolo lento de substituição de água, no qual são aplicadas soluções com concentrações crescentes de etanol sobre a dentina. Embora seja este protocolo clinicamente inviável, devido ao tempo despendido para sua realização, foi selecionado neste estudo, visto que por permitir a substituição lenta da umidade dentinária por etanol, possibilita a ocorrência de menor contração das fibras colágenas da matriz, o que impediria a correta infiltração dos monômeros hidrofóbicos, objetivo principal desta investigação. Este protocolo consiste na aplicação de soluções de água / etanol nas seguintes proporções: 50% / 50%; 30% / 70%, 20% / 80%, 5% / 95%, seguida da aplicação de etanol absoluto (100%), sobre a dentina desmineralizada com ácido fosfórico Condac 37% (FGM, Joinville, SC, Brasil) e saturada com água. Cada solução foi aplicada por três vezes de 30 s. (SADEK et al., 2008). A superfície de dentina foi sempre mantida úmida para que a solução seguinte fosse aplicada, ou seja, a superfície dentinária esteve sempre imersa em solução água/etanol de menor concentração de etanol para que a solução subsequente, de maior concentração de etanol, pudesse ser aplicada, evitando a evaporação total das soluções.

O quadro 4.2 descreve detalhadamente como foi realizado este protocolo.

Protocolo de Substituição de Água	Instruções
Protocolo Lento	a) <i>Condicionamento ácido por 15s.</i>
	b) <i>Enxágüe da dentina e saturação desta com água.</i>
	c) <i>Aplicação de solução com 50% de água e 50% de etanol por 30s com microbrush.</i>
	d) <i>Reaplicação da solução água / etanol por 30s.</i>
	e) <i>Reaplicação da solução água / etanol por 30s.</i>
	f) <i>Aplicação de solução com 30% de água e 70% de etanol por 30s com microbrush.</i>
	g) <i>Reaplicação da solução água / etanol por 30s.</i>
	h) <i>Reaplicação da solução água / etanol por 30s.</i>
	i) <i>Aplicação de solução com 20% de água e 80% de etanol por 30s com microbrush.</i>
	j) <i>Reaplicação da solução água / etanol por 30s.</i>
	k) <i>Reaplicação da solução água / etanol por 30s.</i>
	l) <i>Aplicação de solução com 5% de água e 95% de etanol por 30s com microbrush.</i>
	m) <i>Reaplicação da solução água / etanol por 30s.</i>
	n) <i>Reaplicação da solução água / etanol por 30s.</i>
	o) <i>Aplicação de etanol absoluto (100%) por 30s.</i>
	p) <i>Reaplicação de etanol absoluto por 30s.</i>
	q) <i>Reaplicação de etanol absoluto por 30s.</i>

Quadro 4.2 - Protocolo lento de substituição de água por etanol

A dentina exposta e mantida úmida com etanol foi submetida aos procedimentos adesivos de acordo com o grupo experimental ou controle a que pertencia. O quadro 4.3 e a figura 4.3 mostram detalhadamente como foi aplicado o sistema Adper Scotchbond MultiUse (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), para o grupo

controle e como foram utilizados os *primers* experimentais hidrofóbicos para as demais condições experimentais.

Grupo Experimental	Instruções
Grupo Controle Scotchbond	<ul style="list-style-type: none"> a) <i>Condicionamento ácido (37%) por 15s.</i> b) <i>Enxágue da dentina e remoção do excesso de água.</i> c) <i>Aplicação do primer com microbrush sobre a dentina úmida.</i> d) <i>Evaporação do solvente com jato de ar suave por 5s.</i> e) <i>Aplicação do bond com microbrush.</i> f) <i>Homogeneização do adesivo com jato de ar suave por 5s.</i> g) <i>Fotopolimerização do adesivo por 20s.</i>
Grupo Experimental 1 Scotchbond - Frasco 3	<ul style="list-style-type: none"> a) <i>Condicionamento ácido (37%) por 15s.</i> b) <i>Enxágue da dentina e saturação desta com água.</i> c) <i>Aplicação do protocolo de substituição de água por etanol.</i> d) <i>Aplicação do bond com microbrush.</i> e) <i>Homogeneização do adesivo com jato de ar suave por 5s.</i> f) <i>Fotopolimerização do adesivo por 20s.</i>
Grupo Experimental 2 Scotchbond + 10% Etanol	<ul style="list-style-type: none"> a) <i>Condicionamento ácido (37%) por 15s.</i> b) <i>Enxágue da dentina e saturação desta com água.</i> c) <i>Aplicação do protocolo de substituição de água por etanol.</i> d) <i>Aplicação do primer experimental contendo 10% de etanol com microbrush.</i> e) <i>Evaporação do solvente com jato de ar suave por 5s.</i> f) <i>Aplicação do bond com microbrush.</i> g) <i>Homogeneização do adesivo com jato de ar suave por 5s.</i> h) <i>Fotopolimerização do adesivo por 20s.</i>
Grupo Experimental 3 Scotchbond + 30% Etanol	<ul style="list-style-type: none"> a) <i>Condicionamento ácido (37%) por 15s.</i> b) <i>Enxágue da dentina e saturação desta com água.</i> c) <i>Aplicação do protocolo de substituição de água por etanol.</i> d) <i>Aplicação do primer experimental contendo 30% de etanol com microbrush.</i> e) <i>Evaporação do solvente com jato de ar suave por 5s.</i> f) <i>Aplicação do bond com microbrush.</i> g) <i>Homogeneização do adesivo com jato de ar suave por 5s.</i> h) <i>Fotopolimerização do adesivo por 20s.</i>

Quadro 4.3 - Descrição das instruções de aplicação dos sistemas adesivos de acordo com o grupo experimental



Figura 4.3 – Procedimento adesivo. A: Condicionamento ácido (15s). B: Aplicação *primer* para o grupo controle. C: Aplicação *primer* experimental para os demais grupos. D: Evaporação solvente. E: Aplicação *bond* para todos os grupos. F: Homogeneização do *bond*. G: Fotopolimerização

Foi utilizada a técnica incremental para a inserção da resina composta sobre a superfície dentinária hibridizada. Foram adicionadas três camadas de 1,5 mm cada de resina composta Filtek Z350 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), sendo cada uma delas fotoativada por 40s (Figura 4.4 A). O aparelho fotopolimerizador com lâmpada de quartzo-tungstênio-halogênio utilizado durante todo o experimento foi o Optilux 501 (Demetron/Kerr, Danbury, CT, EUA), com ponta aplicadora de 11 mm de diâmetro,

com intensidade de 600 mW/cm^2 (Figura 4.4 B). Os dentes restaurados foram imediatamente cortados para a obtenção de espécimes em forma de palitos.

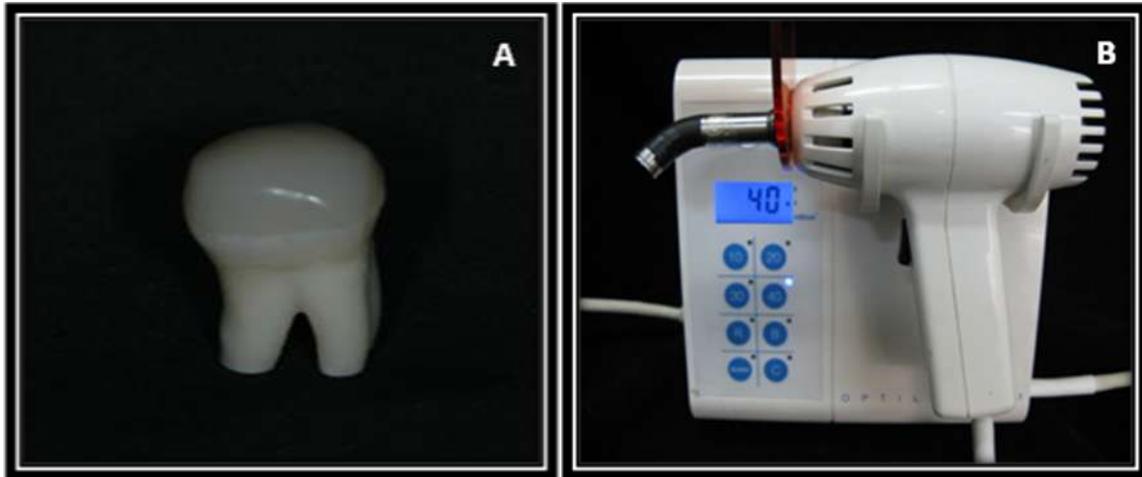


Figura 4.4 – Restauração e Fotoativação. A: Dente restaurado após procedimentos adesivos.
B: Fotopolimerizador Optilux 501

Para a confecção dos espécimes, cada dente foi fixado com cera pegajosa, por sua extremidade radicular planificada, ao bloco de embutimento confeccionado com um tubo de PVC, após o término da restauração. Este bloco foi acoplado à máquina de corte (Isomet 1000, Buheler, Lake Bluff, IL, EUA), de forma que a interface adesiva ficasse perpendicular ao disco diamantado. Em seguida, foram realizadas secções paralelas entre si ao no sentido méso-distal e depois no sentido vestibulo-lingual. Um último corte foi realizado em um plano transversal ao eixo longitudinal do dente e paralelo à interface adesiva (PASHLEY et al., 1999) para obtenção dos espécimes em forma de “palitos” com uma área de seção transversal quadrada em torno de $\pm 0,9 \text{ mm}^2$ e $\pm 10,0 \text{ mm}$ de comprimento (Figura 4.5). Os palitos obtidos foram armazenados em 2 mL de saliva artificial ($4 \cdot 10^{-3} \text{ M KH}_2\text{PO}_4$, $5 \cdot 10^{-3} \text{ M NaHPO}_4$, $2,4 \cdot 10^{-2} \text{ M KHCO}_3$, $1,7 \cdot 10^{-2} \text{ M NaCl}$, $5 \cdot 10^{-4} \text{ M MgCl}_2$, $3 \cdot 10^{-3} \text{ M CaCl}_2$, $2 \cdot 10^{-4} \text{ M}$ Ácido Cítrico e Água destilada) a 37°C por 24 horas e 6 meses. Durante o

armazenamento, a saliva artificial foi mensalmente trocada, sempre preservando o mesmo volume.

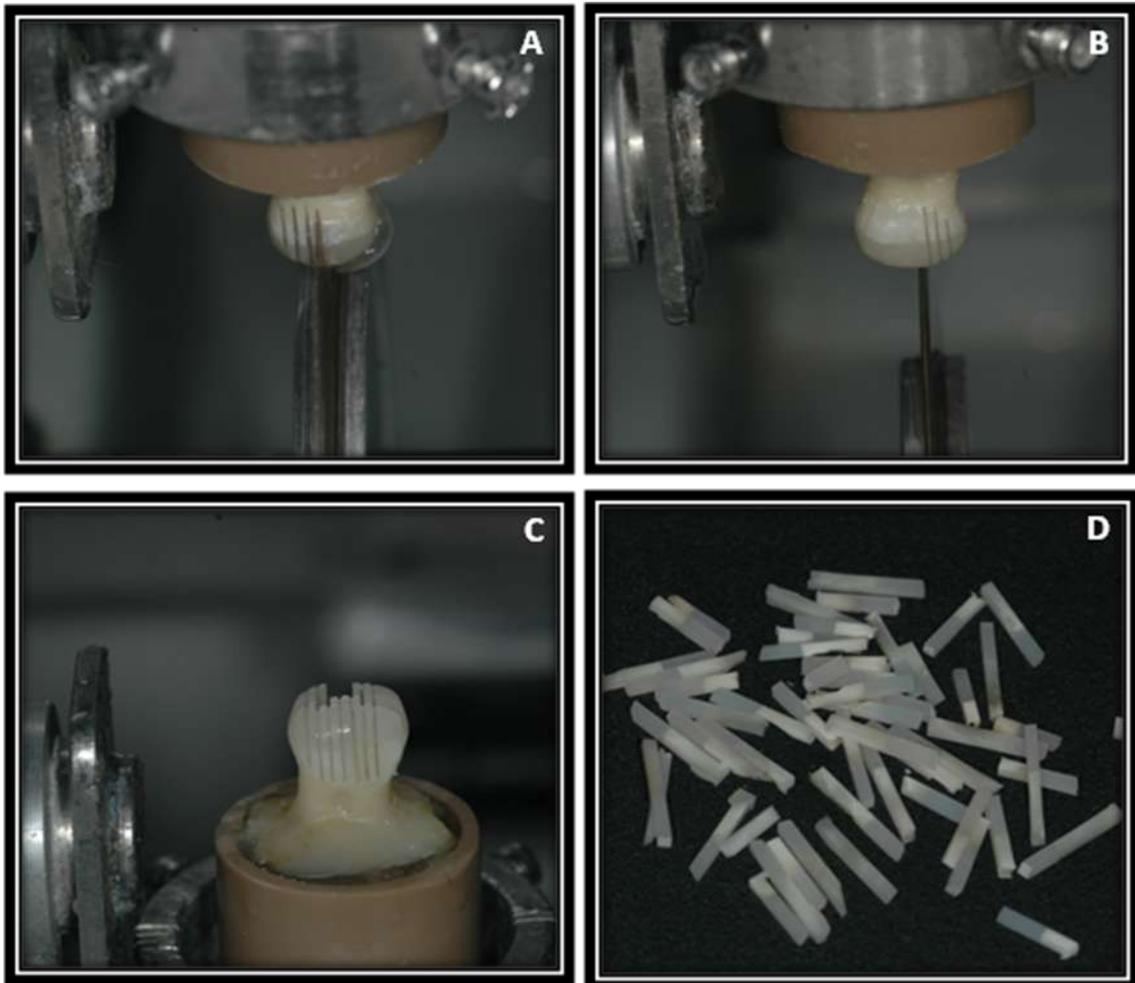


Figura 4.5 – Preparação dos palitos. A: Corte no sentido vestibulo-lingual. B: Corte no sentido méso-distal. C: Palitos formados. D: Palitos cortados

4.4 Teste Mecânico

Com o auxílio de uma cola à base de cianoacrilato (Super Bonder gel, Henkel Loctite, Itapevi, SP, Brasil) cada palito foi fixado por suas extremidades à garra de testes modelo Geraldeli (PERDIGÃO et al., 2002) que se acopla à máquina de ensaios universais (Modelo 5565 - Instron Corporation, Canton, MA, EUA) (Figura 4.6 A). Uma carga de tração foi aplicada em um plano perpendicular à interface adesiva com uma velocidade de 0,5 mm/min, até a fratura ocorrer (Figura 4.6 B). Após a ruptura, os espécimes foram removidos da garra de testes com auxílio de um dispositivo desenvolvido para esta finalidade.

A área da seção transversal dos palitos próxima à superfície de fratura foi medida com auxílio de um paquímetro digital (Absolute Digimatic - Mitutoyo, Tóquio, Japão) em mm². Dessa forma, foi possível determinar a tensão de ruptura dos espécimes através da razão entre a carga registrada no momento da fratura (dada em Newton (N)) e a área do espécime. Esses valores de tensão serão convertidos em MPa, caracterizando a resistência de união dos espécimes ($RU \text{ MPa} = \text{Tensão de ruptura N} / \text{Área do espécime em mm}^2$).

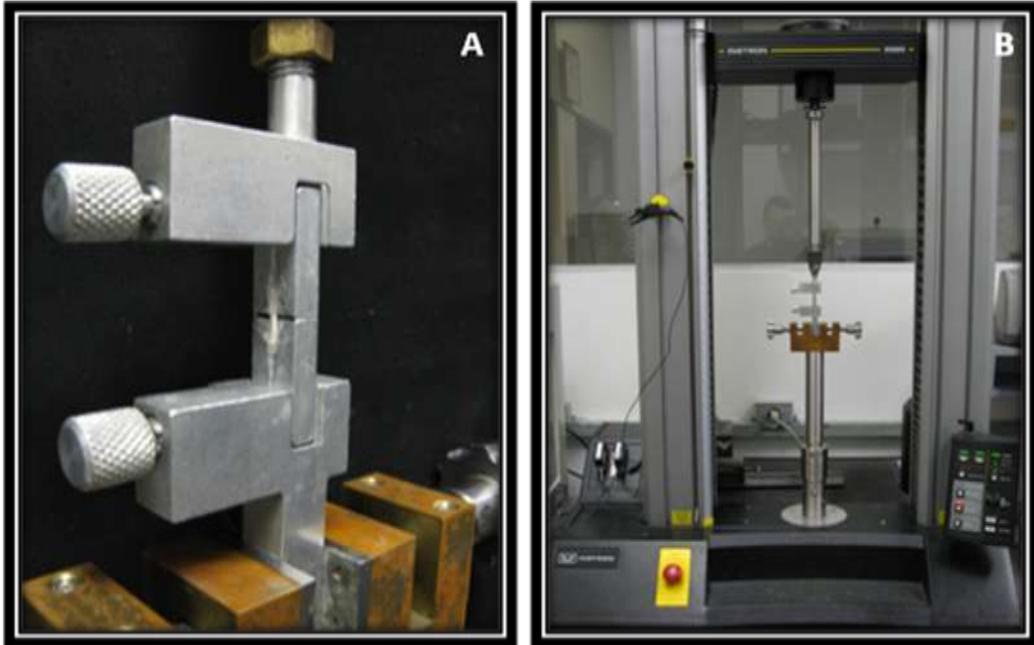


Figura 4.6 – Teste Micro-tração. A: Palito colado à garra de testes. B: Instron – Máquina de ensaios universais realizando teste de micro-tração.

4.4.1 Análise estatística

Para o teste estatístico foi considerado o dente como corpo-de-prova. Assim cada conjunto de “palitos” obtidos de uma determinada interface estudada, proveniente do corte de um dente molar, permitiu a obtenção de uma média de valores de resistência à microtração daquele dente. Os valores de resistência adesiva e da área de adesão foram tabulados e submetidos à análise de variância de dois fatores (Técnica Adesiva X Tempo de Armazenamento) com um fator vinculado (Tempo de Armazenamento). O teste de Tukey para contrastes de médias não foi realizado, pois diferenças não foram encontradas. A ANOVA foi realizada em um programa estatístico apropriado (GMC 2002, Ribeirão Preto, SP, Brasil). Como não houve diferenças estatísticas significativas entre os grupos, nos valores de

áreas de secção transversal dos “palitos”, os mesmos não entraram como co-variável dentro da análise dos valores de resistência de união (PASHLEY et al., 1999).

4.5 Análise Ultramorfológica

4.5.1 Microscopia eletrônica de varredura

4.5.1.1 caracterização da camada híbrida

Para avaliação e caracterização das interfaces adesivas formadas pelos procedimentos adesivos adotados em cada um dos grupos experimentais estudados, foi utilizado 1 palito representativo de cada um dos tempos de armazenamento (24h e 6 meses) de cada um dos sete dentes utilizados para cada grupo experimental.

Os palitos selecionados foram incluídos em resina epóxica (Buhler Epoxicure Resin, Lake Bluff, IL, EUA) e em seguida foi realizado o polimento da superfície desses palitos em máquina de polimento (DP – Struers, Ballerup, Dinamarca) através de lixas de carbeto de silício de granulação 600 / 800 / 1200 / 2000 e em feltro impregnado com pasta de diamante de granulação 3, 1 e $\frac{1}{4}$ μm (Buehler Metadi Diamond Suspension, Lake Bluff, IL, EUA). Durante a troca de lixas ou pastas de diamante de granulações diferentes, os espécimes foram lavados em

água destilada, através de banho em ultrassom para que fossem removidos os vestígios de partículas polidoras da lixa ou pasta anterior, impedindo assim que o polimento fosse prejudicado pela mistura de partículas de diferentes granulações.

Em seguida, os espécimes foram fixados em solução de glutaraldeído 2,5% - paraformaldeído 2% em 0,1 M de tampão de cacodilato de sódio pH 7.4 por no mínimo 12h a 4°C. Após a fixação foi feita a lavagem das amostras com 20 mL de tampão de cacodilato de sódio 0,2 M pH 7.4 por 1 hora com três trocas de 20 minutos cada. Foi feito o enxágüe em água destilada por 1 min.

A desidratação foi realizada através da imersão das amostras nas seguintes soluções com concentrações ascendentes de etanol: 25% (20 min), 50% (20 min), 70% (20 min), 95% (30 min) e 100% (60 min). Por último as amostras foram imersas em HMDS (hexametildisilazane) (Sigma-Aldrich, St. Louis, EUA) por 10 min para secagem química, deixando-as, em seguida, à temperatura ambiente no interior de uma capela de exaustão (KENSHIMA et al., 2006).

Para visualização das imagens, as amostras foram recobertas com platina (Recobridor MED020, Bal-Tec, Balzers, Liechtenstein). A obtenção das imagens foi feita por microscópio eletrônico de varredura (Quanta 600F, FEI, Brno, República Theca).

4.5.1.2 padrão de fratura

Os palitos fraturados após a realização do teste de micro-tração foram analisados em MEV para avaliação do padrão de fratura da interface adesiva.

As duas metades fraturadas dos palitos foram fixadas em *stubs* com massa de carbono e recobertas com platina (Recobridor MED020, Bal-Tec, Balzers, Liechtenstein), sem que nenhuma outra preparação fosse necessária. As imagens das superfícies de fratura foram obtidas em microscópio eletrônico de varredura (Stereoscan 440, LEO, Cambridge, Inglaterra).

Os padrões de fratura serão classificados da seguinte forma:

- Fratura Coesiva da Dentina.
- Fratura Coesiva da Resina Composta.
- Fratura Adesiva (rompimento da camada de adesivo ou interface adesiva).
- Fratura Mista (quando mais de um tipo de fratura for detectado).

5 RESULTADOS

A seguir são apresentados os resultados do teste de microtração obtidos pela análise comparativa das diferentes condições experimentais, além da análise qualitativa, por imagens de microscopia eletrônica de varredura, da camada híbrida formada pelos adesivos experimentais

5.1 Avaliação da Resistência de União – Teste de Microtração

A tabela 5.1 mostra o número de “palitos” efetivamente testados e o de perdidos por grupo experimental, antes da realização do teste mecânico de microtração. Os “palitos” perdidos são aqueles que fraturaram antes de serem submetidos ao teste e, justamente por isso, não foram considerados no cálculo da resistência de união dos grupos experimentais a que pertenciam (ARMSTRONG, BOYER, KELLER, 1998; PAUL et al., 1999b; YOSHIYAMA et al., 1995). Porém, sua descrição pode auxiliar na análise comparativa dos dados, apontando possíveis fragilidades de uma ou outra condição testada

Tabela 5.1 – Número total de espécimes obtidos, testados e perdidos por condição experimental

Grupos Experimentais	Total	Tempo de Armazenamento			
		24 horas		6 meses	
		Testados	Perdidos	Testados	Perdidos
Grupo Controle	83	43	0	39	1
Grupo Experimental 1	81	40	1	39	1
Grupo Experimental 2	67	29	4	32	2
Grupo Experimental 3	79	37	1	41	0

Para cada dente, ou também chamado de unidade experimental, foram obtidos, através dos cortes, dois conjuntos de espécimes ou “palitos”, um para cada tempo de armazenamento (24 horas e 6 meses). Portanto, foram considerados “palitos” perdidos para o período de armazenamento de 24 h, aqueles que fraturaram precocemente após as 24 horas de estocagem. O mesmo critério foi utilizado para os “palitos” que ficaram sob armazenamento pelo período de 6 meses.

É possível perceber que a quantidade de palitos descartados foi pequena para todos os grupos experimentais, embora o grupo experimental 2 tenha demonstrado uma quantidade ligeiramente superior aos demais. Esse mesmo grupo obteve um número total de “palitos” ligeiramente inferior aos demais.

Os resultados da análise dos padrões de fratura dos “palitos” testados para cada grupo experimental, em cada um dos períodos de armazenamento estão na tabela 5.2. As fraturas foram classificadas em quatro tipos: Coesiva da dentina, Coesiva da Resina Composta, Adesiva e Mista. É importante ressaltar que os “palitos” cujas fraturas foram coesivas, tanto em dentina quanto em resina, não foram considerados no cálculo de resistência de união para os grupos avaliados. Isso se deve ao fato de que as fraturas coesivas não medem a resistência da interface adesiva, podendo ocorrer em virtude de uma distribuição desigual de tensões durante a aplicação da força de tração. Por outro lado, essas fraturas foram relatadas, uma vez que sua frequência pode sugerir que a resistência de união da interface teria sido mais resistente que o valor de tensão mensurado.

Tabela 5.2 - Padrão de fratura observado nos diferentes grupos experimentais, após realização do teste de microtração imediato e depois do período de armazenamento

Grupos Experimentais	TIPO DE FRATURA							
	24 horas				6 meses			
	Coesiva Dentina	Coesiva Resina	Adesiva	Mista	Coesiva Dentina	Coesiva Resina	Adesiva	Mista
Grupo Controle	7,0%	0,0%	37,2%	55,8%	7,7%	51,3%	5,1%	35,9%
Grupo Experimental 1	2,5%	2,5%	60,0%	35,0%	5,1%	30,8%	28,2%	35,9%
Grupo Experimental 2	3,4%	6,8%	68,8%	21,0%	3,1%	18,8%	15,6%	62,5%
Grupo Experimental 3	2,7%	13,5%	59,5%	24,3%	0,0%	19,5%	29,3%	51,2%

Os resultados indicam que a distribuição dos tipos de fraturas foi homogênea para os grupos experimentais 1, 2 e 3, já que nas três condições houve o predomínio de fraturas adesivas na avaliação dos “palitos” armazenados por 24 horas e nos mesmos grupos houve um predomínio de fraturas mistas quando avaliadas após 6 meses de armazenamento. Entretanto, o grupo controle demonstrou divergências em relação ao tipo de fratura nos dois diferentes períodos de armazenamento. Houve maior preponderância de fraturas mistas em 24 horas, e maior número de fraturas coesivas em resina composta após 6 meses. É possível perceber também que o número de fraturas coesivas em resina aumenta após os seis meses para todos os grupos experimentais, porém para o grupo controle este tipo de padrão se torna predominante.

Os “palitos” selecionados para o teste de resistência de união tiveram suas áreas de seção transversal da interface adesiva medidas e avaliadas para verificar a homogeneidade da amostragem (PASHLEY et al., 1999). Portanto, as áreas dos “palitos” que apresentaram fraturas adesivas ou mistas foram submetidas à ANOVA. Os valores das médias \pm desvio padrão estão expressos na tabela 5.3.

Tabela 5.3 – Média e desvio-padrão (mm²) da área de seção transversal dos palitos testados. Letras iguais significam semelhança estatística ($p > 0,05$)

Grupos Experimentais	Área Seção Transversal (mm ²)	
	24 horas	6 meses
Grupo Controle	0,89 ± 0,05 a	0,90 ± 0,06 a
Grupo Experimental 1	0,90 ± 0,05 a	0,91 ± 0,04 a
Grupo Experimental 2	0,90 ± 0,04 a	0,91 ± 0,03 a
Grupo Experimental 3	0,93 ± 0,03 a	0,94 ± 0,03 a

Tanto pela análise descritiva, quanto pela análise de variância pode-se observar a homogeneidade dos valores médios das áreas de seção transversal dos “palitos”. Os valores médios das áreas mostraram-se estatisticamente semelhantes ao nível de 5% ($p=0,979$). Esta condição foi fundamental para que a comparação dos valores de resistência de união fosse possível (PASHLEY et al., 1999).

Assim, os valores das médias de resistência de união dos grupos estudados, expressos na tabela 5.4, foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) de dois fatores (Técnica Adesiva X Tempo de Armazenamento) com um fator vinculado (Tempo de Armazenamento), justamente pelo fato de que os “palitos” avaliados nos dois períodos de estocagem são provenientes da mesma unidade experimental (dente).

Tabela 5.4 – Média e desvio-padrão da resistência de união em MPa. Letras iguais significam semelhança estatística ($p>0,05$)

Grupos Experimentais	Tempo de Armazenamento	
	24 horas	6 meses
Grupo Controle	35,97 ± 4,00 a	40,75 ± 14,65 a
Grupo Experimental 1	32,71 ± 11,02 a	36,12 ± 13,51 a
Grupo Experimental 2	28,48 ± 10,96 a	33,41 ± 14,08 a
Grupo Experimental 3	30,87 ± 12,27 a	34,64 ± 14,28 a

Após o período de armazenamento de 24 horas nota-se que os tratamentos avaliados (Controle e Experimentais 1, 2 e 3) não apresentaram diferenças significativas entre si. A análise da tabela 5.4 e do gráfico da figura 5.1 permite afirmar que a resistência de união do sistema Scotchbond MultiUso aplicado de acordo com as recomendações do fabricante sobre dentina saturada com água, ou seja, a utilização do sistema adesivo, formulado comercialmente, aplicado com o uso da técnica úmida de hibridização do tecido dentinário apresentou valores de resistência de união estatisticamente semelhantes ($p>0,05$) aos valores obtidos pelos demais grupos experimentais, em que foi utilizada a técnica da dentina saturada com etanol, com a aplicação do protocolo lento de substituição de água por etanol.

A mesma tendência pode ser observada entre os grupos controle e experimentais (1, 2 e 3) quando avaliada a resistência de união após o período de armazenamento de 6 meses, ou seja, mesmo depois de um determinado tempo sob condições de estocagem (em saliva artificial a 37°C) o adesivo Scotchbond obteve valores semelhantes de resistência adesiva aos valores encontrados para os grupos

experimentais que utilizaram *primers* hidrofóbicos aplicados em dentina saturada com etanol.

A análise comparativa feita entre os dois tempos de armazenamento (24h e 6M) dentro de um mesmo grupo experimental também não revelou diferenças estatísticas entre os valores de resistência adesiva obtidos em cada tempo, ou seja, a avaliação das técnicas testadas em longevidade não permitiu a detecção de alterações na resistência adesiva dos sistemas adesivos aplicados de acordo com as técnicas descritas para cada condição experimental.

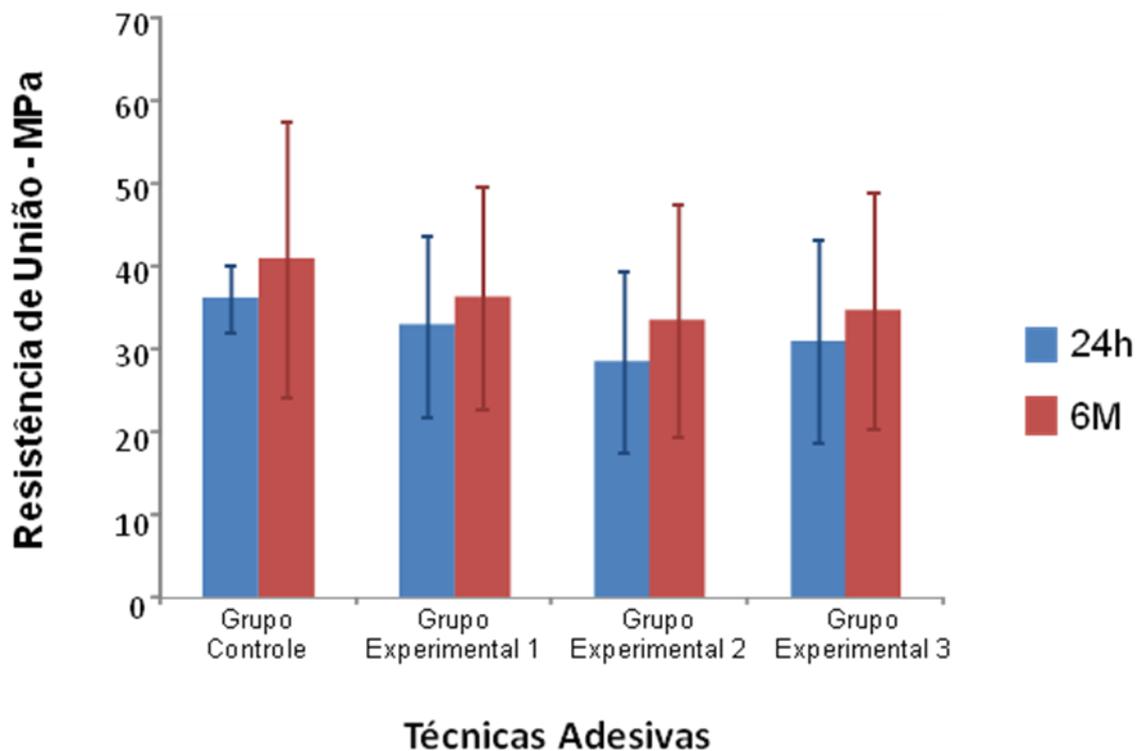


Figura 5.1 – Médias e desvios padrão (MPa) da resistência de união dos grupos experimentais que representam as técnicas adesivas testadas nos dois períodos de armazenamento (24 horas e 6 meses)

5.2 Análise Ultramorfológica

5.2.1 Caracterização da camada híbrida

Foram tomadas imagens em microscopia eletrônica de varredura (MEV) para a observação e caracterização da camada híbrida formada por cada uma das condições experimentais. Dessa forma, foi possível comparar qualitativamente se os *primers* hidrofóbicos foram capazes de infiltrar a matriz colágena desmineralizada e mantida em expansão por ação do etanol quando comparada à condição em que monômeros hidrofílicos permeiam a dentina desmineralizada e saturada com água.

A figura 5.2 reúne fotomicrografias realizadas em MEV com magnificação de 2000x de espécimes armazenados por 24 horas. Estas imagens permitem visualizar parte da interface adesiva obtida após os procedimentos de adesão realizados, cada qual com sua condição específica testada por este estudo. É possível visualizar a resina composta restauradora, a camada de adesivo hidrófobo localizada logo abaixo, a camada híbrida formada pela infiltração dos monômeros entre as fibrilas colágenas da matriz orgânica da dentina na técnica adesiva, além dos *tags* resinosos que se estendem para o interior dos túbulos dentinários.

Em todos os grupos a camada híbrida foi formada e é possível notar a homogeneidade obtida em todas as condições experimentais, sem que diferenças expressivas possam ser notadas entre os quatro diferentes procedimentos adesivos adotados neste trabalho em relação à dimensão e morfologia da camada híbrida. Os *tags* resinosos também estão presentes em todos os grupos, ocupando os túbulos

dentinários, fato este que corrobora a hipótese de que os monômeros conseguiram infiltrar para a intimidade do substrato dentinário.

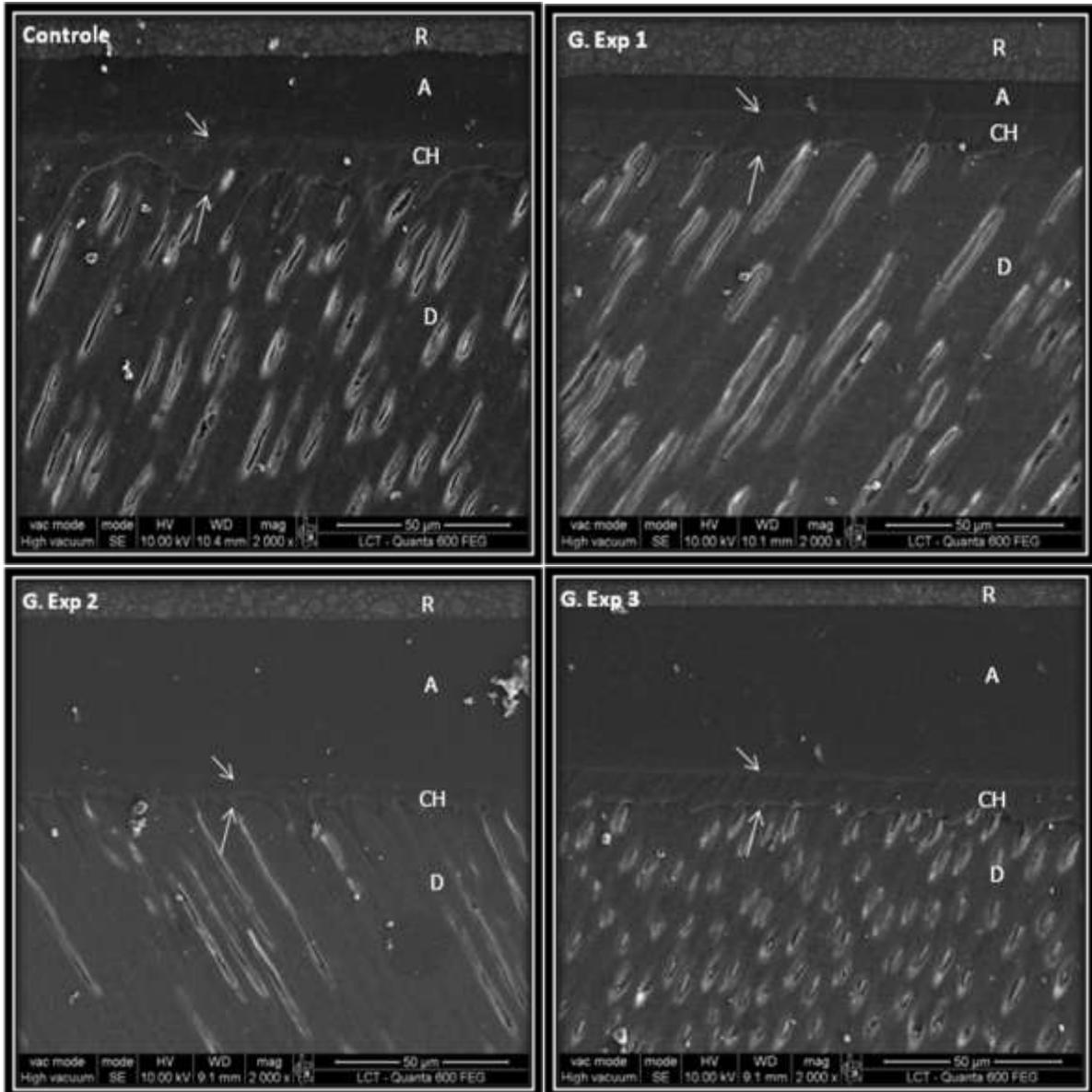


Figura 5.2 - Micrografias obtidas em MEV para observação da interface adesiva e camada híbrida formada pelos 4 grupos experimentais estudados após 24 horas. R: Resina Composta; A: Adesivo; CH: Camada Híbrida; D: Dentina. As setas delimitam a camada híbrida

A figura 5.3 reúne fotomicrografias também realizadas em MEV com a mesma magnificação de 2000x, porém de espécimes armazenados por 6 meses. Nessas imagens também é possível notar a presença da resina composta restauradora, a camada de adesivo hidrófobo, a camada híbrida e a dentina infiltrada por *tags* resinosos provenientes dos monômeros dos sistemas adesivos, ocupando os túbulos dentinários.

A camada híbrida formada durante a hibridização da superfície de dentina pode ser observada, após os 6 meses de armazenamento em saliva artificial, porém percebe-se que a nitidez dos limites dessa camada diminuiu em relação àquelas claramente observadas quando se analisa as micrografias imediatas (24 horas de armazenamento). Mesmo com menor nitidez, é possível dizer que a homogeneidade da camada híbrida observada logo depois de sua formação se manteve durante o armazenamento, em relação à dimensão e morfologia.

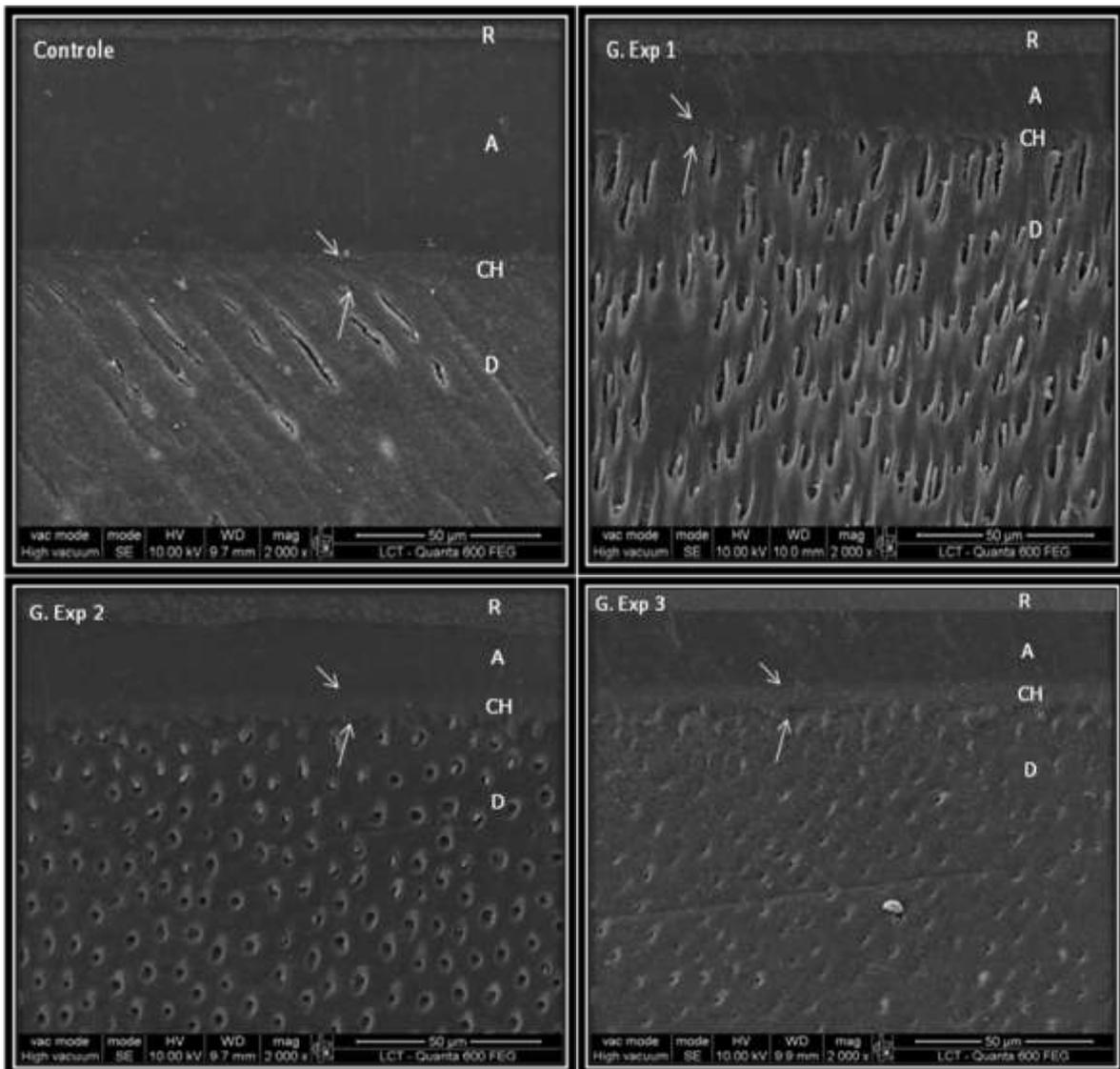


Figura 5.3 - Micrografias obtidas em MEV para observação da interface adesiva e camada híbrida formada pelos 4 grupos experimentais estudados após 6 meses. R: Resina Composta; A: Adesivo; CH: Camada Híbrida; D: Dentina. As setas delimitam a camada híbrida

A observação em MEV, das interfaces adesivas do grupo controle e dos grupos que utilizaram a técnica de substituição de água por etanol mostra a manutenção do arcabouço colágeno (Figura 5.4). Portanto, mesmo nos grupos em que houve a saturação da dentina com etanol é possível verificar a expansão das fibrilas pelo etanol, mantendo-as afastadas para a permeação dos monômeros hidrofóbicos.

As micrografias foram obtidas após fixação dos “palitos” em solução de glutaraldeído, o que nos garante que as fibrilas colágenas permaneceram na posição em que se encontravam logo após a realização dos procedimentos adesivos, onde o conteúdo mineral foi extraído, gerando os espaços inter-fibrilares expandidos com água ou etanol. Trata-se da região de dentina peritubular, próxima à superfície de dentina onde foi realizada a hibridização após a saturação do substrato dentinário com água ou etanol.

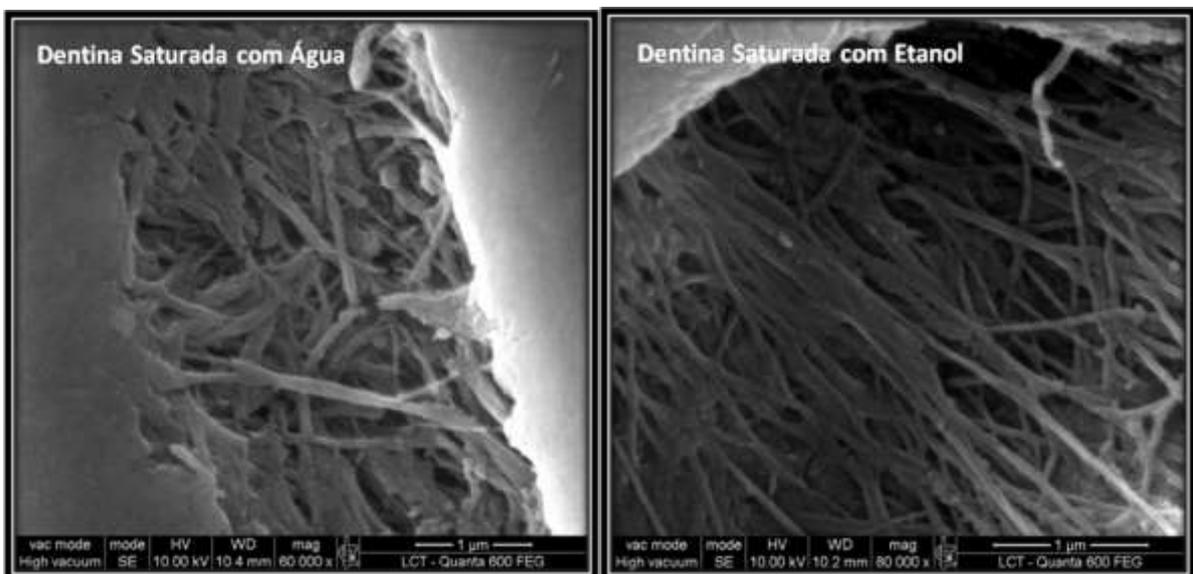


Figura 5.4 - Micrografias obtidas em MEV para observação do arcabouço colágeno mantido em expansão para infiltração dos monômeros resinosos. Dentina saturada com água: Aumento de 60.000x. Dentina saturada com etanol: Aumento de 80.000x

5.2.2 Avaliação dos padrões de fratura

Os “palitos” fraturados durante o teste de microtração foram analisados em MEV para que fosse possível classificar os padrões de fratura resultantes das cargas aplicadas sobre estes. As superfícies de adesão relativa aos dois fragmentos do “palito” fraturado foram analisadas após recobrimento com platina para que pudesse ser verificada a existência de adesivo, dentina ou resina composta após a tensão máxima de fratura. As imagens da superfície de fratura foram tomadas com magnificação de 100x e os detalhes dessa superfície puderam ser verificados com magnificação de 500x. Dessa maneira, os tipos de fratura puderam ser determinados. A tabela 5.2 mostra os valores em porcentagem de cada um dos tipos de fratura para cada condição experimental.

A figura 5.5 mostra a superfície da região em que ocorreu a fratura em um “palito” submetido ao teste de microtração, onde se pode observar uma fratura predominantemente coesiva em dentina. É possível perceber em ambos os fragmentos fraturados, superfícies rugosas e perfuradas, caracterizando a dentina e os túbulos dentinários expostos. Em maior aumento, a embocadura dos túbulos fica evidente, facilitando a classificação.

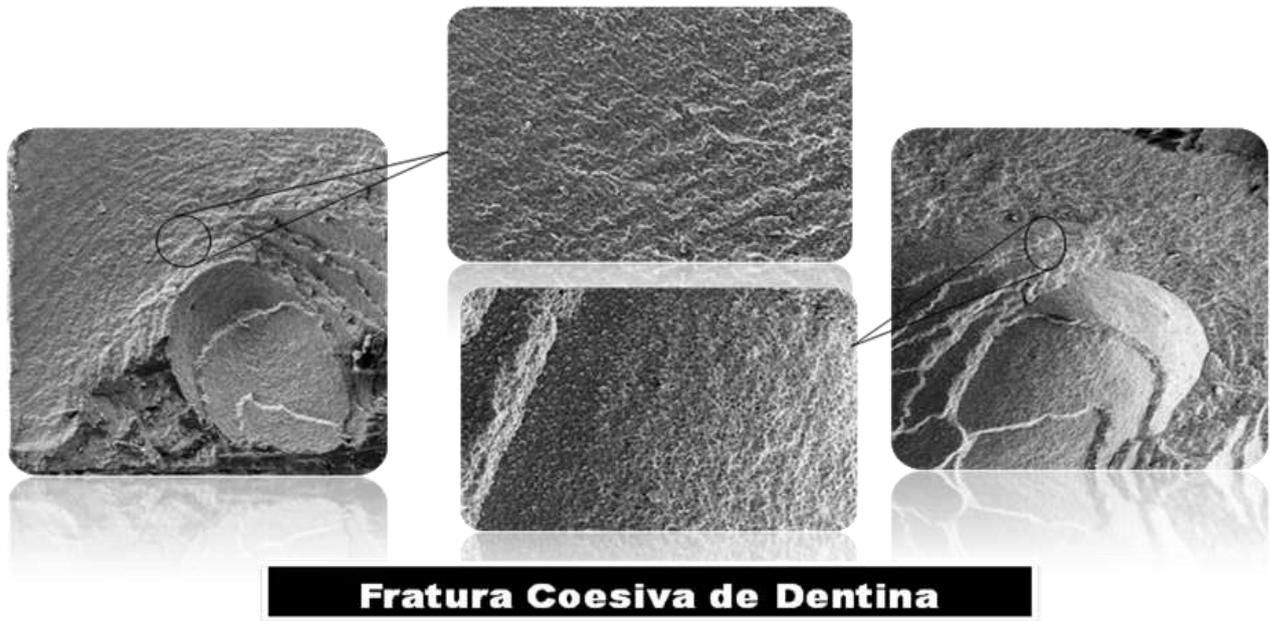


Figura 5.5 - Superfície da região de fratura de um “palito” utilizado no ensaio de microtração. Nota-se uma fratura do tipo coesiva em dentina. Superfície de fratura: Aumento de 100x. Detalhes em maior aumento: 500x

A figura 5.6 mostra a superfície fraturada de um “palito” em que ocorreu uma fratura predominantemente coesiva em resina composta. Também se pode notar que em ambas as metades do “palito” de microtração há uma superfície rugosa e irregular, porém sem perfurações como verificado no padrão descrito anteriormente. Em maior aumento observam-se as irregularidades de forma mais nítida, cujo aspecto é consequência da distribuição das cargas (sílica) presentes no interior da matriz polimérica da resina composta usada para restaurar a superfície dentinária. Portanto, a resina fraturou antes que uma falha na interface pudesse ocorrer.



Figura 5.6 - Superfície da região de fratura de um “palito” utilizado no ensaio de microtração. Nota-se uma fratura do tipo coesiva em resina composta. Superfície de fratura: Aumento de 100x. Detalhes em maior aumento: 500x

Em relação à fratura do tipo adesiva, a literatura relata uma certa controversa quanto à distribuição dos elementos constituintes da interface e que caracterizariam este modo de fratura. Para alguns autores, quando se observa em uma das metades do espécime fraturado, a superfície dentinária exposta com a embocadura dos túbulos vazia e na outra metade, uma superfície recoberta por uma camada de adesivo com *tags* resinosos nela fixados, a classificação seria a de uma fratura do tipo adesiva propriamente dita, como o que acontece com o “palito” mostrado na figura 5.7. Nesse caso, a dentina e a camada híbrida estariam em lados opostos, caracterizando uma falha na adesão.

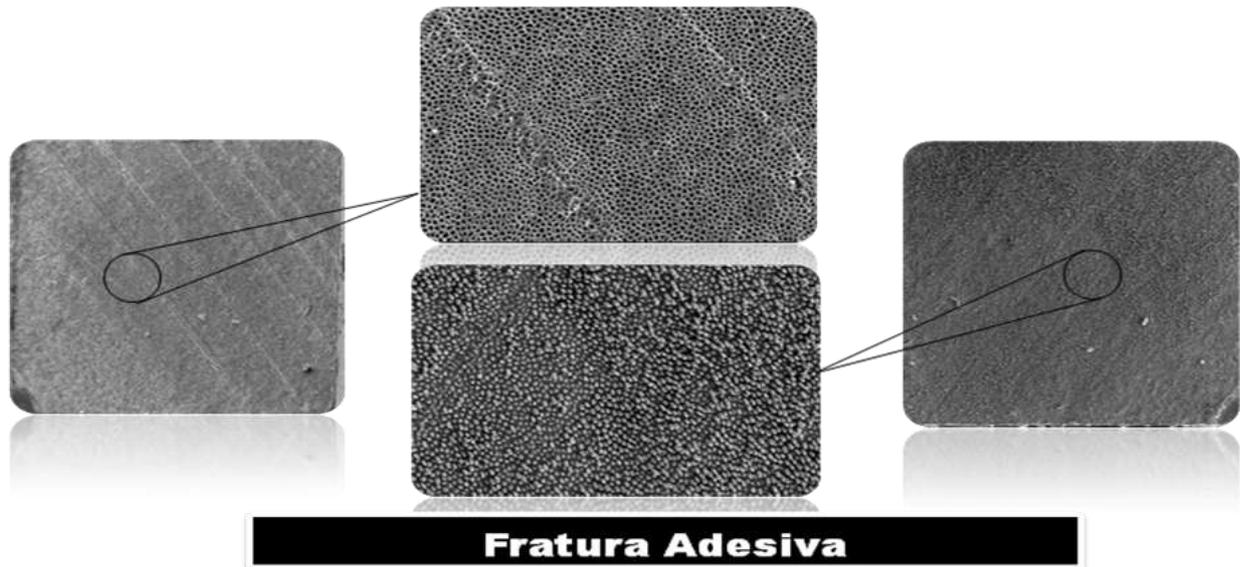


Figura 5.7 - Superfície da região de fratura de um “palito” utilizado no ensaio de microtração. Nota-se uma fratura do tipo adesiva. Superfície de fratura: Aumento de 100x. Detalhes em maior aumento: 500x

Em contrapartida, quando se encontram nas duas metades do espécime testado uma camada mais uniforme (adesivo) recobrendo a superfície, onde em alguns casos se nota vestígios dos *tags* resinosos, tende-se a classificar esta fratura como coesiva do adesivo (figura 5.8). Entretanto, em muitas ocasiões esta distinção não é feita e em ambos os casos a fratura é classificada como adesiva.

Neste trabalho, optamos por classificar esses dois aspectos da fratura que envolve a camada adesiva como fratura adesiva.

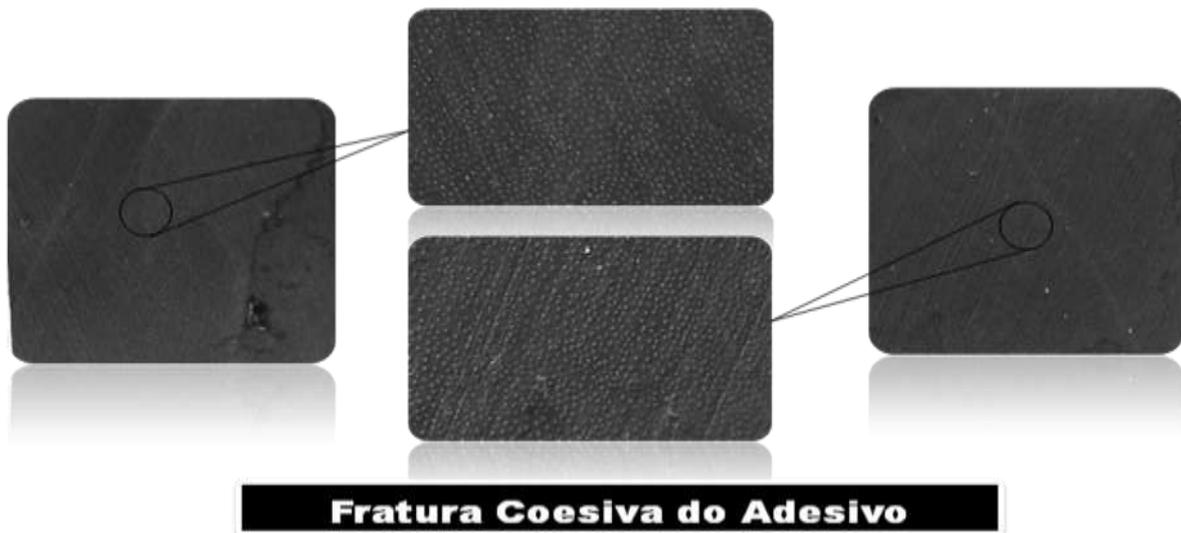


Figura 5.8 - Superfície da região de fratura de um “palito” utilizado no ensaio de microtração. Nota-se uma fratura do tipo coesiva do adesivo. Superfície de fratura: Aumento de 100x. Detalhes em maior aumento: 500x

A fratura mista ocorre quando mais de um componente da interface adesiva está envolvido na fratura, ou seja, além do adesivo, a dentina ou a resina ou ambos falham simultaneamente. No exemplo da figura 5.9 observamos que além da falha da camada de adesivo que aparece nas duas metades do palito, há uma porção da resina composta fraturada que permaneceu aderida ao adesivo. Neste tipo notamos mais de um modo de fratura ocorrendo concomitantemente.

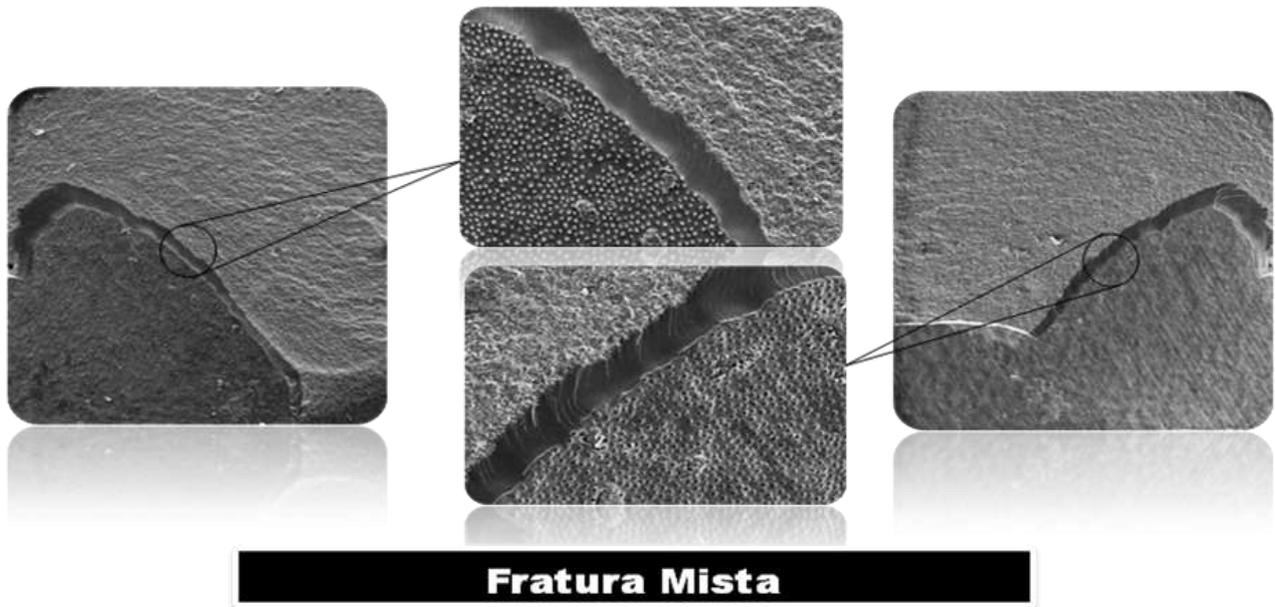


Figura 5.9 - Superfície da região de fratura de um “palito” utilizado no ensaio de microtração. Nota-se uma fratura do tipo mista. Superfície de fratura: Aumento de 100x. Detalhes em maior aumento: 500x

6 DISCUSSÃO

Nos últimos anos, a literatura tem mostrado uma mudança no direcionamento das pesquisas na área de adesão, deixando os testes que se limitam a avaliar a resistência mecânica inicial, e migrando para avaliação da longevidade da interface. Assim, é importante salientar que não basta à interface ter uma boa resistência adesiva, mas esta deve se manter ao longo dos anos que a restauração deve durar.

Como mencionado na revisão de literatura, a dentina tem como característica fundamental a presença de grande quantidade de matéria orgânica e água em sua composição (KATCHBURIAN; ARANA, 1999) o que faz com que os princípios da técnica adesiva atualmente utilizada sejam colocados em cheque. Isto pode ser afirmado, justamente pelo fato de que embora os monômeros hidrofílicos empregados nos sistemas adesivos sejam fundamentais para que a ocupação dos espaços entre as fibrilas seja efetiva, eles se tornam, ao mesmo tempo, o elo frágil da ligação construída entre dentina e restauração com o passar do tempo. Portanto, parece bastante contraditório imaginar que é possível preservar o selamento obtido com substâncias ávidas por umidade (monômeros hidrofílicos), justamente em um substrato cuja presença de água é abundante, o que faz com que essas substâncias tendam a sorver água e conseqüentemente sofrer as reações de hidrólise. No entanto, é importante ressaltar que os fabricantes tentam superar esta dificuldade fazendo uso de monômeros hidrofóbicos aplicados após a preparação da dentina, feita com a infiltração dos monômeros hidrofílicos dos *primers*, nos adesivos de múltiplos passos, ou com a utilização de monômeros hidrofóbicos aplicados

simultaneamente aos hidrofílicos nos adesivos simplificados (VAN MEERBEEK et al., 2005).

Entretanto, a camada híbrida, responsável pelo vedamento da interface é formada inicialmente por monômeros hidrofílicos que infiltrados no interior da dentina, ocupam os espaços interfibrilares após a evaporação da água ali existente, o que é conseguido com o auxílio do solvente presente nos sistemas adesivos (GWINNETT, 1992; KANCA, 1992a, b; NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982; PERDIGÃO et al., 1999). Diante do mecanismo pelo qual é conseguida a hibridização, a presença da água é indispensável para que o arcabouço colágeno seja mantido em expansão, permitindo a permeação dos monômeros que não podem ter outra característica que não a de hidrofília (PASHLEY et al., 2001).

Dessa forma, não parece existir outra alternativa que não seja o uso de substâncias hidrofílicas para a formação da camada híbrida. Substâncias essas, sensíveis a ação hidrolítica (SANO et al., 1999) da umidade proveniente da câmara pulpar ou do meio oral em que estão inseridas, fazendo com que a durabilidade da interface produzida fique comprometida ao longo do tempo (FERRACANE, 2006; ITO et al., 2005; MALACARNE et al., 2006; YIU et al., 2004, 2006).

Uma alternativa aparentemente promissora para esta situação surgiu com o advento da técnica da dentina saturada com etanol. Esta nova proposta introduziu um novo conceito à formação da camada híbrida, ou seja, ao invés de se adaptar os sistemas adesivos à condição da dentina, o contrário foi proposto, fazendo com que a dentina fosse adaptada ao uso de substâncias cuja resistência à ação plastificadora da água fosse maior.

Sendo assim, foi proposta a substituição da água presente na intimidade do tecido dentinário por um solvente orgânico já muito utilizado nos sistemas adesivos

comerciais e capaz de garantir de forma satisfatória, mas não completamente, a preservação do arcabouço colágeno, permitindo a infiltração de monômeros mais hidrofóbicos para os espaços interfibrilares, o que faria com que a interface se tornasse muito mais resistente à degradação ao longo do tempo.

A análise da capacidade de uma substância em conseguir re-expandir a rede de fibrilas colágenas, fator fundamental para a hibridização da dentina, tem sido feita através do cálculo dos parâmetros de solubilidade que demonstram o grau de miscibilidade entre dois substratos (CARVALHO, 2002; PASHLEY et al., 2001). Os principais modelos de parâmetros de solubilidade são os de Hansen (HANSEN, 1969) e de Hoy (BARTON, 1991; HOY, 1970). Eles são compostos pelos seguintes elementos: forças dispersivas (σ_d), forças polares (σ_p), forças das pontes de hidrogênio (σ_h) e forças coesivas totais (σ_t). Entretanto, tem-se usado muito a análise comparativa das forças das pontes de hidrogênio de diversas substâncias para se averiguar a capacidade destas em re-expandir a matriz orgânica da dentina (CADENARO et al., 2009; CARRILHO et al., 2007c; HOSAKA et al., 2009; NISHITANI et al., 2006a; SADEK et al., 2008).

A água é a substância com a maior capacidade de re-expansão do colágeno. Isso se deve à presença do radical hidroxila em sua composição, fazendo-a possuir alto σ_h , o que a faz capaz de quebrar as ligações que se estabelecem entre as fibrilas colágenas quando o substrato dentinário é desidratado. O valor de σ_h , segundo os parâmetros de solubilidade de Hoy, para o colágeno desidratado é de $14,8 \text{ (J/cm}^3\text{)}^{1/2}$ e da água é de $40,4 \text{ (J/cm}^3\text{)}^{1/2}$, o que nos permite comprovar a eficiência da água em romper as ligações entre as fibrilas colágenas (PASHLEY et al., 2007).

O etanol foi a substância selecionada para o uso do protocolo de substituição de água na dentina, devido ao exemplo dos procedimentos usados em microscopia eletrônica, além de possuir um valor de σ_h de $20,0 \text{ (J/cm}^3\text{)}^{1/2}$, maior portanto, que o colágeno desidratado, fato este que faz com que este solvente seja capaz de reexpandir o arcabouço colágeno, embora de forma menos eficiente e mais lenta que a água, porém de forma mais eficaz que o HEMA, cujo valor de σ_h é de $15,2 \text{ (J/cm}^3\text{)}^{1/2}$ (PASHLEY et al., 2007). O etanol possui ainda a capacidade de dissolver monômeros hidrofóbicos como o Bis-GMA, propriedade esta que a água não possui.

É importante ressaltar que no presente estudo não foi realizado o cálculo dos parâmetros de solubilidade dos *primers* hidrofóbicos estudados. Isso se deve ao fato de que a composição exata do adesivo comercial Scotchbond não é conhecida, o que nos impossibilita calcular os valores de solubilidade, segundo os parâmetros de Hoy (PASHLEY et al., 2007).

Portanto, este estudo foi proposto com base nesses argumentos, a fim de se verificar o quão mais duráveis poderiam ser as interfaces produzidas a partir da técnica de substituição de água por etanol.

Com base no trabalho desenvolvido por Sadek et al. (2008), utilizou-se o que foi chamado de protocolo lento de substituição de água por etanol que visa aplicar soluções de água/etanol com concentrações crescentes do solvente. Dessa maneira, se conseguiria substituir a água presente na dentina de forma lenta e gradual para não provocar a contração da rede de fibrilas colágenas, o que dificultaria a infiltração dos monômeros, gerando uma região de fibrilas não recobertas, mais frágeis e mais suscetíveis à ação de metaloproteinases (CARRILHO et al., 2007a, b; MAZZONI et al., 2006; NISHITANI et al., 2006b).

Diferentemente de Sadek et al. (2008), que utilizaram pipetas, aplicou-se as soluções de etanol com o uso de *microbrushs*, simulando o material disponível e usual ao clínico, fazendo com que a solução fosse agitada sobre a superfície de dentina, o que pode resultar em uma maior condução do etanol para o interior do substrato. Estes procedimentos foram realizados de forma bastante cuidadosa para que a superfície de dentina estivesse sempre imersa em fase líquida para receber a solução subsequente com maior concentração de etanol.

Neste estudo, optou-se por produzir os *primers* hidrofóbicos a partir do componente 3 do sistema Adper Scotchbond MultiUso, da empresa 3M ESPE, diferentemente dos trabalhos recentemente publicados na literatura que lançam mão de *primers* experimentais produzidos em laboratório (CARRILHO et al., 2007c; NISHITANI et al., 2006a; SADEK et al., 2008). Esta posição foi adotada para que fosse possível comparar os resultados até então publicados na literatura com os resultados obtidos por um sistema adesivo consagrado e disponível ao mercado, mas adaptado à nova proposta. Embora a composição dos adesivos experimentais seja muito parecida com a composição do adesivo comercial, é possível que o adesivo produzido industrialmente contenha alguma substância não divulgada devido aos segredos industriais e, portanto, é importante sua validação frente a essa nova técnica.

Embora em estudos prévios (NISHITANI et al., 2006a; SADEK et al., 2008) tenham sido utilizados adesivos experimentais diluídos em 50% de etanol com bons resultados de resistência adesiva, optou-se por avaliar *primers* experimentais com 10 e 30% de etanol em sua composição por assemelharem-se às porcentagens utilizadas comercialmente. Dessa forma, fica assegurada a correta evaporação da maior parte do solvente presente na matriz, evitando seu acúmulo entre as fibrilas.

De um modo geral, é esperado que os valores de resistência de união de um sistema adesivo convencional (com monômeros hidrofílicos) aplicados em dentina saturada com água diminuam com o passar do tempo (BURROW; SATOH; TAGAMI, 1996; HASHIMOTO et al., 2000; TAKAHASHI et al., 2002) justamente por sofrer a ação hidrolítica da água (CARRILHO et al., 2005; DE MUNCK et al., 2003). Espera-se também que os *primers* hidrofóbicos aplicados em dentina saturada por etanol consigam pelo menos manter bons valores de resistência de união obtidos de forma imediata, durante um tempo prolongado de armazenamento sob condições adversas de umidade e temperatura (ITO et al., 2005; NISHITANI et al., 2006a; SADEK et al., 2008).

No presente estudo, foi possível observar valores estatisticamente semelhantes entre o sistema Scotchbond aplicado sobre dentina saturada com água (grupo controle) e os demais grupos experimentais que utilizaram *primers* hidrófobos aplicados em dentina saturada com etanol, quando avaliados após 24 horas de armazenamento em saliva artificial. Esses valores corroboram os achados do estudo conduzido por Sadek et al. (2008) que também encontrou valores semelhantes de resistência à microtração de adesivos experimentais hidrófobos (com 40, 50 e 75% de etanol) aplicados em dentina saturada por etanol em relação a sistemas comerciais convencionais de três passos (All Bond 2 e Scotchbond Multi Uso) aplicados em dentina saturada com água. Em contrapartida, em outro estudo recente, valores de resistência de união de resinas experimentais hidrófobas aplicadas em dentina tratada com etanol mostraram-se significativamente superiores aos valores encontrados pelas mesmas resinas experimentais aplicadas em dentina tratada com água após 24 horas de armazenamento (NISHITANI et al., 2006a), o que ratifica o fato de que a dentina saturada com etanol pode ser considerada mais

estável para enfrentar os desafios impostos pela umidade inerente ao substrato estudado.

Vale salientar que quando o componente 3 do sistema Scotchbond MultiUso, no presente estudo, foi aplicado puro, ou seja, sem que qualquer diluição tenha sido feita com solventes, sobre dentina saturada com etanol, os valores de resistência adesiva aqui encontrados são significativamente semelhantes ao grupo controle, o que demonstra que a técnica que preconiza a substituição da água por etanol possibilita a infiltração de forma eficiente de resinas mais hidrofóbicas que são mais estáveis ao longo do tempo. As imagens de microscopia eletrônica de varredura obtidas em espécimes tratados nesta condição demonstram a plena formação da camada híbrida com morfologia e espessura muito semelhantes às obtidas pelo grupo controle.

Como o objetivo maior desta nova técnica é garantir a estabilidade da resistência adesiva ao longo do tempo, avaliou-se a performance das interfaces submetidas ao armazenamento em saliva artificial por 6 meses. Os resultados obtidos demonstraram que mesmo após o armazenamento os valores de resistência de união de todas as condições experimentais testadas permaneceram inalterados, isto quer dizer que mesmo após os seis meses, os valores encontrados em todas as condições experimentais foram estatisticamente semelhantes aos valores registrados de forma imediata, após as 24 horas.

Estes fatos confirmam a hipótese proposta por este trabalho, visto que as interfaces produzidas por adesivos hidrófobos em dentina saturada por etanol foram tão resistentes e duráveis quanto às produzidas por adesivos hidrofílicos em dentina saturada por água. Entretanto, estes resultados são contrários ao que, teoricamente, se poderia imaginar, já que era de se esperar que com o passar do tempo, as

interfaces hidrofílicas mostrassem perda de resistência em relação às hidrofóbicas devido à suscetibilidade à degradação hidrolítica a que são submetidas em um ambiente úmido e sob ação do tempo. Fenômeno que de fato ocorre como observado em muitos trabalhos realizados para verificação da resistência adesiva após um período prolongado de tempo (BURROW; SATOH; TAGAMI, 1996; HASHIMOTO et al., 2000; TAKAHASHI et al., 2002). A possível explicação para que este fenômeno não pudesse ter sido observado no presente estudo seria o fato de que o tempo de armazenamento a que estiveram submetidas as interfaces estudadas, não teria sido suficiente para que possíveis diferenças na resistência adesiva pudessem ser notadas. Sendo assim, estudos que avaliem a resistência adesiva de interfaces hibridizadas em dentina saturada com água ou etanol, submetidas à degradação por um período de tempo ainda maior devem ser realizados para que possíveis diferenças nos valores de resistência possam ser notadas.

Em um estudo de longevidade, Hosaka et al. (2009) demonstraram que adesivos experimentais hidrofílicos (resinas 4 e 5) aplicados em dentina saturada com água obtiveram valores de resistência à microtração semelhantes estatisticamente ao longo de 12 meses, com avaliações feitas em 24 horas, 3, 6 e 12 meses, embora a resina 4 tenha tido um aumento de sua resistência aos 3 e 6 meses até retomar os patamares iniciais quando atingiu os 12 meses de armazenamento. Este resultado reafirma os valores encontrados neste trabalho, onde também foi possível verificar uma estabilidade da resistência adesiva do sistema Scotchbond ao longo dos 6 meses. Embora, estatisticamente semelhantes, os resultados obtidos pelo sistema hidrofílico controle foram ligeiramente superiores aos seis meses em relação aos valores iniciais obtidos após 24 horas, quando

analisados os dados numéricos absolutos. Este achado contradiz os resultados normalmente verificados na literatura, onde os sistemas hidrofílicos têm seus valores de adesão diminuídos com o tempo (BURROW; SATOH; TAGAMI, 1996; HASHIMOTO et al., 2000; TAKAHASHI et al., 2002). Uma possível explicação para isso poderia ser encontrada no meio em que os espécimes foram armazenados. Os constituintes da saliva artificial poderiam ter precipitado sobre a interface diminuindo a área de contato desta com o meio aquoso em que estava armazenada, dificultando assim, a ação degradante das moléculas de água sobre a camada híbrida. Esta possibilidade interferiria muito mais nas respostas ao teste de resistência adesiva para o grupo controle em que a dentina saturada por água produz interfaces mais suscetíveis do que para os demais grupos experimentais, onde a interface seria naturalmente mais resistente por sua natureza hidrofóbica, o que faz com que uma possível interferência da deposição de algum componente da saliva artificial utilizada fosse negligenciada pelo teste de microtração para estes adesivos hidrofóbicos.

Neste mesmo estudo (HOSAKA et al., 2009), adesivos hidrófobos dissolvidos em 50% de etanol e aplicados em dentina saturada em etanol também mostraram semelhança estatística dos valores de resistência à microtração ao longo dos 12 meses de avaliação, fenômeno também observado no presente estudo em que os valores de resistência de união dos *primers* hidrófobos aplicados em dentina submetida ao protocolo lento de substituição de água por etanol após seis meses de estocagem foram significativamente semelhantes aos obtidos por esses adesivos quando avaliados imediatamente. Porém, Hosaka et al. (2009) demonstraram que os valores de resistência de união dos adesivos hidrófobos aplicados em dentina tratada com etanol foram significativamente superiores aos dos mesmos adesivos

aplicados em dentina saturada com água, fato não reproduzido pelo presente estudo.

A necessidade da literatura em comprovar a verdadeira eficácia desta nova técnica antes que ela possa ser recomendada ao uso clínico faz com que todos estes trabalhos sejam desenvolvidos com o objetivo de mapear a nova proposta e identificar possíveis falhas que venham a comprometê-la. Partindo deste pressuposto, um estudo que avalia a condutância de fluidos pela interface adesiva a partir de um dispositivo capaz de gerar um fluxo de água por pressão hidrostática, semelhante àquele usado por Carrilho et al. (2007c) foi desenvolvido por Cadenaro et al. (2009). Neste trabalho foi possível notar que com exceção de R1, resina experimental mais hidrofóbica, as demais resinas hidrofóbicas e hidrofílicas, diluídas em 10% de etanol, apresentaram a mesma taxa de redução da permeabilidade da interface quando submetidas à fotoativação por 20, 40 e 60 segundos em dentina saturada por água ou etanol, ou seja, o fato de ter sido usada a técnica de saturação da dentina com etanol não foi suficiente para diminuir de forma predominante a permeabilidade da interface quando comparada com a dentina saturada por água. Esses dados corroboram os resultados encontrados neste estudo que não detectaram diferenças significativas em interfaces produzidas por dentina saturada com água ou etanol.

Os padrões de fratura foram estabelecidos após a análise das imagens de microscopia eletrônica de varredura de cem por cento dos palitos fraturados durante o teste mecânico. Não há um consenso na literatura com relação à classificação dos modos de fratura dos espécimes submetidos à microtração. Portanto, adotou-se neste trabalho a classificação que divide os tipos de fratura em basicamente três categorias: fraturas coesivas, adesivas ou mistas. Essas categorias contemplam os

objetivos propostos pelo estudo, uma vez que é possível discriminar os espécimes que não podem ser considerados no cálculo da resistência adesiva (palitos com fraturas coesivas) e nos permite avaliar de que forma a interface se comporta diante do desafio hidrolítico a que foi submetida.

Em todos os grupos experimentais houve um aumento de fraturas coesivas do compósito após os seis meses de armazenamento, embora este tipo de fratura tenha se tornado predominante apenas no grupo controle. Este fato corrobora o observado com a resistência adesiva dos grupos estudados, uma vez que a interface parece ter conseguido se manter estável ao longo do período em que ficou exposta ao meio aquoso. O que nos permite imaginar que os efeitos degradantes da água teriam se dirigido às cadeias poliméricas da resina composta (CALAIS; SÖDERHOLM, 1988) diminuindo suas propriedades mecânicas (OYSAED; RUYTER, 1986) e fazendo com que fraturas coesivas de resina pudessem ser observadas.

Os grupos experimentais que possuem *primers* hidrófobos geraram preponderantemente fraturas adesivas quando seus espécimes foram testados de forma imediata e fraturas mistas após o período de estocagem, fato que também vai de encontro ao observado com os valores de resistência de união dos espécimes testados nestas condições, já que a estabilidade da resistência da interface adesiva também ocorreu com estes grupos, fazendo com que a fratura se propagasse em direção aos demais componentes da interface (dentina ou resina composta), aumentando o número de fraturas mistas.

Conforme exposto anteriormente, as fraturas adesivas não foram divididas em fraturas da camada adesiva e da camada híbrida, embora esta diferença seja sugerida por alguns autores (ARMSTRONG; KELLER; BOYER, 2001; CARRILHO et

al., 2007b; HASHIMOTO et al., 2002), já que a infiltração satisfatória dos *primers* hidrofóbicos parece ocorrer quando se observa as imagens obtidas em MEV da camada híbrida e pelos resultados de estabilidade da interface obtidos pelo teste mecânico.

Diante do exposto, vale salientar que antes de ser proposto o uso clínico dessa nova técnica adesiva, mais estudos devem ser realizados, pois se os resultados promissores dos primeiros trabalhos que exploraram este novo conceito estimularam a investigação desta técnica, a observação de outros tantos trabalhos, assim como este, com resultados menos prósperos devem fazer gerar ainda mais estudos que possam reforçar sua viabilidade.

7 CONCLUSÕES

As hipóteses propostas foram confirmadas:

7.1 As interfaces formadas por adesivos hidrófobos aplicados em dentina desmineralizada e saturada com etanol foram tão resistentes e duráveis, até seis meses, quanto às interfaces produzidas por adesivos hidrofílicos aplicados em dentina desmineralizada e saturada com água

7.2 A morfologia das interfaces adesivas formadas pelo adesivo hidrófobo aplicado sobre a dentina desmineralizada e saturada com etanol não diferiu daquela formada por adesivos hidrofílicos aplicados sobre a dentina desmineralizada e saturada com água, mesmo quando submetidas ao armazenamento.

REFERÊNCIAS¹

Agee K, Zhang Y, Carvalho RM, Pashley DH. Fluid flow across demineralized dentin: effects of solute concentration. *J Dent Res* 1997;76(Spec Issue):20.

Allen PEM, Bennett DJ, Hagias S, Hounslow AM, Ross GS, Simon GP, et al. The radical polymerization of dimethacrylate monomers - the use of NMR spectrometry to follow the development of network structure. *Eur Polym J* 1989;25:785-89.

Armstrong SR, Boyer DB, Keller JC. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. *Dent Mater* 1998;14(1):44-50.

Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. Mode of failure in the dentin-adhesive resin-resin composite bonded joint as determined by strength-based (μ TBS) and fracture-based (CNSB) mechanical testing. *Dent Mater* 2001;17(3):201-10.

Barton AFM. Surfaces and interfaces. In: *CRC Handbook of solubility parameters and other cohesion parameters*. 2nd ed. Boca Raton: CRC Press; 1991. p. 583-629.

Becker TD, Agee KA, Joyce AP, Rueggeberg FA, Borke JL, Waller JL, et al. Infiltration/evaporation-induced shrinkage of demineralized dentin by solvated model adhesives. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006;80(1):156-65.

Bellenger V, Verdu J. Structure-properties relationship for densely crosslinked epoxy-amine systems based on epoxide or amine mixtures. *J Mater Sci* 1989;24:63-68.

Brackett WW, Ito S, Tay FR, Haisch LD, Pashley DH. Microtensile dentin bond strength of self-etching resins: effect of a hydrophobic layer. *Oper Dent* 2005;30(6):733-8.

Brännström M, Vojinovic O. Response of the dental pulp to invasion of bacteria around three filling materials. *ASDC J Dent Child* 1976;43(2):83-89.

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

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

Burrow MF, Satoh M, Tagami J. Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. *Dent Mater* 1996;12(5):302-7.

Butler WT, Richardson WS. Bioquímica das proteínas do dente. In: Menaker L, Morhart RE, Navia JM. *Cáries dentárias – bases biológicas* 1ªed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1984.Cap. 6, p.150-69.

Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, et al. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci* 2005;113(6):525-30.

Cadenaro M, Breschi L, Rueggeberg FA, Agee K, Di Lenarda R, Carrilho M, et al. Effect of adhesive hydrophilicity and curing time on the permeability of resins bonded to water vs. ethanol-saturated acid-etched dentin. *Dent Mater* 2009;25(1):39-47.

Calais JG, Soderholm KJ. Influence of filler type and water exposure on flexural strength of experimental composite resins. *J Dent Res* 1988;67(5):836-40.

Carrilho MRO, Carvalho RM, Pashley DH. Durabilidade da resistência adesiva à dentina: efeito da armazenagem. *Pesq Odont Bras Suplemento* 2001;15:95.

Carrilho MR, Reis A, Loguercio AD, Rodrigues Filho LE. Bond strength of four adhesive systems to dentin. *Pesq Odontol Bras* 2002;16(3):251-6.

Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Yiu C, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent* 2005;18(6):315-9.

Carrilho MR, Carvalho RM, de Goes MF, di Hipolito V, Geraldeli S, Tay FR, et al. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *J Dent Res* 2007a;86(1):90-4.

Carrilho MR, Geraldeli S, Tay F, de Goes MF, Carvalho RM, Tjaderhane L, et al. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res* 2007b; 86(6):529-33.

Carrilho MR, Tay FR, Sword J, Donnelly AM, Agee KA, Nishitani Y, et al. Dentine sealing provided by smear layer/smear plugs vs. adhesive resins/resin tags. *Eur J Oral Sci* 2007c;115(4):321-9.

Carvalho RM, Ciucchi B, Sano H, Yoshiyama M, Pashley DH. Resin diffusion through demineralized dentin matrix. *Rev Odontol USP* 1999;13(4):417-24.

Carvalho RM, Yoshiyama M, Pashley EL, Pashley DH. In vitro study on the dimensional changes of human dentine after demineralization. *Arch Oral Biol* 1996;41(4):369-77.

Carvalho RM. As relações entre alterações dimensionais, permeabilidade e propriedades mecânicas da matriz de dentina desmineralizada. Estudo sob a óptica da teoria dos parâmetros de solubilidade [Tese de Livre Docência]. Bauru Faculdade de Odontologia de Bauru da USP; 2002.

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

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;82:136–40.

Eddleston CL, Hindle AR, Agee KA, Carvalho RM, Tay FR, Rueggeberg FA, et al. Dimensional changes in acid-demineralized dentin matrices following the use of HEMA-water versus HEMA-alcohol primers. *J Biomed Mater Res A* 2003;67(3):900-7.

Eick JD, Cobb CM, Chappell RP, Spencer P, Robinson SJ. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. *Quintessence Int* 1991;22(12):967-77.

Eliades G, Palaghias G, Vougiouklakis G. Effect of acidic conditioners on dentin morphology, molecular composition and collagen conformation in situ. *Dent Mater* 1997;13(1):24-33.

Eriksen HM, Leidal TI. Monkey pulpal response to composite resin restorations in cavities treated with various cleansing agents. *Scand J Dent Res* 1979;87(4):309-17.

Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 2006;22(3):211-22.

Fritz UB, Finger WJ. Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. *Am J Dent* 1999;12(6):277-82.

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

Garcia FC, Otsuki M, Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM. Effects of solvents on the early stage stiffening rate of demineralized dentin matrix. *J Dent* 2005;33(5):371-7.

Gwinnett AJ. Smear layer: morphological considerations. *Oper Dent Suppl* 1984;3:2-12.

Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 1992;5(3):127-9.

Gwinnett AJ, Yu S. Effect of long-term water storage on dentin bonding. *Am J Dent* 1995;8(2):109-11.

Hansen CM. The universality of the solubility parameter. *Indust Eng Chem Prod Res Dev* 1969;8:2-11.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 2000;79(6):1385-91.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Tay FR, Oguchi H, et al. Over-etching effects on micro-tensile bond strength and failure patterns for two dentin bonding systems. *J Dent* 2002;30(2-3):99-105.

Hosaka K, Nishitani Y, Tagami J, Yoshiyama M, Brackett WW, Agee KA, et al. Durability of resin-dentin bonds to water- vs. ethanol-saturated dentin. *J Dent Res* 2009;88(2):146-51.

Hoy KL. New values of the solubility parameters from vapor pressure data. *J Paint Technol* 1970;42:76-118.

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

Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C, et al. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomaterials* 2005;26(33):6449-59.

Kanca J. Etchant composition and bond strength to dentin. *Am J Dent* 1993;6(6):287-90.

Kanca J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent* 1992a;5(4):213-5.

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

Katchburian E, Arana V. *Histologia e embriologia oral*. 1° ed. Bogotá: Panamericana; 1999.

Kato G, Nakabayashi N. The durability of adhesion to phosphoric acid etched, wet dentin substrates. *Dent Mater* 1998;14(5):347-52.

Kenshima S, Francci C, Reis A, Loguercio AD, Filho LE. Conditioning effect on dentin, resin tags and hybrid layer of different acidity self-etch adhesives applied to thick and thin smear layer. *J Dent* 2006;34(10):775-83.

Kloosterboer JG, Van de Hei GMM, Boots HMJ. In homogeneity during the photopolymerization of diacrylates: d.s.c. experiments and percolation theory. *Polymer Commun* 1984;25:354-57.

Landis WJ. Mineral characterization in calcifying tissues: atomic, molecular and macromolecular perspectives. *Connect Tissue Res* 1996;34(4):239-46.

Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006;22(10):973-80.

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

Mazzoni A, Pashley DH, Nishitani Y, Breschi L, Mannello F, Tjaderhane L, et al. Reactivation of inactivated endogenous proteolytic activities in phosphoric acid-etched dentine by etch-and-rinse adhesives. *Biomaterials* 2006;27(25):4470-6.

Mjör IA. *Histology of the human tooth*. In: Mjör IA & Pindborg JJ. *Dentin and Pulp* Copenhagen: Scandinavian University Books. Ed. Munksgaard 1973;Cap2, p45-76.

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

Nakabayashi N, Ashizawa M, Nakamura M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quintessence Int* 1992;23(2):135-41.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16(3):265-73.

Newman GR, Hobot JA. Resins for combined light and electron microscopy: a half century of development. *Histochem J* 1999;31(8):495-505.

Nishitani Y, Yoshiyama M, Donnelly AM, Agee KA, Sword J, Tay FR, et al. Effects of resin hydrophilicity on dentin bond strength. *J Dent Res* 2006a;85(11):1016-21.

Nishitani Y, Yoshiyama M, Wadgaonkar B, Breschi L, Mannello F, Mazzoni A, et al. Activation of gelatinolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives. *Eur J Oral Sci* 2006b;114(2):160-6.

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.

Oysaed H, Ruyter IE. Composites for use in posterior teeth: mechanical properties tested under dry and wet conditions. *J Biomed Mater Res* 1986;20(2):261-71.

Pashley DH. Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent* 1984;3 Suppl:13-29.

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

Pashley DH, Horner JA, Brewer PD. Interactions of conditioners on the dentin surface. *Oper Dent* 1992;5 Suppl:137-50.

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

Pashley DH, Derkson GD, Tao L, Derkson M, Kalathoor S. The effects of a multi-step dentin bonding system on dentin permeability. *Dent Mater* 1988;4:60-63.

Pashley DH, Agee KA, Nakajima M, Tay FR, Carvalho RM, Terada RS, et al. Solvent-induced dimensional changes in EDTA-demineralized dentin matrix. *J Biomed Mater Res* 2001;56(2):273-81.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1999;1(4):299-309.

Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM, Rueggeberg FA, Agee KA, Carrilho M, et al. From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. *Am J Dent* 2007;20(1):7-20.

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* 1999a;27(3):209-14.

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

Perdigão J. An ultra-morphological study of human dentine exposed to adhesive systems. Thesis (Doctor in Medical Sciences). Leuven: Katholieke Universiteit te Leuven; 1995.

Perdigão J, Lopes M. Dentin bonding--questions for the new millennium. *J Adhes Dent* 1999;1(3):191-209.

Perdigão J, Geraldeli S, Carmo AR, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. *J Esthet Restorative Dent*. 2002;14(1):31-8.

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

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.

Rosales-Leal JI, Osorio R, Holgado-Terriza JA, Cabrerizo-Vilchez MA, Toledano M. Dentin wetting by four adhesive systems. *Dent Mater* 2001;17(6):526-32.

Sadek FT, Pashley DH, Nishitani Y, Carrilho MR, Donnelly A, Ferrari M, et al. Application of hydrophobic resin adhesives to acid-etched dentin with an alternative wet bonding technique. *J Biomed Mater Res A* 2008;84(1):19-29.

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

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.

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

Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2003;24(4):655-65.

Spencer P, Wang Y. Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. *J Biomed Mater Res* 2002;62(3):447-56.

Swift Jr EJ, Perdigao J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence Int* 1995;26(2):95-110.

Takahashi A, Inoue S, Kawamoto C, Ominato R, Tanaka T, Sato Y, et al. In vivo long-term durability of the bond to dentin using two adhesive systems. *J Adhes Dent* 2002;4:151-9.

Tay FR, Carvalho RM, Pashley DH. Water movement across bonded dentin-too much of a good thing. *J Appl Oral Sci* 2004;12:12-25.

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

Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. *Dent Mater* 1996d;12(4):236-44.

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

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH. The overwet phenomenon: a transmission electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. *Am J Dent* 1996b;9(4):161-6.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH. The overwet phenomenon: a scanning electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. *Am J Dent* 1996c;9(3):109-14.

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

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

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

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

Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater* 2006;22(6):533-44.

Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* 2007;28(26):3757-85.

Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 1992;71(8):1530-40.

Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicaise M, Braem M, Lambrechts P, VanHerle G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *J Dent Res* 1993;72(2):495-501.

Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P, et al. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dent Mater J* 2005;24(1):1-13.

Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue M, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, et al. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent* 200;6Suppl:119-44.

Watanabe I, Nakabayashi N. Bonding durability of photocured phenyl-P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin. *Quintessence Int* 1993;24(5):335-42.

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.

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

Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, et al. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials* 2005;26(34):6863-72.

Yiu CK, King NM, Carrilho MR, Sauro S, Rueggeberg FA, Prati C, et al. Effect of resin hydrophilicity and temperature on water sorption of dental adhesive resins. *Biomaterials* 2006;27(9):1695-703.

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.

Anexo A - Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**
FACULDADE DE ODONTOLOGIA**PARECER DE APROVAÇÃO**
Protocolo 148/07

O grupo de trabalho indicado pelo Comitê de Ética em Pesquisa APROVOU o protocolo de pesquisa "**TÉCNICA DE ADESÃO À DENTINA SATURADA COM ETANOL: UM ESTUDO EXPLORATÓRIO**", de responsabilidade do Pesquisador **ANDRÉ GUARACI DeVITO MORAES**, sob orientação dos Professores Doutores **CARLOS EDUARDO FRANCCI, MARCELA CARRILHO e ANDRÉ FIGUEIREDO REIS**.

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, 09 de novembro de 2007


Prof. Dr. João Gualberto de Cerqueira Luz
Coordenador do CEP-FOUSP

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)