

**Vinicius Di Hipólito**

**EFEI TO DE SI STEMAS ADESI VOS SOBRE A  
SUPERFÍ CI E DO ESMALTE DENTAL Í NTEGRO E  
DESGASTADO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Materiais Dentários.

**PIRACICABA  
2005**

**Vinicius Di Hipólito**

**EFEI TO DE SI STEMAS ADESI VOS SOBRE A  
SUPERFÍ CI E DO ESMALTE DENTAL Í NTEGRO E  
DESGASTADO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Mário Fernando de Goes

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Ricardo Marins de Carvalho

Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Prof. Dr. Mário Fernando de Goes

**PIRACICABA  
2005**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

Bibliotecário: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

D569e

Di Hipólito, Vinicius.

Efeito de sistemas adesivos sobre a superfície do esmalte dental íntegro e desgastado. / Vinicius Di Hipólito. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2005.

Orientador: Mário Fernando de Goes.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

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

(mg/fop)

Título em inglês: Effect of self-etching adhesives on intact and ground enamel

Palavras-chave em inglês (*Keywords*): Enamel; Dental materials; Morphology

Área de concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca examinadora: Ricardo Marins de Carvalho; Mário Alexandre Coelho Sinhoreti; Mário Fernando de Goes

Data da defesa: 17/02/2005



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 17 de Fevereiro de 2005, considerou o candidato VINICIUS DI HIPÓLITO aprovado.

PROF. DR. MARIO FERNANDO DE GOES

PROF. DR. RICARDO MARINS DE CARVALHO

PROF. DR. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

2005 12036



## **DEDI CO ESTE TRABALHO**

À DEUS, senhor da vida, que sempre me guia e permitiu que tantas portas se abrissem para mim.

À minha família e em especial aos meus pais OSWALDO e ANA LÚCIA pelo exemplo, incentivo e dedicação.

## **AGRADECIMENTO ESPECIAL**

Ao meu orientador, Prof. Dr. MÁRIO FERNANDO DE GOES, pela confiança, incentivo, oportunidades e ensinamentos transmitidos desde a Iniciação Científica. Exemplo de competência e integridade.

## **AGRADECIMENTOS**

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas em nome do Prof. Dr. THALLES ROCHA DE MATOS FILHO.

Aos professores da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI, Prof. Dr. LOURENÇO CORRER SOBRINHO, Prof. Dr. MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI e Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. MARCELA ROCHA DE OLIVEIRA CARRILHO pelo empenho, respeito e dedicação.

À CAPES pela concessão da bolsa de estudo que me deu a oportunidade para a realização deste curso de pós-graduação.

À FAPESP pela concessão da bolsa de Iniciação Científica que possibilitou a execução de parte deste trabalho (processo ? - 01/02265-4).

Aos funcionários do Laboratório de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, MARCOS BLANCO CANGIANI e SELMA APARECI DA BARBOSA SEGALLA, pela dedicação e colaboração em todas as partes deste estudo.

Aos técnicos ELI ENE ORSINI N. ROMANI e ADRIANO L. MARTINS responsáveis pelo Centro de Microscopia Eletrônica de Varredura da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela colaboração e atenção em elucidar as dúvidas surgidas.

Ao funcionário do Centro de Recursos Audiovisuais (CRA) da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, MARCO ANTÔNIO CAVALLARI JUNIOR, pelo auxílio nas ilustrações gráficas deste trabalho.

Às bibliotecárias da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, HELOISA MARIA CECCOTTI e MARILENE GIRELLO, pela solicitude em atender os nossos pedidos.

Aos meus colegas da turma de pós-graduação, AMÉRICO, ANA FLÁVIA, CÍNTIA, DARIO, LUIS FELIPE, JULIANA, MARCELO, OSVALDO, RICARDO e RUBENS, por compartilharmos alegrias e dificuldades durante este período.

À todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS!!!

**“Só conseguem viver os que sabem lutar!  
Os que têm um ideal dentro da alma e na  
frente, e que na árdua ascensão, caminham  
sem parar! Não tema as horas penosas da  
vida de estudante. Arma-te cada dia com  
bravura!”**

**V I T O R H U G O**

# SUMÁRIO

RESUMO - - - - -	1
ABSTRACT - - - - -	3
1 INTRODUÇÃO - - - - -	5
2 REVISÃO DA LITERATURA - - - - -	9
2.1 Esmalte - - - - -	9
2.1.1 Composição - - - - -	9
2.1.2 Estrutura Micro-Morfológica - - - - -	10
2.1.3 Propriedades Físicas - - - - -	13
2.2. Condicionamento Ácido do Esmalte - - - - -	15
2.3 Estratégias de União Com a Estrutura Dental - - - - -	18
2.3.1 Técnica do Condicionamento Ácido Total - - - - -	19
2.3.2 Sistemas Adesivos Autocondicionantes - - - - -	26
2.4 Durabilidade da União Ao Esmalte - - - - -	32
2.5 Ensaios Mecânicos Para Testes de União - - - - -	34
3 PROPOSIÇÃO - - - - -	39
4 MATERIAIS E MÉTODO - - - - -	41
4.1 Coleta, Armazenamento e Preparo dos Dentes - - - - -	41
4.2 Materiais Utilizados - - - - -	43
4.3 Preparo dos Espécimes para Análise do Padrão de Condicionamento - - - - -	46
4.4 Preparo das Amostras para Análise da Reprodução em Resina do padrão de Condicionamento - - - - -	47
4.5 Preparo dos Espécimes para a Análise da Interface de União - - - - -	48
4.6 Cobertura dos Espécimes com Liga de Ouro/Paládio e observação em Microscopia Eletrônica de Varredura - - - - -	50
4.7 Avaliação da Resistência de União á Microtração - - - - -	50
4.7.1 Obtenção dos Espécimes - - - - -	50
4.7.2 Teste de Microtração sobre a União ao Esmalte - - - - -	53
4.8 Preparo dos Espécimes para a Análise do Padrão de Fratura - - - - -	57
5 RESULTADOS - - - - -	59
5.1 Caracterização Micro-Morfológica do Padrão de Condicionamento e da Interface de União Resina-Esmalte - - - - -	59
5.2 Teste de Microtração - - - - -	71
5.3 Análise do Padrão de Fratura - - - - -	74
6 DISCUSSÃO - - - - -	83
7 CONCLUSÃO - - - - -	95
REFERÊNCIAS - - - - -	97
ANEXOS - - - - -	119

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito dos sistemas adesivos autocondicionantes Prompt L-Pop (PLP-ESPE), Adper Prompt (AD-3M/ESPE) e Clearfil SE Bond (SE-Kuraray) no esmalte íntegro (I) e desgastado (D), em comparação com o sistema que utiliza o ácido fosfórico como condicionador Single Bond (SB-3M/ESPE). Um total de 52 terceiros molares humanos hígidos foi utilizado neste experimento. Para a análise do padrão de condicionamento e da interface de união foram utilizados 32 dentes divididos em 4 Grupos. No Grupo 1 (n=3) foi aplicado o ácido fosfórico 35%, no Grupo 2 (n=3) o primer ácido do SE, e nos Grupos 3 (n=3) e 4 (n=3) os adesivos PLP e AD, respectivamente. Nos 5 dentes remanescentes de cada Grupo, o procedimento de união foi completado com a aplicação dos respectivos adesivos (Grupos 1 e 2) e fotopolimerização (todos os Grupos). Ainda, sobre cada um destes 5 dentes foi aplicada e fotopolimerizada uma camada do compósito Filtek Z-250 (3M/ESPE). Em 2 destas amostras realizou-se a caracterização morfológica da interface de união, e as 3 restantes foram dissolvidos em HCl 6N obtendo-se reproduções em resina do padrão de condicionamento. Para a avaliação da resistência de união, 20 dentes divididos nos mesmos 4 Grupos (n=5) receberam a aplicação dos adesivos e, sobre suas superfícies, foi construído um bloco de compósito Filtek Z250 de modo incremental. Após 24 horas, procedeu-se o ensaio de microtração e os resultados analisados utilizando o teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ). O tipo de fratura foi classificado em: Tipo I- falha adesiva, Tipo II- fratura coesiva no esmalte, Tipo III- fratura coesiva no adesivo, Tipo IV- fratura coesiva no esmalte e no adesivo. O adesivo SE produziu suave desmineralização no esmalte I e D, resultando na formação de camada híbrida extremamente fina. Os adesivos PLP e AD produziram microporosidades em toda a superfície do esmalte, tanto I quanto D, sendo mais agressivo que o SE. Na zona de interface de união houve a difusão da resina na região desmineralizada com formação de uma camada híbrida contínua e uniforme. O ácido fosfórico produziu no esmalte I e D alterações morfológicas mais intensas, com a formação de uma zona híbrida igualmente contínua e

uniforme, porém mais espessa. Quanto à resistência de união, os valores [média (MPa)  $\pm$  desvio-padrão] foram: SB/I-29,74 $\pm$ 7,67; SB/D-31,81 $\pm$ 6,65; PLP/I-24,27 $\pm$ 5,15; PLP/D-25,01 $\pm$ 5,16; AD/I-20,49 $\pm$ 5,72; AD/D-20,88 $\pm$ 5,54; SE/I-17,19 $\pm$ 5,03; SE/D-17,92 $\pm$ 3,09. O sistema SB produziu valores médios de resistência de união estatisticamente superiores aos demais. Dentre os adesivos autocondicionantes, os melhores resultados foram alcançados pelo PLP, sendo estatisticamente superior ao AD que foi igual ao SE. As condições I e D do esmalte não exerceram influência sobre os resultados de microtração, independente do sistema adesivo empregado. O ácido fosfórico produziu os maiores níveis de alteração morfológica independente da condição do esmalte. Os adesivos autocondicionantes produziram diferentes morfologias após condicionamento. A ação dos adesivos PLP e AD foi mais efetiva quando comparada com o SE, tanto no esmalte I quanto D. Houve predominância do padrão de fratura tipo IV para o sistema SB, enquanto o tipo III prevaleceu nos adesivos autocondicionantes.



## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of the self-etching systems Prompt L-Pop (PLP-ESPE), Adper Prompt (AD-3M/ESPE) e Clearfil SE Bond (SE-Kuraray) on ground (G) and unground (U) enamel in comparison to the total-etch system Single Bond (SB-3M/ESPE). Fifty-two non-carious human third molars were used in this study. Thirty-two teeth were separated in 4 Groups of 8 teeth to analyze the etching pattern and the resin-enamel interface. On Group 1 (n=3) a 35% phosphoric acid was applied, on Group 2 (n=3) the SE primer, and on the Groups 3 (n=3) and 4 (n=3) the “all in one” adhesives systems PLP and AD, respectively. The bonding procedures were performed on the five remainders teeth of each Group with the application of the bonding resins (Groups 1 e 2) and light curing (all the Groups). After that, an increment of the resin composite Filtek Z-250 (3M/ESPE) was applied and light cured on each tooth. Two of these samples were processed for morphologic characterization of the resin-enamel interface, and the three remainder were dissolved in HCl 6N to observe the resin reproduction of the etching pattern. To evaluate the microtensile bond strength, twenty teeth separated in the same four Groups (n=5) received the application of the adhesives and a block the resin composite Filtek Z250 (3M/ESPE) was incrementally built up on their surfaces. After 24 hours, the microtensile bond strength test was performed and the results analyzed by the Tukey's test ( $\alpha=0,05$ ). The fracture pattern was classified in: Type I- interfacial failure, Type II- cohesive failure in enamel, Type III- cohesive failure in bonding resin, Type IV- cohesive failure in enamel and in bonding resin. The self-etching system SE produced shallow demineralization on G and U enamel, resulting in an extremely thin hybrid layer. The “all in one” adhesive systems PLP and AD were more aggressive than SE, producing microporosities in both G and U enamel. The infiltration of the resin formed a homogenous and uniform hybrid layer. More aggressive morphologic alterations were produced by phosphoric acid in both G and U enamel. This outcomes in a hybrid layer equally continuous and uniform, however thicker. The microtensile bond strength values [Mean (MPa)  $\pm$  SD] were: SB/U-29.74 $\pm$ 7.67; SB/G-31.81 $\pm$ 6.65; PLP/U-24.27 $\pm$ 5.15;

PLP/G-25.01±5.16; AD/U-20.49±5.72; AD/G-20.88±5.54; SE/U-17.19±5.03; SE/G-17.92±3.09. The SB system produced statistically higher bond strength compared to the other adhesive systems. Among the self-etching systems, the best results were obtained with PLP, which was statistically higher than AD that was similar to SE. The G and U conditions didn't show influence on the microtensile bond strength results independent of the adhesive system employed. Despite of the enamel condition, the phosphoric acid produced the highest morphologic alteration. The self-etching systems produced different morphologic features after conditioning. The action of the PLP and AD systems were more effective in comparison to SE for both G and U enamel. There was prevalence of type IV failure pattern for SB, while the type III was more frequent for the self-etching systems.

# 1 INTRODUÇÃO

Em 1955, Buonocore introduziu a técnica de condicionamento do esmalte dental usando o ácido fosfórico na concentração de 85% por 1 minuto, aumentando, assim, a retenção da resina acrílica ao esmalte. Atualmente, a maioria dos condicionadores ácidos comercialmente disponíveis utiliza o ácido fosfórico em concentrações que variam entre 30 e 40% por 20 segundos para promover dissolução seletiva na região central e/ou nas bordas dos prismas de esmalte, resultando em microporosidades que variam de 5 a 50µm de diâmetro (Silverstone *et al.*, 1975). Como agentes de penetração nessas microporosidades são usados monômeros à base de bisfenol-A glicidil metacrilato (bis-GMA), com adição de diluentes como o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA). Após uma reação de polimerização, o produto resultante forma uma união mecânica estável com o esmalte (Gwinnett & Matsui, 1967).

O esmalte também pode receber um tratamento simplificado usando monômeros mais ácidos e hidrófilos para condicionar a superfície do esmalte e penetrá-la simultaneamente. Monômeros com estas características ácidas são empregados em sistemas adesivos denominados autocondicionantes. Esta classe de material é composta por monômeros ácidos ou derivados, monômeros hidrófilos e água, contidos em concentrações balanceadas em um frasco (*primer ácido*). Um segundo frasco (*adesivo*), apresenta como conteúdo monômeros hidrófilos e hidrófobos. O radical fosfato dos monômeros ácidos é responsável pelo condicionamento do esmalte, enquanto o componente metacrilato da molécula disponibiliza-se para a co-polimerização com o agente de união e a resina restauradora. Neste processo, diferentemente dos sistemas de união convencionais, não é necessário lavar os produtos provenientes da reação ou resíduos do ácido fosfórico, porque são incorporados e polimerizados juntos com o agente de união.

Em 1999 foi introduzido no mercado odontológico o conceito do sistema adesivo “todos em um”. Essa denominação refere-se à incorporação de monômeros ácidos, solventes, diluentes e água em uma única solução que

desempenha as funções de desmineralização, *primer*, infiltração e posterior copolimerização com o material restaurador (Frey, 2000). De acordo com este conceito, a solução ácida é aplicada através de um único passo clínico sobre a superfície do esmalte e friccionada durante 15 segundos para promover a dissolução da hidroxiapatita e criar o padrão de condicionamento (Miyazaki *et al.*, 2002). Após leve secagem, forma-se uma fina camada do adesivo na superfície do esmalte, suficiente para promover a retenção micromecânica do material restaurador (Frey, 2000).

Enquanto o procedimento restaurador usando a técnica do condicionamento com ácido fosfórico tem sido estudado *in vitro* e *in vivo* e é considerado um método clinicamente estável (Gottlieb *et al.*, 1982; Munechika *et al.*, 1984; Barkmeier *et al.*, 1986; Gilpatrick *et al.*, 1991; Swift Jr *et al.*, 1995), os sistemas autocondicionantes têm mostrado menor capacidade de condicionar as superfícies do esmalte de dente permanente íntegro devido ao pH ser relativamente maior que o do ácido fosfórico (Urabe *et al.*, 1997; Kanemura *et al.*, 1999; Pashley & Tay, 2001; Tay *et al.*, 2004). Como resultado, os valores de resistência de união também têm sido significativamente inferiores (Kanemura *et al.*, 1999; Hara *et al.*, 1999; Perdigão & Geraldini, 2003) sugerindo, desta forma, menor efetividade na prevenção da infiltração marginal (Summers *et al.*, 1998; Heintze *et al.*, 1998). Além disso, o condicionamento com ácido fosfórico tem mostrado melhores resultados no desempenho clínico em relação aos sistemas autocondicionantes (Prati *et al.*, 1997; Opdam *et al.*, 1998; De Munck *et al.* 2003b). Pelo exposto entende-se, a princípio, que os sistemas autocondicionantes não são tão eficazes no procedimento de condicionamento do esmalte dental quando comparados aos sistemas que utilizam o ácido fosfórico como condicionador.

Entretanto, relatos mostram que esses sistemas produzem suficiente desmineralização capaz de criar uma efetiva e estável união sobre o esmalte cortado ou desgastado (Barkmeier *et al.*, 1995; Kanemura *et al.*, 1999; Hannig *et al.*, 1999; Cardoso *et al.*, 2002; Shimada *et al.*, 2002a; Shimada *et al.*, 2002b; Shimada *et al.*, 2003; Wang *et al.*, 2004). Adicionalmente a esses achados, os adesivos autocondicionantes têm mostrado evidências que poderiam credenciá-

los como sistemas alternativos ao ácido fosfórico para efetivar a união entre a resina composta e o esmalte dental (Watanabe *et al.*, 1994a; Perdigão *et al.*, 1997).

Com relação aos sistemas adesivos denominados “todos em um”, o padrão de condicionamento, tanto no esmalte íntegro quanto desgastado, tem mostrado ser similar àquele obtido com o ácido fosfórico em análise sob microscopia eletrônica de varredura (Breschi *et al.*, 1999; Pashley & Tay, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003). Apesar disso, alguns trabalhos têm relatado que esses sistemas produzem valores de resistência de união significativamente inferiores aos obtidos com os sistemas convencionais que utilizam o ácido fosfórico como agente condicionador (Inoue *et al.*, 2003; De Munk *et al.*, 2003a; Van Meerbeek *et al.*, 2003; Lopes *et al.*, 2004).

Como o bom desempenho clínico das restaurações em resina composta é dependente de uma efetiva união ao esmalte, o estudo das alterações morfológicas produzidas por agentes autocondicionantes neste tecido, bem como os testes de resistência de união, representam recursos laboratoriais que poderiam prever e fundamentar indicações clínicas.

## **2 REVISÃO DA LITERATURA**

### **2.1 ESMALTE**

Apesar dos recentes avanços tecnológicos proporcionarem novas modalidades de investigação do tecido do esmalte, suas principais características foram descritas entre as décadas de 1940 a 1960. Este tecido apresenta aspectos peculiares que o diferencia intensamente dos demais tecidos do corpo humano. Diante de sua singularidade, o conhecimento da composição, estrutura micro-morfológica e propriedades físicas do esmalte são fundamentais para a compreensão e interpretação de resultados referentes a estudos que envolvem este tecido.

#### **2.1.1 Composição**

O esmalte, substância protetora que recobre a coroa dentária, é o mais duro dentre os tecidos biológicos mineralizados do corpo humano (Gwinnett, 1992). Ele propicia a forma e o contorno para as coroas dentárias e consiste principalmente de material inorgânico (96%) e apenas uma pequena quantidade de substância orgânica e água (4%) (Sharawy & Yaeger, 1989).

O principal componente inorgânico do esmalte é a apatita que se apresenta nas formas de hidroxiapatita, fluoroapatita e carbonatoapatita (Gwinnett, 1992). Os elementos químicos que compõem a base deste tecido são o cálcio e o fosfato (Brudevold *et al.*, 1960). Variações secundárias ocorrem na composição do esmalte, nas quais elementos químicos como alumínio, bário, estrôncio, rádio e vanádio também podem ser encontrados (Gwinnett, 1992).

O processo de mineralização ou maturação do esmalte começa nos primeiros estágios da formação do tecido (Crabb, 1959). Um arcabouço cristalino começa a ser desenvolvido a partir de estruturas denominadas centros de nucleação (Ronnholm, 1962). Os cristais que compõem o arcabouço cristalino

apresentam dimensões microscópicas e são referidos como cristalitos (Frank & Sognnaes, 1960). Essas unidades menores são embebidas em uma matriz orgânica que compõe cerca de 1% em volume do esmalte maduro (Estoe, 1963). Menos da metade desta matriz orgânica é composta por unidades protéicas, sendo que dentre elas a proteína denominada enamelin, que é similar a uma querato-proteína encontrada na pele, se apresenta em maior quantidade (Ten Cate, 1994).

Durante o processo de mineralização da coroa dentária ocorre um aumento significativo no volume de material orgânico. Os ameloblastos produzem uma grande quantidade de matriz orgânica nas primeiras fases de desenvolvimento. Com o processo de maturação do tecido, a matriz orgânica é gradativamente substituída por material inorgânico (Gwinnett, 1992). Desta forma, um gradiente de mineralização é formado no esmalte maturado e as porções mais externas passam a apresentar um maior grau de mineralização em relação às porções mais internas (Crabb & Darling, 1960).

A água é encontrada em quantidade significativamente maior em relação aos constituintes orgânicos (mais de 4% em volume). Aproximadamente 25% do volume de água está ligado aos cristalitos e é provavelmente associada à matriz orgânica (Calstrom *et al.*, 1963). Contudo, a maior porção de água funciona como meio de hidratação circundando os cristalitos que compõem os prismas de esmalte.

### **2.1.2 Estrutura Micro-Morfológica**

O esmalte dentário é composto por unidades microscópicas denominadas *prismas* que seguem desde a junção amelo-dentinária até a superfície do dente. Quando submetidos a uma secção transversal, os prismas de esmalte se assemelham a um padrão denominado de *buraco de fechadura* (Meckel *et al.*, 1965). Estes prismas medem aproximadamente 5µm de largura em média, correspondente à porção central denominada “corpo” do prisma, e 9 µm de comprimento, que se estende do “corpo” até a região mais inferior do prisma

denominada “cauda”. A porção do “corpo” dos prismas está mais próxima da superfície oclusal ou incisal do esmalte, enquanto a “cauda” aponta mais cervicalmente (Meckel *et al.*, 1965). O diâmetro dos prismas aumenta, desde a superfície amelo-dentinária até a porção mais externa, numa relação de 1:2 (Sharawy & Yaeger, 1989). Uma substância interprismática pode ser observada em algumas regiões. Acreditava-se que essa substância apresentava características cimentantes mantendo os prismas de esmalte unidos. Porém, parece que a própria estrutura cristalina única dos prismas é responsável pelo seu caráter coesivo (Gwinnett, 1992).

Os prismas seguem um trajeto relativamente tortuoso nos dois terços internos do tecido do esmalte até alcançar um alinhamento paralelo no terço mais externo. Esta mudança mais ou menos regular na direção dos prismas pode ser interpretada como uma adaptação funcional, minimizando o risco de clivagem na direção axial sob influência de forças mastigatórias. Quando a luz visível é projetada na superfície de um delgado pedaço de esmalte, bandas claras e escuras aparecem. Essas bandas são observadas, pois a luz é transmitida no longo eixo de um grupo de prismas, mas de modo diferente nos prismas adjacentes que se encontram em ângulo reto. Isso resulta em um fenômeno conhecido por *bandas de Hunter-Schreger* (Osborn, 1965; Gwinnett, 1992).

Uma camada de esmalte destituída de prismas medindo aproximadamente 30µm foi descrita em 70% dos dentes permanentes e em todos os dentes decíduos. Isto ocorre em função do fato de que nem todos os prismas atingem a superfície do esmalte (Gwinnett, 1967). Esta *camada aprismática* é mais comumente encontrada em fóssulas, fissuras e região cervical na dentição permanente, ao passo que na dentição decídua ela recobre toda a coroa dental (Ripa *et al.*, 1966). As características morfológicas desta camada também diferem entre os dentes permanentes e decíduos. Nos últimos ela aparece como uma faixa laminada e, nos dentes permanentes, como zonas sobrepostas que são referidas como um padrão incremental de crescimento do tecido (Gwinnett, 1992).

Como mencionado anteriormente, os prismas de esmalte são compostos por milhares de unidades sub-microscópicas denominadas de *cristalitos*. Os



cristalitos estão dispostos em um padrão tri-dimensional no interior de cada prisma de esmalte (Scott & Wyckoff, 1952; Lyon & Darling, 1957). A inclinação média dos cristalitos é de aproximadamente 18° relativos ao longo eixo do prisma, podendo variar entre 0°-70°. Uma diferença marcante na angulação dos cristalitos é observada no limite entre prismas adjacentes. Esta característica morfológica confere um aumento localizado de espaço e material orgânico na região periférica dos prismas referida como *bainha do prisma* (Gwinnett, 1966b). Esse arranjo também confere um relativo aumento da permeabilidade (Poole *et al.*, 1963), e acredita-se que é nessa região que o processo carioso tem início (Gray JA & Francys, 1963).

A *camada aprismática* também é constituída por cristalitos, apesar de não apresentar prismas de esmalte. Entretanto, o arranjo ultramicroscópico dos cristalitos difere daquele encontrado na composição dos prismas de esmalte. Uma variação brusca no arranjo dos cristalitos é observada, em que as unidades inorgânicas estão dispostas paralelamente umas com as outras e perpendiculares a superfície externa. A densidade dos cristalitos também confere um aumento no grau de mineralização observado radiograficamente como uma banda radiopaca (Gwinnett, 1992). A mudança na orientação cristalina entre esmalte prismático e aprismático pode ser explicada com base na alteração da posição dos ameloblastos relativo a sua frente secretória (Gwinnett, 1992).

A atividade funcional dos ameloblastos é um evento rítmico em que grupos de células passam por estágios ativos de secreção seguida por períodos de repouso. Este comportamento cíclico se manifesta no tecido através das denominadas *linhas incrementais de retzius*. Em cortes longitudinais as *linhas incrementais de retzius* seguem um padrão semelhante a arcos simétricos que se estendem da superfície do esmalte até a junção amelo-dentinária. Em contraste com a dentição decídua, estas linhas são observadas inclusive na porção mais externa na dentição permanente, atingindo a superfície do esmalte. Nesta região, elas se manifestam como sulcos ondulados relativamente paralelos entre si e transversais ao longo eixo da coroa dental, recebendo a denominação de periquimácias. Esta estrutura representa o reflexo das linhas de retzius na

superfície do esmalte e são progressivamente eliminadas como resultado da atrição dentária (Sharawy & Yaeger, 1989; Gwinnett, 1992).

Outras estruturas importantes podem ser observadas no estudo micro-morfológico do tecido do esmalte. Isto inclui as *lamelas de esmalte*, que são estruturas delgadas, em folha, que se estendem desde a superfície até a junção amelo-dentinária. Consistem de matéria orgânica, com pouco conteúdo mineral e, por vezes, podem cruzar o limite amelo-dentinário e penetrar na dentina. O limite final das lamelas pode ser observado como estruturas semelhantes à “trincas” na superfície do esmalte, que se estendem por distâncias variadas, sendo que a maioria delas apresenta menos de 1mm de comprimento. As lamelas muitas vezes podem ser confundidas com trincas provocadas pela própria técnica de polimento do espécime durante o preparo para microscopia eletrônica. O fenômeno conhecido como *tufos de esmalte* se origina no limite amelo-dentinário e avança dentro do esmalte por um quinto a um terço de sua espessura. São assim denominados porque, à luz da microscopia óptica, lembram tufos de grama. São formados por prismas de esmalte e substância interprismática hipocalcificados. Estruturas conhecidas como *fusos do esmalte*, que também originados na junção amelo-dentinária e se estendendo para o interior do esmalte, são observadas. Os fusos do esmalte são extensões dos túbulos dentinários que passam através da junção amelo-dentinária para dentro do esmalte. Em razão da dentina se formar antes do esmalte, o processo odontoblástico ocasionalmente penetra na junção amelo-dentinária e o esmalte é depositado ao redor deste processo, formando um fuso. Esta estrutura, que se parece a um dedo, apresenta um aspecto micro-morfológico bastante diferente dos amplos e longos tufos de esmalte (Ten Cate, 1985; Sharawy & Yaeger 1989; Gwinnett, 1992).

### **2.1.3 Propriedades Físicas**

A composição e estrutura do esmalte proporcionam propriedades físicas particulares a este tecido. Devido ao alto conteúdo inorgânico, a dureza do esmalte, expressa em relação à deformação, varia entre 200 a 500 Knoop

(Caldwell *et al.* 1957). Tal variação pode ser atribuída aos diferentes planos do esmalte utilizados nos testes de dureza, o que implica no fato de que os prismas são submetidos aos testes mediante diferentes orientações. Em relação à escala de dureza Moh, o esmalte apresenta valores próximos a 6 Moh, ou seja, trata-se de um tecido extremamente duro (Sharawy & Yaeger, 1989).

O esmalte possui um alto módulo de elasticidade e uma resistência à tração relativamente baixa, conferindo-lhe características de friabilidade (Tyldesley, 1950). As forças complexas que atuam sobre o esmalte durante a ação fisiológica da mastigação são dissipadas em direção à dentina através da forma e da natureza da junção amelo-dentinária. Esta inter-relação estrutural e física entre um tecido friável (esmalte) e um tecido resiliente (dentina), através da junção amelo-dentinária, proporciona ao dente um comportamento biomecânico característico em que a dentina protege o esmalte. Desta forma, os dentes são capazes de absorver e dissipar as forças provenientes da ação fisiológica da mastigação e da flutuação térmica a que a estrutura dental é submetida durante toda a vida (Ten Cate, 1994; De Goes, 2001).

Um gradiente dinâmico envolvendo fluídos e o ambiente bucal foi descrito por Bergman (1963), no qual o esmalte participa através de sua estrutura permeável e porosa. Este tecido funciona como uma membrana semi-permeável (Darling *et al.* 1961), permitindo a passagem de água e fluidos bucais, mas excluindo moléculas de alto peso molecular (Poole *et al.* 1963). O volume de porosidades é maior em direção a junção amelo-dentinária e está preferencialmente localizado na periferia dos prismas de esmalte e em regiões que apresentam tecido em formação (Gwinnett, 1966a).

O alto conteúdo inorgânico do esmalte confere a este tecido uma característica de translucidez. Em regiões de menor espessura (cervical), o esmalte apresenta coloração branco-amarelada em função da cor amarelada da dentina subjacente, ao passo em regiões de maior espessura, ele apresenta coloração branco-acinzentada. As áreas incisais, por outro lado, apresentam uma tonalidade azulada devido o rebordo ser constituído exclusivamente por uma dupla camada de esmalte. Anomalias durante o processo de desenvolvimento e

maturação do esmalte ou ataques cariosos podem produzir alterações localizadas da opacidade do esmalte, resultando em lesões de mancha branca (Sharawy & Yaeger, 1989; Gwinnett, 1992).

## **2.2.CONDICIONAMENTO ÁCIDO DO ESMALTE**

As bases da odontologia restauradora adesiva datam de 1955, quando Buonocore MG constatou que ácidos poderiam ser utilizados na superfície do esmalte para alterar suas características superficiais, tornando-o mais receptivo para a adesão. Sua teoria baseou-se em observações referentes à utilização do ácido fosfórico na indústria com a função de promover melhor adesão de tintas e coberturas acrílicas sobre superfícies metálicas. Buonocore verificou que a união de uma resina acrílica ao esmalte podia ser substancialmente elevada através do condicionamento da superfície com ácido ortofosfórico na concentração de 85% por 30 segundos.

Em seqüência a essa proposta e ao fato de que o condicionamento e a desmineralização da superfície dental são dependentes do tipo de ácido utilizado, concentração e tempo de aplicação (Silverstone, 1974; Zidan & Hill, 1986; Legler *et al.*, 1990; Van Meerbeek *et al.*, 1992), vários ácidos orgânicos e inorgânicos, além de agentes quelantes foram utilizados alternativamente ao ácido fosfórico. Dentre eles estão incluídos, principalmente, ácidos de baixa agressividade como as soluções de ácido maleíco a 10% e ácido nítrico a 2,5%. Relatos científicos descrevem que estes ácidos são tão efetivos quanto o ácido fosfórico no condicionamento da superfície do esmalte (Berry *et al.*, 1990; Saunders *et al.*, 1991; Gwinnett & Kanca 3rd., 1992; Aasen *et al.*, 1993). Um estudo realizado por De Goes *et al.* (1998) constatou que estendendo o tempo de condicionamento do esmalte com ácido maleico por 60 segundos, as alterações micromorfológicas são semelhantes às produzidas pelos géis de ácido fosfórico a 10-30% por 15-60 segundos. Entretanto, o ácido fosfórico é o agente condicionador empregado na maioria dos sistemas de união comercializados atualmente. Isso ocorre em função

deste ácido ser inorgânico e extremamente estável, podendo ser armazenado por longos períodos de tempo sem perder a sua efetividade. Além disso, apresenta baixo custo e desmineralização relativamente rápida dos tecidos, o que implica em ganho de tempo clínico durante o procedimento restaurador (De Goes *et al.*, 1998). Em acréscimo a estes dados, estudos mostram que os ácidos menos agressivos promovem redução significativa nos valores de resistência de união ao cisalhamento (Saunders *et al.*, 1991; Swift Jr & Cloe, 1993).

Várias concentrações de ácido fosfórico foram sugeridas como condicionadores de esmalte. Silverstone (1974) verificou que ácido fosfórico a 30-40% produz alterações na superfície do esmalte com aspecto de maior retentividade comparado a outras concentrações. A dissolução do cálcio e a profundidade do condicionamento aumentam à medida que se eleva a concentração do ácido até atingir aproximadamente 40%. Soluções mais concentradas dissolvem menos cálcio e resultam em padrões rasos de condicionamento (Manson-Rahemtulla *et al.*, 1984), produzindo valores de resistência de união significativamente inferiores (Gottlieb *et al.*, 1982). Além disso, algumas destas concentrações formam precipitados que podem interferir no procedimento de união com a resina (Gwinnett & Buonocore, 1965). Concentrações acima de 50% de ácido fosfórico produzem um precipitado (monocálcio fosfato monoidratado) que ao ser lavado é eliminado, ao passo que concentrações abaixo de 27% possibilitam a formação de um precipitado (dicálcio fosfato diidratado) que não é facilmente removido (Chow & Brow, 1973). Em razão disso, a maioria dos condicionadores ácidos atuais utiliza ácido fosfórico em concentrações que variam entre 30-40% (frequentemente 37%) (Swift *et al.*, 1995).

Como mencionado anteriormente, o tempo de condicionamento da superfície é um fator de grande importância no tratamento ácido do esmalte. Originalmente, havia uma padronização no tempo de condicionamento ácido do esmalte por 60 segundos. Entretanto, estudos subseqüentes utilizando microscopia eletrônica de varredura mostraram que o condicionamento com ácido fosfórico por 15 segundos promovia essencialmente a mesma alteração

superficial, quando comparado com o tempo de 60 segundos (Nordenvall *et al.*, 1980; Barkmeier *et al.*, 1985; Barkmeier *et al.*, 1986; De Goes *et al.*, 1998). Também ficou demonstrado que nestas concentrações, os valores de resistência de união ao cisalhamento e a microinfiltração são similares (Barkmeier WW *et al.*, 1985; Barkmeier *et al.*, 1986; Crim & Shays, 1987; Shaffer *et al.*, 1987; Bastos *et al.*, 1988; Gilpatrick *et al.*, 1991). Paralelamente, estudos clínicos mostraram que a retenção de selantes não é afetada pela redução do tempo de condicionamento do esmalte (Stephen *et al.*, 1982; Eidelman *et al.*, 1984). Dessa forma, ficou demonstrado que a redução no tempo de condicionamento do esmalte com ácido fosfórico promove alterações morfológicas efetivas para a retenção de materiais restauradores à este substrato, além de produzir menor destruição tecidual (Barkmeier *et al.*, 1985).

Com o desenvolvimento da microscopia eletrônica, tornou-se possível o estudo das características micro-morfológicas da estrutura do esmalte após receber tratamento ácido. Gwinnett (1971) e Silverstone (1975) descreveram três padrões básicos de condicionamento do esmalte. O padrão de condicionamento mais comum - tipo I – envolve preferencialmente a dissolução do centro dos prismas de esmalte, preservando a região periférica. No padrão tipo II ocorre o inverso, onde constatou-se que a periferia dos prismas é dissolvida enquanto a porção central permanece preservada. O padrão tipo III é menos distinto, incluindo áreas que se assemelham aos outros dois padrões, e também regiões em que o padrão de condicionamento não lembra a morfologia dos prismas de esmalte.

O condicionamento ácido da superfície do esmalte não determina um padrão micro-morfológico específico no tecido, com exceção das regiões de esmalte aprismático, em que ocorre preferencialmente um padrão tipo III (Retief, 1978). Estas regiões são menos susceptíveis a ação do condicionador ácido (Ripa *et al.*, 1966; Whittaker, 1982; Nathanson *et al.*, 1982). Entretanto, quando a superfície do esmalte é desgastada expondo seus prismas, a qualidade da desmineralização é favorecida (Meola & Papaccio, 1986). Ainda, o plano em que os prismas são desgastados exerce influência sobre as características do condicionamento. As superfícies preparadas em planos perpendiculares à direção

dos prismas do esmalte são mais severamente atacadas em comparação com as superfícies cortadas em planos paralelos aos prismas (Poole & Johnson, 1967; Retief, 1975).

O padrão de condicionamento do esmalte recebe também influência da orientação dos cristalitos de hidroxiapatita no interior dos prismas (Poole & Johnson, 1967). Em experimento realizado por Scott *et al.* (1974) observou-se que a porção interna dos prismas de esmalte reage de forma diferente em relação à periférica, quando submetidas a um ataque ácido. Essa variação foi explicada com base nas orientações distintas dos cristalitos de hidroxiapatita presentes entre essas duas regiões. Os cristalitos de hidroxiapatita são mais vulneráveis quando estão posicionados de forma paralela ao ataque ácido, devido ao fato de que a sua região central, considerada mais vulnerável, fica exposta em seu longo eixo.

O uso de uma solução ácida para condicionar a superfície do esmalte é considerado um pré-requisito fundamental para o sucesso da união entre materiais à base de resina e o esmalte (Retief, 1978). Este procedimento promove uma limpeza superficial do esmalte, remove a lama criada durante o ato operatório do preparo cavitário (camada de esfregaço), aumenta a sua rugosidade através da dissolução seletiva dos cristalitos prismáticos e interprismáticos (Retief, 1978; Retief DH *et al.*, 1986), e eleva a energia livre da superfície do esmalte (Busscher *et al.*, 1987). Com este tratamento, são criadas condições que contribuem para que o substrato do esmalte possa ser infiltrado com sucesso pelos monômeros resinosos.

## **2.3 ESTRATÉGIAS DE UNIÃO COM A ESTRUTURA DENTAL**

A efetividade de união à superfície do esmalte (Gwinnett & Matsui, 1967) e à dentina (Nakabayashi *et al.*, 1982) com o uso de condicionadores ácidos, promoveu profundas mudanças nos conceitos restauradores. As estratégias de união dos diferentes materiais à estrutura dentária têm se estabelecido como o fator mais importante no procedimento restaurador. Os primeiros sistemas de

união envolviam múltiplas fases de aplicação técnica, o que os tornavam extremamente complexos nos procedimentos restauradores. No estágio atual de desenvolvimento, tanto o esmalte quanto a dentina, podem receber um tratamento simplificado através de sistemas adesivos autocondicionantes.

### **2.3.1 Técnica do Condicionamento Ácido Total**

Enquanto a união ao esmalte é entendida como um procedimento bem consolidado e clinicamente estável em relatos da literatura (Nakabayashi & Pashley, 1998; Kugel & Ferrari, 2000), o mesmo não ocorre com a dentina, que é considerada um substrato complexo para a adesão em razão de sua composição química e estrutura heterogênea. Devido a isso, as estratégias de união aos tecidos dentários vem sendo desenvolvidas principalmente em função do substrato dentinário. Dessa forma, é de fundamental importância o conhecimento da evolução da adesão à dentina para que se possa compreender o desenvolvimento da técnica do condicionamento ácido total dos tecidos e seu mecanismo de ação sobre o esmalte.

#### **2.3.1.1. Histórico**

O químico suíço Oscar Hagger, trabalhando para a “Amalgamatec Dental Company” na Inglaterra, após a Segunda Guerra Mundial, foi pioneiro no desenvolvimento de um ácido glicerofosfórico dimetacrilato capaz de aderir resina à dentina (Hagger, 1951, 1952). Os primeiros a empregar clinicamente este novo produto foram os pesquisadores Kramer e McLean (1952). Eles estudaram a interação deste produto com a superfície dentinária através de cortes histológicos em microscopia eletrônica. Notaram que a superfície do adesivo era corada pela hematoxilina muito mais facilmente do que as superfícies controle. Em razão disso, foi especulado que esta reação incomum de manchamento indicava uma modificação da dentina pelo material resinoso.



Devido ao sucesso obtido na adesão ao esmalte condicionado (Buonocore, 1955), tentou-se o mesmo procedimento na dentina (Buonocore *et al.*, 1956), não alcançando o mesmo êxito. Naquela época, havia pouco conhecimento em relação à dentina como substrato para a adesão, e as resinas disponíveis apresentavam pobres características de molhamento da superfície. Desta forma, os monômeros eram aplicados diretamente sobre a lama dentinária e seu mecanismo de união fundamentado em interações químicas com o substrato, resultando em baixos valores de resistência de união (aproximadamente 5MPa). Subseqüentemente, uma grande quantidade de moléculas monoméricas como os ácidos fosfatados ésteres de metacrilato foram desenvolvidas na tentativa de melhorar a união à dentina, marcando o início da evolução dos sistemas adesivos dentinários. Ainda assim, examinando-se através da microscopia eletrônica de varredura os dois lados da amostra onde ocorria falha após a realização de ensaios mecânicos, observou-se que a lama dentinária era rompida coesivamente (Tao *et al.*, 1988). Com estes resultados, ficou claro que para se obter maiores valores de resistência de união à dentina, a lama dentinária deveria ser modificada ou totalmente removida (Watanabe *et al.*, 1990; Watanabe & Nakabayashi, 1993; Toida *et al.*, 1995).

Durante o processo de formação da lama dentinária ela sofre compressão contra a superfície subjacente do tecido de maneira que é quase impossível removê-la esfregando e enxaguando. Estudos de Pashley *et al.* (1988) relataram que a lama dentinária apresenta lenta dissolução nos fluidos bucais, e rápida dissolução em meio ácido. Porém, acreditava-se que o tratamento ácido aplicado sobre a dentina era extremamente danoso à polpa, podendo desencadear reações inflamatórias irreversíveis. Os primeiros relatos de sucesso obtido no condicionamento ácido da dentina como estratégia de união ocorreram no final década de 70 e início da década de 80 (Fusayama *et al.*, 1979; Fusayama, 1980). Estes autores sugeriam o uso de ácido fosfórico para condicionar simultaneamente o esmalte e a dentina, removendo toda a lama dentinária. Essa técnica inovadora ficou conhecida como **“técnica do condicionamento ácido total”**. Apesar dos relatos auspiciosos, este novo conceito técnico levou cerca de

10 anos para que fosse completamente aceito (Erickson 1989, Van Meerbeek *et al.*, 1992, 1993, 1996; Tay *et al.* 1994a,b, 1996a,b, c).

Nessa ocasião, Fusayama aconselhava a escavar apenas a dentina cariada, não estendendo o preparo até dentina sadia. A dentina afetada pela cárie, que geralmente é esclerótica e menos permeável que a dentina normal, era mantida (Tagami *et al.*, 1992). Seguindo esta recomendação, o tratamento ácido para remover a lama dentinária não aumentava significativamente a sua permeabilidade (Pashley *et al.*, 1991). Todavia, como muitos clínicos estendiam o preparo cavitário além da dentina afetada pela cárie (relativamente impermeável) englobando a dentina hígida (relativamente permeável), muitos adesivos utilizados naquela época apresentavam baixa resistência de união com este tecido (aproximadamente 5MPa) (Tagami *et al.*, 1990). Isso ocorria em função dos monômeros resinosos utilizados não apresentarem características hidrófilas compatíveis com o tecido dentinário sadio, conferindo uma significativa irritação pulpar como resultado da invasão bacteriana ao longo da margem cavitária. Em razão disso, ficou estabelecido que as irritações pulpares eram causadas pela invasão bacteriana e liberação de seus produtos secretores, e não pelo efeito dos ácidos sobre a polpa (Kanca, 1991; Gwinnett & Kanca 3rd, 1992; Pashley, 1992).

### **2.3.1.2 Mecanismo de Ação no Esmalte**

O primeiro sistema adesivo com resultados satisfatórios sobre a dentina empregando a técnica do condicionamento ácido total foi descrito por Nakabayashi (1982). Este sistema consistia no uso de resina 4-META/metil metacrilato-tri-*n*-butil borano (MMA-TBB) e de cloreto férrico a 3% em ácido cítrico a 10% como condicionador do esmalte e dentina. A combinação do ácido cítrico a 10% e do cloreto férrico a 3% era conhecida como solução 10-3. Diferentemente dos antigos sistemas de união que não penetravam na camada de lama dentinária, este procedimento, além de remover esta camada, desmineralizava o tecido dentinário em cerca de 5µm de profundidade. Através de cuidadosa análise em microscopia eletrônica de varredura, Nakabayashi *et al.* (1982) conseguiram

interpretar as imagens da região de interação entre os monômeros resinosos e o substrato dentinário, cuja importância já havia sido ressaltada por Kramer IRH e McLean (1952). Verificou-se neste importante estudo que os monômeros resinosos poderiam penetrar em profundidade na dentina desmineralizada e polimerizar em volta das fibrilas colágenas, formando uma nova estrutura denominada **camada híbrida**. O entrelaçamento entre resina polimerizada e substrato dentinário age como um envoltório ácido resistente e sela a dentina, prevenindo a hipersensibilidade e cáries secundárias (Nakabayashi *et al.*, 1991).

Uma condição semelhante também pode ser estabelecida no esmalte através da penetração e polimerização dos monômeros resinosos nos espaços entre os cristalitos de hidroxiapatita criados pelo tratamento ácido. Gwinnett e Buonocore (1965) estão entre os pioneiros a descrever este fenômeno, muitos anos antes dos conceitos de hibridização dos tecidos (Nakabayashi *et al.*, 1982). Os monômeros hidrófobos utilizados naquela época eram capazes de infiltrar o esmalte condicionado, porém apresentavam incompatibilidade ao tecido dentinário. Entre os achados, encontraram prolongamentos de metil-2-cianoacrilato em uma profundidade de aproximadamente 10µm no esmalte condicionado com ácido fosfórico a 50%. Resultados semelhantes foram relatados por Gwinnett e Matsui (1967) no estudo da relação física entre diferentes materiais restauradores e o tecido do esmalte condicionado também com solução de ácido fosfórico a 50%. As imagens obtidas em microscopia eletrônica de varredura revelaram prolongamentos de resina que variaram entre 10µm a 25µm de comprimento.

As características superficiais da resina polimerizada sobre o esmalte não condicionado ou tratado com diferentes agentes ácidos, foram descritas por Retief *et al.* (1976). Esses autores verificaram que as superfícies de esmalte não condicionadas, diferentemente das tratadas com soluções ácidas, não permitiam a infiltração dos monômeros resinosos, apresentando estruturas interfaciais sem traços característicos. Entretanto, o princípio de união relacionado à taxa de infiltração dos monômeros resinosos no esmalte condicionado ocorre não só em função de características superficiais do substrato. A união é também resultado de

fatores relacionados com os monômeros resinosos, como, por exemplo, sua viscosidade (Fan *et al.*, 1975). A frequência na formação de prolongamentos resinosos, tão bem quanto a sua extensão, aumenta com a redução da viscosidade do material (Dogon, 1975; Hotta *et al.*, 1992). Ten Cate *et al.* (1977) descreveram a influência da viscosidade e da penetração da resina na resistência de união ao esmalte, usando diferentes sistemas constituídos de resina acrílica. Verificou-se nesse estudo que monômeros de baixa viscosidade permitiam infiltração tanto em esmalte intra-prismático quanto em esmalte inter-prismático, diferentemente dos monômeros de alta viscosidade que atingiam apenas a porção inter-prismática do esmalte. Adicionalmente, um acréscimo nos valores de resistência de união ao esmalte condicionado com ácido fosfórico a 50% foi constatado na medida em que se diminuía a viscosidade dos sistemas monoméricos.

Desse conjunto de fatores, pode-se compreender que o mecanismo através do qual os monômeros resinosos interagem com o substrato do esmalte é decorrente de uma seqüência de fenômenos interdependentes. Este processo inicia-se com o condicionamento ácido do esmalte, que promove o aumento dos espaços inter e intra-prismáticos proporcionando uma superfície mais receptiva para a infiltração dos monômeros resinosos (Silverstone, 1975). Segue-se com a remoção do ácido e seus subprodutos, através de abundante lavagem com água, o que produz um acréscimo da energia de superfície do esmalte. Esta elevação é resultado do processo de dissolução seletiva dos prismas, aumentando a área de superfície do esmalte e, conseqüentemente, de sua energia livre. Isto contribui para a quebra da tensão superficial do líquido monomérico e a formação de um menor ângulo de contato com a superfície do esmalte, resultando em um melhor umedecimento deste substrato (Jendresen *et al.*, 1981). Após a aplicação do adesivo, os monômeros resinosos são prontamente absorvidos por capilaridade para o interior das micro-porosidades criadas pelo tratamento ácido. Os cristais de hidroxiapatita são envolvidos por estes monômeros e, através de um processo de polimerização *in situ*, forma-se uma zona híbrida, que passou também a ser conhecida como *camada híbrida* (Gwinnett & Matsui, 1967; Silverstone, 1975;

Kanemura *et al.*, 1999; Shinci *et al.*, 2000; Shimada *et al.*, 2002a,b; Shimada & Tagami, 2003). As micro-retenções mecânicas formadas nesta camada representam a principal forma de união dos materiais restauradores resinosos ao substrato do esmalte (Retief *et al.*, 1978).

Os adesivos para esmalte deveriam conter preferencialmente monômeros hidrófobos de alto peso molecular, sem aditivos como solventes e água. Isso certamente garantiria a esses materiais melhores resultados quanto à durabilidade clínica. No entanto, na maioria dos casos clínicos, a dentina é o substrato com maior área exposta a ser restaurada. Considerando ainda que este tecido é naturalmente úmido, e que é inviável a aplicação simultânea de diferentes sistemas de união sobre o esmalte e a dentina durante o ato operatório, os sistemas de união mais recentes têm adotado características hidrófilas (Carvalho *et al.*, 2004).

Nesta ordem de idéias, e após um intenso período de desenvolvimento dos agentes adesivos, surgiram os atuais sistemas convencionais de união, que utilizam a técnica do condicionamento ácido total para a hibridização dos tecidos dentais. Estes sistemas podem apresentar dois ou três passos operatórios para sua aplicação. Os sistemas convencionais de três passos utilizam o condicionamento da superfície do substrato com ácido fosfórico a 30-40%, aplicação do *primer* e, por último, o adesivo. O *primer* é constituído por concentrações balanceadas de monômeros hidrófilos e um solvente orgânico (água, acetona ou álcool). Na dentina, ele é responsável por permitir a formação da camada híbrida com as fibrilas de colágeno, revestindo-as para posterior infiltração dos monômeros hidrófobos ou preenchendo completamente os espaços interfibrilares. Além disso, promove o restabelecimento da energia de superfície da dentina, reduzida após o condicionamento ácido pela exposição da matriz orgânica. Sobre o esmalte, pode-se aplicar diretamente o adesivo referente ao terceiro passo operatório, sem a necessidade de aplicação do *primer*. O frasco correspondente ao adesivo é constituído basicamente de monômeros hidrófobos, que apesar de serem mais viscosos que o líquido monomérico do *primer*, possuem fluidez adequada para infiltrar a superfície do esmalte. Não há presença

de solventes orgânicos nem água na sua formulação. Ele é responsável pela copolimerização com os monômeros do *primer* e o material restaurador.

A outra forma de apresentação dos sistemas convencionais é representada por sistemas simplificados que empregam apenas dois passos operatórios. Nestes sistemas, também conhecidos como sistemas convencionais de “*frasco único*”, os componentes hidrófilos do *primer* e os componentes hidrófobos do adesivo estão balanceados quimicamente e reunidos em um único frasco. Quando aplicado, inicialmente funciona como um *primer*, adquirindo viscosidade semelhante a do adesivo após a volatilização do solvente. Entretanto, a manutenção do equilíbrio químico entre monômeros hidrófilos e hidrófobos é extremamente difícil de ser obtida, o que exige formulações bastante complexas. Não obstante, ambos os sistemas convencionais de dois e três passos proporcionam adequada união ao esmalte (Van MeerbeeK *et al.*, 2003).

Durante o processo de união à dentina, a aplicação dos sistemas convencionais deve ser realizada sobre substrato úmido. Isso ocorre em função do condicionamento ácido desmineralizar a dentina peri- e inter-tubular e expor uma malha de fibrilas colágenas (Pashley *et al.*, 1981, 1993). Quando a dentina é excessivamente desidratada, as fibrilas colágenas sem suporte mineral se colapsam formando pontes de hidrogênio, e os espaços microscópicos retentivos entre elas são ocluídos (Pashley *et al.*, 1993). Essa falência de função das fibrilas colágenas impede a penetração dos monômeros resinosos na matriz desmineralizada e, conseqüentemente, a formação da camada híbrida (Nakabayashi & Pashley, 1998). Esta é a razão pela qual recomenda-se que a dentina seja mantida ligeiramente úmida após o tratamento ácido. Este procedimento é conhecido como *técnica úmida* de hibridização, e está vinculado à técnica do condicionamento ácido total.

Devido à impossibilidade de manter a dentina úmida e ao mesmo tempo o esmalte seco na maioria das situações clínicas, somado ao fato dos sistemas de união apresentarem características cada vez mais hidrófilas, a *técnica úmida* passou também a ser preconizada para adesão ao esmalte. Esta “contaminação” do esmalte pela umidade não afeta adversamente a união a este tecido (Moll *et*

*al.*, 2002), pelo contrário, melhora sua compatibilidade com os atuais sistemas de união. Nesta situação específica, no entanto, recomenda-se que o *primer* dos sistemas convencionais de três passos seja aplicado devido a sua afinidade com a água (Van MeerbeeK *et al.*, 2003). Dessa forma, melhores resultados clínicos são obtidos, especialmente em relação a sistemas fortemente hidrófobos (Moll *et al.*, 2002).

### **2.3.2 Sistemas Adesivos Autocondicionantes**

Como foi destacado anteriormente, a adesão à dentina coberta pela lama dentinária não teve sucesso até 1990, pois os monômeros resinosos existentes até esta data não possuíam a propriedade capaz de penetrar através desta cobertura dentinária, e a união a esta camada era muito fraca (Tao *et al.*, 1988). Isso levou a maioria dos fabricantes a fornecerem um condicionador ácido capaz de remover a lama dentinária, possibilitando, dessa forma, a infiltração dos monômeros resinosos no tecido dentinário (técnica do condicionamento ácido total). Contudo, a condição de umidade adequada da dentina que possibilita a efetiva infiltração dos monômeros resinosos (técnica úmida) é difícil de ser conseguida clinicamente. Por outro lado, a desidratação excessiva da dentina promove o colapso das fibrilas colágenas e, conseqüentemente, uma infiltração deficiente dos monômeros resinosos. Da mesma forma, um excesso de umidade interfere de maneira adversa sobre a infiltração dos monômeros resinosos.

Tal impasse foi minimizado por Watanabe *et al.* (1990) e Watanabe (1992), que desenvolveram o primeiro sistema de união autocondicionante efetivo, que objetivava simplificar o procedimento técnico de aplicação dos adesivos, e conseqüentemente, melhorar a durabilidade da união, pois evitava o colapso das fibrilas colágenas. Este novo sistema baseou-se em uma solução aquosa de Fenil-P a 20% em HEMA a 30% para adesão ao esmalte e a dentina desgastados. Devido a sua composição química, ficou conhecido como sistema 20P-30H e propiciou importantes informações a respeito do mecanismo de adesão à dentina

coberta pela lama dentinária (Watanabe, 1992; Watanabe *et al.*, 1994b; Toida *et al.*, 1995, Nakabayashi & Saimi, 1996).

Após este estágio evolutivo, houve um intenso processo de desenvolvimento dos sistemas autocondicionantes até se alcançar o momento atual. Neste período, foram formulados inúmeros monômeros ácidos específicos (4-MET, 4-metacrilóxi-etil tri-melítico; 10-MDP, 10- metacrilóxidecil di-hidrogênio fosfato, dentre outros) derivados de radicais carboxílicos, que, além de conferir maior estabilidade às formulações, são capazes de desmineralizar e infiltrar o substrato do esmalte e dentina simultaneamente. Estas novas formulações deram origem aos sistemas autocondicionantes utilizados presentemente, que podem ser classificados, de acordo com o número de passos operatórios para sua aplicação, em sistemas autocondicionantes de dois passos ou adesivos de passo único. De acordo com o potencial de condicionamento ácido, determinado pela presença de um ou mais grupamentos carboxílicos ou fosfato incorporados ao monômero ácido (Van Meerbeek *et al.*, 2001), eles podem ser subdivididos em sistemas autocondicionantes de agressividade alta ou moderada (Pashley & Tay, 2001; Tay & Pashley, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003). Apesar dos sistemas autocondicionantes serem materiais relativamente novos, o mecanismo que determina o autocondicionamento das estruturas dentais é semelhante ao dos cimentos de ionômero de vidro. A diferença básica entre eles é decorrente do fato do cimento de ionômero de vidro possuir uma molécula de alto peso molecular (polímero baseado no policarboxilato), ao passo que os sistemas autocondicionantes utilizam monômeros de baixo peso molecular (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Os sistemas autocondicionantes de dois passos são compostos basicamente por monômeros ácidos ou derivados, monômeros hidrófilos e água, contidos em um frasco (*primer ácido*); enquanto que um segundo frasco apresenta concentrações balanceadas de monômeros hidrófilos e hidrófobos. O radical fosfato do monômero ácido é responsável pelo condicionamento das estruturas dentais, ao passo que o componente metacrilato da molécula disponibiliza-se para a co-polimerização com o agente de união e a resina restauradora (De Goes,



2001). Neste processo não é necessário lavar a superfície do substrato após o condicionamento ácido, e os produtos da desmineralização ou resíduos do condicionador ácido, são incorporados e polimerizados juntamente com o agente de união (Perdigão J *et al.*, 1997). Exemplos destes sistemas são o Clearfil SE Bond (Kuraray), Clearfil SE Bond Plus (Kuraray), Unifil Bond (GC), dentre outros. Estes sistemas possuem pH próximo a 2 e, por isso, são considerados sistemas de agressividade moderada (Van MeerbeeK *et al.*, 2003).

Apesar dos sistemas autocondicionantes já se apresentarem como sistemas de técnica simplificada, os fabricantes não abandonaram a tendência de torná-los ainda mais simples. Em 1999, foi introduzido no mercado odontológico o primeiro adesivo autocondicionante de passo único denominado Prompt L-Pop (ESPE Dental AG, Seefeld, Germany). Nesta versão, os fabricantes uniram o *primer ácido* com a resina adesiva dos sistemas autocondicionantes de dois passos. Este sistema, genericamente conhecido como “todos em um”, promove a dissolução da hidroxiapatita e infiltração dos monômeros através de um único passo clínico. Após uma leve secagem, forma-se uma fina camada do adesivo na superfície do esmalte, a qual é capaz de promover a retenção micromecânica do material restaurador (Frey O, 2000). Recentemente, surgiram novos produtos também denominados sistemas adesivos “todos em um”, como os sistemas Prompt L-Pop 2 (3M/ESPE) e Adper Prompt L-Pop (3M/ESPE). Apesar desta denominação, todos os sistemas adesivos “todos em um” vêm acondicionados em dois compartimentos. Isto faz com que os foto-iniciadores, sensíveis á acidez, sejam incorporados à solução ácida no momento da sua aplicação, evitando-se, assim, que estejam alterados antes do uso. Devido ao pH desses sistemas ser igual a 1 ou ainda menor, são considerados sistemas agressivos (Van MeerbeeK *et al.*, B 2003).

A utilização de sistemas autocondicionantes também apresenta a vantagem de eliminar alguns passos comuns na técnica do condicionamento ácido, constituindo-se, desta forma, em sistemas menos sensíveis a incorreções técnicas. Além disso, a presença de uma camada de monômeros hidrófilos não polimerizada ou o incompleto preenchimento da base desmineralizada da dentina,

freqüentemente observados na técnica do condicionamento ácido total, são minimizados em função do condicionamento e da infiltração ocorrerem simultaneamente (De Goes & Montes, 2004). Esta camada fragilizada representa o local mais susceptível à hidrólise e degradação da interface de união entre o material restaurador e a dentina (Burrow *et al.*, 1993; Van Meerbeek *et al.*, 1999). Todas estas características vantajosas, somadas à economia de tempo clínico, fizeram desta nova técnica de hibridização uma alternativa extremamente atraente para adesão ao tecido dentinário, sendo, conseqüentemente, estendida ao esmalte.

Entretanto, os sistemas autocondicionantes têm mostrado menor capacidade de condicionamento, principalmente na superfície de esmalte de dente permanente íntegro devido ao seu pH ser maior em relação ao ácido fosfórico (Kanemura *et al.*, 1994; Urabe *et al.*, 1997; Pashley & Tay, 2001; Wang *et al.*, 2004,). Conseqüentemente, os valores de resistência de união são menores (Kanemura *et al.*, 1999, Hara *et al.*, 1999; Perdigão & Geraldini 2003) sugerindo, desta forma, menor efetividade na prevenção da infiltração marginal (Summers, 1998; Heintze, 1998). Diante disto, recomenda-se que a superfície do esmalte seja previamente cortada ou desgastada quando utilizado um sistema autocondicionante para o procedimento restaurador (Barkmeier *et al.*, 1995; Kanemura *et al.*, 1999; Hannig *et al.*, 1999). Estudos de Tay *et al.* (2004) afirmam que a retenção dos sistemas autocondicionantes ao esmalte será sempre maior quando a camada aprismática for removida. Marquesini Jr *et al.* (2003) aconselham que para melhorar a retenção dos sistemas autocondicionantes de dois passos deve-se aplicar o *primer* autocondicionante sob agitação ou estender o tempo de aplicação em 20-30s, ou ainda, realizar um condicionamento prévio da superfície com ácido fosfórico por 5-10 segundos.

Contrariamente, recomenda-se os sistemas autocondicionantes de dois passos como alternativa aos sistemas convencionais para efetivar a união entre a resina composta e o esmalte desgastado (Perdigão *et al.*, 1997), com relatos de valores de resistência de união similares (Hashimoto *et al.*, 2003; Inoue *et al.*, 2003; De Munk *et al.*, 2003; Lopes *et al.*, 2004). Adicionalmente, Talic (2003) não

encontrou diferença entre os valores de resistência de união produzidos pela aplicação do sistema convencional de frasco único OptiBond Solo plus (Kerr, USA) em relação ao sistema auto-condicionante de dois passos Clearfil SE Bond (Kuraray, Japan) tanto em esmalte íntegro quanto desgastado.

Para que se possa compreender o grau de efetividade dos sistemas de união aucondicionantes aplicados no esmalte e, assim, interpretar os resultados de estudos laboratoriais e avaliações clínicas, é de fundamental importância o estudo morfológico da interação destes produtos com esta estrutura. Com esse intuito, um importante estudo realizado por Pashey & Tay (2001) mostrou que, tanto no esmalte íntegro quanto no desgastado, a aplicação do *primer ácido* dos sistemas autocondicionantes de dois passos é capaz de criar suaves microporosidades nestas superfícies. Estas microporosidades permitem a infiltração dos monômeros resinosos e a formação de uma “camada híbrida verdadeira”, medindo cerca de 100nm de espessura. Diferentemente da camada híbrida formada pelos sistemas convencionais, que apresenta aproximadamente 10 µm de espessura e a formação de prolongamentos medindo cerca de 1µm de comprimento (macro-tags), a camada híbrida formada pelos sistemas autocondicionantes de dois passos apresenta prolongamentos de ordem nanométrica (micro-tags) (Hashimoto *et al.*, 2003; Inoue *et al.*, 2003; Van Meerbeek *et al.*, 2003). Em complemento, acrescenta-se a esses achados o fato de monômeros como o 4-MET (4-metacrilóxi-etil tri-melítico), 10-MDP (10- metacrilóxi-decil di-hidrogênio fosfato) e Phenyl-P (2-metacrilóxi-etil phenyl hidrogênio fosfato) presentes na composição de alguns sistemas autocondicionantes, apresentarem potencial de união química com o cálcio da hidroxiapatita residual (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Yoshida *et al.*, 2004).

Com relação aos sistemas adesivos autocondicionantes denominados “todos em um”, estudos com microscopia eletrônica de varredura têm mostrado que o padrão de condicionamento no esmalte é similar àquele obtido com o ácido fosfórico (Breshi *et al.*, 1999; Pashley & Tay, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003). Estes sistemas formam camadas híbridas morfológicamente semelhantes àsquelas formadas pelos sistemas convencionais (Van Meerbeek *et al.*, 2003), medindo

cerca de 1 a 2µm de espessura, com a presença de micro-tags ao longo de toda a interface (Inoue *et al.*, 2003). Da mesma forma, os valores de resistência de união proporcionados por estes sistemas se assemelham ao dos sistemas convencionais, e decorrem de sua alta agressividade e potencial em alcançar retenção micro-mecânica com o esmalte (Miller, 2001, Pashley & Tay, 2001). Entretanto, outros estudos relatam que os valores de resistência de união produzidos por alguns sistemas adesivos autocondicionantes de passo único são inferiores em relação aos sistemas convencionais (De Munck *et al.*, 2003; Inoue S *et al.*, 2003; Lopes CG *et al.*, 2004). Dados ainda mais desfavoráveis em relação aos sistemas autocondicionantes “todos em um” apontam valores de resistência de união, tanto para o esmalte quanto para a dentina, inferiores em relação a todos os outros sistemas adesivos (Van MeerBeeK *et al.*, 2003). Segundo este estudo, quando submetidos à tensão de tração, estes adesivos rompem-se coesivamente em virtude de sua fragilidade. Esta característica pode ser parcialmente atribuída à interferência do ambiente ácido sobre a reação de polimerização, o que pode acarretar redução das propriedades mecânicas do adesivo (Pashley & Tay, 2001). Um fator agravante que pode comprometer a polimerização dos sistemas adesivos de passo único é a formação de camadas extremamente finas de adesivo (10-15µm) após a volatilização da quantidade relativamente grande de solventes e diluentes presentes em sua composição. Nesta condição, o oxigênio do ar pode se difundir por toda a camada do adesivo, comprometendo a polimerização e, conseqüentemente, toda a união.

Diante disso, fica explícito que as informações referentes à efetividade dos sistemas autocondicionantes aplicados ao esmalte não se encontram plenamente estabelecidas. Como o bom desempenho clínico das restaurações em resina composta é dependente de uma efetiva união ao esmalte, o que previne a infiltração marginal e assegura a longevidade da restauração (Ferrari, 1997; Mair, 1998; Burrow & Tyas, 1999), a avaliação das alterações morfológicas e da resistência de união produzidas com a aplicação dos sistemas autocondicionantes a este tecido, torna-se imprescindível.

### **2.3.2.1 Sistemas Autocondicionantes Recentemente Introduzidos no Mercado Odontológico**

Alguns adesivos novos, como os sistemas autocondicionantes de dois passos AdheSE (Vivadent) e OptiBond Solo Plus Self-etch (Kerr, Orange, CA, USA), foram recentemente introduzidos no mercado odontológico, mas não podem ser classificados como sistemas de agressividade alta e nem moderada. Devido ao pH desses adesivos ser próximo a 1,5, são classificados como sistemas autocondicionantes de dois passos com agressividade intermediária. Em virtude destas características, alcançam adequada retenção micro-mecânica tanto no esmalte quanto na dentina. Além disso, a hidroxiapatita residual pode proporcionar uma interação química com alguns componentes desses sistemas de maneira similar à observada com os sistemas autocondicionantes de dois passos de agressividade moderada. Semelhantemente, os adesivos de passo único recentemente introduzidos no mercado, i-Bond (Kulzer) e Xeno III (Dentisply, Milford, DE, USA), também podem ser classificados como sistemas de agressividade intermediária. Espera-se, assim, que a interação interfacial destes sistemas com os substratos do esmalte e dentina seja similar à dos sistemas autocondicionantes de dois passos (Van Meebeek *et al.*, 2003).

## **2.4 DURABILIDADE DA UNIÃO AO ESMALTE**

Quando se analisa a durabilidade clínica da adesão ao esmalte, a literatura trás alta porcentagem de sucesso clínico com a utilização de materiais hidrófobos e técnicas exclusivas de união ao esmalte que datam do final da década de 70 e início da década de 80. O sucesso reportado nestas publicações se refere principalmente a restaurações de dentes anteriores e selantes oclusais, acompanhados clinicamente durante 9 a 11 anos (Wendt *et al.*, 1988; Qvist *et al.*, 1993; Houpt *et al.*, 1994; Jokstad *et al.*, 1994). Com o desenvolvimento da técnica do *condicionamento ácido total* e da *técnica úmida*, os sistemas de união

tornaram-se cada vez mais hidrófilos. Além disso, o mecanismo de ação dos sistemas autocondicionantes depende de acidificação da solução no momento da aplicação, necessitando, portanto, conter água em suas formulações. Como resultado, essas composições tornaram-se mais susceptíveis à degradação hidrolítica (Tay *et al.*, 2002; Carrilho *et al.*, 2004; Yiu *et al.*, 2004).

Com relação ao mecanismo de ação dos sistemas adesivos autocondicionantes, poucas são as informações a respeito do efeito em longo prazo da incorporação de cristais de hidroxiapatita e da camada de esfregaço residual no procedimento de união ao esmalte. Miyazaki *et al.* (2000) relataram que este tipo de união ao esmalte é mais susceptível a degradação quando comparada com a utilização de sistemas convencionais. Apesar disso, Wang *et al.* (2004) não verificaram diferença nos valores de resistência de união, após 1 ano de armazenagem em solução isotônica de cloreto de sódio, entre os sistemas convencionais de frasco único Single Bond (3M/ESPE) e o sistema autocondicionante de dois passos Clearfil Se Bond (Kuraray).

Recentemente, foram mostradas evidências de que os sistemas adesivos autocondicionantes de passo único são membranas semipermeáveis, permitindo que fluídos bucais possam atravessar a camada do adesivo em todos os sentidos, não garantindo o selamento hermético do substrato (Tay *et al.*, 2002). Estes adesivos apresentam maior permeabilidade em relação aos demais sistemas devido ao comprometimento da sua reação de polimerização pela presença de monômeros ácidos, água residual e características altamente hidrófilas de seus componentes. Análises em microscopia eletrônica de transmissão das interfaces adesivas formadas entre sistemas autocondicionantes de passo único e a superfície dentinária, mostraram a formação de finos canais deixados pela passagem da água durante os fenômenos de permeabilidade dos adesivos, promovendo a evidência morfológica de permeação dos fluidos através destes adesivos. Estes canais seguem um padrão de ramificação que lembram árvores e, por este motivo, recebem o nome de “water trees” (Tay & Pashley, 2003).

Enquanto se relata 100% de sucesso clínico após dois anos de avaliação de lesões cervicais com a utilização do sistema autocondicionante de dois passos

Clearfil Se Bond – Kuraray (Peumans *et al.*, 2003), outros estudos descrevem 35% de falhas após um ano de avaliação clínica com o sistema de passo único Prompt L-Pop - 3M/ESPE (Brackett *et al.*, 2002), ou 21% de falhas após o mesmo período de avaliação clínica (van Dijken, 2002). De acordo com esses resultados clínicos, a longevidade das restaurações utilizando sistemas adesivos de passo único apresenta um percentual alto de comprometimento em curto prazo de tempo, o que evidencia que a alta permeabilidade desses sistemas de união pode afetar negativamente a performance clínica das restaurações. Com relação aos sistemas autocondicionantes de dois passos, somente períodos mais extensos de avaliação permitiriam comprovar a sua eficácia.

## **2.5 ENSAIOS MECÂNICOS PARA TESTES DE UNIÃO**

Uma grande quantidade de estudos têm empregado testes convencionais de tração e cisalhamento para avaliar a resistência de união de diversos sistemas adesivos à estrutura do esmalte e dentina. Entretanto, estes testes freqüentemente produzem falhas coesivas no substrato por falta de uniformidade na distribuição das forças na região de interface de união (Van Noort, 1991; Sano, 1994; Pashey, 1995; Versluis, 1997; Phrukkanom *et al.*, 1998a,b; Schreiner, 1998). Diante disso, espera-se que características intrínsecas do esmalte, como a friabilidade e o baixo módulo de elasticidade, possam torná-lo mais susceptível à falhas coesivas.

Dentre estas duas modalidades de ensaio mecânico, o teste de tração é a metodologia mais empregada na avaliação da resistência de união entre diversos materiais e a estrutura dental. Investigações relacionadas às características físicas dos testes de tração revelaram que a geometria estrutural dos sistemas, bem como as condições em que os testes são realizados, podem influenciar significativamente os resultados (Van Noort *et al.*, 1989; Van Noort *et al.*, 1991). Da mesma forma, os resultados dos testes são altamente dependentes de parâmetros relacionados a diversos fatores que caracterizam os espécimes, como o formato e

a área da secção transversal, dentre outros (Van Noort *et al.*, 1994). Não havendo uma padronização dessas variáveis, diferenças significativas poderiam ocorrer entre estudos, impossibilitando comparações.

Na tentativa de minimizar as inconsistências presentes nos ensaios convencionais de tração, Sano H *et al.* (1994) desenvolveram o teste de microtração, que recebeu esta denominação devido ao tamanho diminuto dos espécimes utilizados. Estes modelos são obtidos através de finas secções seriadas do substrato, com áreas reduzidas de secção transversal, o que permite uma melhor distribuição das forças em razão da homogeneidade das estruturas. Conseqüentemente, a incidência de fratura coesiva no substrato é reduzida, tornando possível uma real mensuração da resistência de união (Sano H, 1994; Shono, 1997; Phrukkanom, 1998a,b; Shono, 1999).

Os resultados dos ensaios de microtração apresentam relação inversa à área de superfície unida (Sano *et al.*, 1994; Shono *et al.*, 1997; Phrukkanon *et al.*, 1998a,b; Pashley *et al.*, 1999) e, por maior que sejam os valores de resistência de união, a maioria das fraturas ocorre na região de interface de união entre o adesivo e o substrato. Outras vantagens desse ensaio são as possibilidades de avaliar a resistência de união em diversas regiões do mesmo substrato, calcular a média e o desvio-padrão em um único dente, e testar a resistência de união em superfícies irregulares (Pashley *et al.*, 1999). Ainda permite verificar a efetividade da adesão a estruturas clinicamente relevantes como tecido cariado (Nakajima *et al.*, 1995) e dentina esclerótica (Tay *et al.*, 2000; Kwong *et al.*, 2002). A principal dificuldade deste teste esta relacionada à necessária sensibilidade técnica na obtenção dos espécimes. Especial cuidado deve ser tomado para impedir ou reduzir a formação de micro-fraturas na interface de união durante o preparo dos espécimes (Ferrari *et al.*, 2002).

Nesta ordem de procedimentos, foram desenvolvidas inúmeras variações em relação à técnica de obtenção dos espécimes originalmente descrita por Sano *et al.* (1994). Em diferentes experimentos são encontrados espécimes em formato de palito, ampolheta ou cilindro, com área de secção transversal variando entre 0,5 a 1,5mm. Estas diversidades de formato e área de secção transversal podem



influenciar nos valores de resistência de união à microtração (Goracci C *et al.*, 2004). Diante dessas possíveis variações nos espécimes, o desenvolvimento de dispositivos como o Iowa MicroSpecimen Former (BIOMAT Leuven) (Armstrong SR *et al.*, 2001; De MunK *et al.*, 2003a,c) foi importante na padronização dos espécimes para o ensaio de microtração. Este dispositivo permite produzir espécimes padronizados em forma de bastão com área de secção transversal cilíndrica, assegurando o direcionamento das tensões máximas de tração na região de interface de união. Este protocolo de obtenção de espécimes pode se tornar um padrão para avaliar a efetividade de diversos sistemas de união, permitindo comparações entre diferentes estudos (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Da mesma forma, outros ensaios mecânicos foram projetados utilizando áreas de secção transversal reduzidas, como os testes de *micro-cisalhamento* e o teste denominado *push out*. O teste de micro-cisalhamento usa um cilindro de resina, unido perpendicularmente ao substrato, construído a partir de um tubo cilíndrico denominado *Tygon*, com aproximadamente 0,8mm de diâmetro interno e 0,5mm de altura (Shimada *et al.*, 2002, Shimada *et al.* 2003). Embora os resultados deste teste não diferem substancialmente do teste de microtração, a padronização do local de atuação das forças é dificultada (Phrukkanon *et al.*, 1998a,b). O teste *push-out* consiste de um pequeno cilindro de compósito posicionado no centro de um disco de dentina, que ao ser tracionado gera uma força de cisalhamento na interface de união (FranKenberger *et al.*, 1999, FranKenberger *et al.*, 2000a,b). A principal vantagem deste teste é o fato de que a fratura é “forçada” a ocorrer ao longo da interface de união (Drummond *et al.*, 1996). Entretanto, não é possível a sua aplicação para a avaliação da resistência de união ao esmalte. Além disso, os dados obtidos através deste teste são comparáveis aos testes tradicionais de cisalhamento (Drummond *et al.*, 1996). Por tudo isso, a microtração se constitui na metodologia mais empregada para a avaliação da resistência de união dos materiais às estruturas dentais.

Atualmente, de modo complementar aos valores de resistência de união à microtração, as atenções têm se voltado à análise das superfícies fraturadas dos espécimes. Para isso, os testes que utilizam área de secção transversal reduzida

possibilitam a análise completa da área fraturada, diferentemente dos testes convencionais (Pashley *et al.*, 1995; Hashimoto *et al.*, 2001). As superfícies das fraturas contêm importantes informações em relação à integridade das estruturas envolvidas na interface de união, bem como o mecanismo através do qual ela é obtida (Hashimoto *et al.*, 2001). Em face ao exposto, a combinação entre os teste de microtração e a análise das fraturas é bastante valiosa para caracterizar a união aos substratos dentários, de modo a auxiliar o desenvolvimento de novos materiais e técnicas para a união aos tecidos duros (Lin *et al.*, 1994).

A despeito do desenvolvimento observado especialmente na última década em relação aos ensaios mecânicos laboratoriais, as avaliações clínicas são os testes conclusivos quanto à eficácia dos sistemas de união. Contudo, esta avaliação não permite determinar com precisão o real motivo da falha que levou ao insucesso do procedimento restaurador, em virtude da presença de inúmeras variáveis na cavidade bucal (Van MeerbeeK *et al.*, 2003). Diferentemente, nos ensaios laboratoriais, o efeito de uma única variável pode ser examinado isoladamente, mantendo as demais condições constantes (Van MeerbeeK *et al.*, 2003), o que permite o estudo das propriedades dos materiais de maneira independente, facilitando o seu entendimento.

### **3 PROPOSIÇÃO**

O propósito deste estudo foi avaliar o efeito da aplicação de sistemas adesivos autocondicionantes na superfície do esmalte íntegro e desgastado de dentes permanentes, em comparação com um sistema convencional de frasco único que utiliza o ácido fosfórico como condicionador, por meio da:

- a) Análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV) do padrão de condicionamento e da interface de união resina-esmalte.
- b) Avaliação da resistência de união por microtração e classificação dos padrões de fratura.

## **4 MATERAIS E MÉTODO**

### **4.1 COLETA, ARMAZENAMENTO E PREPARO DOS DENTES**

Cinqüenta e dois terceiros molares humanos hígidos recém-extraídos por razões ortodônticas foram obtidos em consultórios odontológicos privados e doados de acordo com a Resolução 196/96, do conselho nacional de saúde/MS, com projeto aprovado pelo Comitê de Ética em pesquisa da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – Unicamp (protocolo nº 037/2003 - Anexo 1). Os dentes selecionados foram armazenados em soro fisiológico sob temperatura de 4°C, por um período não superior a 1 mês. Em seguida, foram raspados cuidadosamente com curetas Duflex (SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) para a eliminação dos remanescentes do tecido periodontal. O término da limpeza foi realizado com taças de borracha (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) e pasta de pedra pomes e água (SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) em baixa rotação (Dabi–Atlante, Riberão Preto, SP, Brasil), seguida de abundante lavagem com água destilada.

Os dentes foram seccionados com um disco dupla face de diamante (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) em baixa rotação, aproximadamente 1mm abaixo da junção amelo-dentinária (JAD) em direção ao ápice no sentido transversal, perpendicularmente ao longo eixo do dente (Figura 1). A porção coronária do dente foi seccionada no sentido mesio-distal, através do sulco central (Figura 2), obtendo-se duas hemi-seções de cada dente correspondentes às superfícies vestibular e lingual/palatina (Figura 3). Uma hemi-seção de cada dente foi mantida íntegra, enquanto a outra foi desgastada com lixa de SiC de granulação 600 (Carborundum Abrasivos, Recife, PE, Brasil) em politriz sob refrigeração com água (APL-4 Arotec, Cotia, SP, Brasil) para a produção do desgaste do dente e conseqüente formação da camada de esfregaço.



Figura 1 – Corte transversal da coroa dental com o auxílio de um disco dupla face de diamante.



Figura 2 – Incisão mesio-distal da coroa dental com o auxílio de um disco dupla face de diamante.

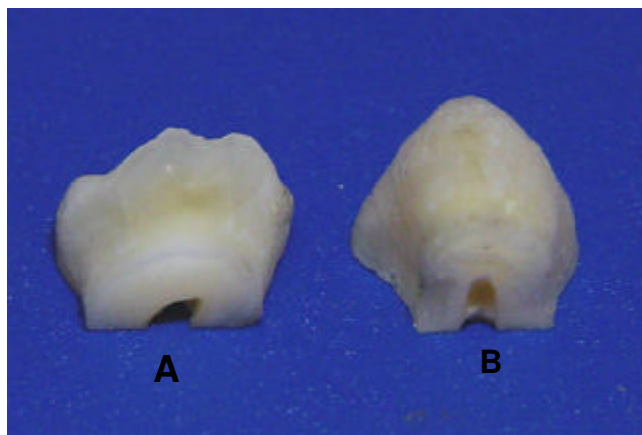


Figura 3 – Hemi-seções dentais. **A** - Superfície vestibular desgastada; **B** - Superfície palatina íntegra.

As superfícies que permaneceram íntegras foram analisadas em lupa esterioscópica (XLT30, Nova Optical Systems, Novo Tempo Co. e Participações LTDA, Piracicaba – São Paulo – Brasil) com 25X de aumento para certificar-se da ausência de descalcificação, fendas ou desgastes prévios.

## 4.2 MATERIAIS UTILIZADOS

Para a realização deste estudo foram utilizados um sistema adesivo convencional e três sistemas adesivos autocondicionantes, além de uma resina composta indicada para confecção de restaurações diretas em dentes anteriores e posteriores (Figura 4). As marcas comerciais, composições, lotes e fabricantes estão descritas nas Tabela 1 e Quadro 1.

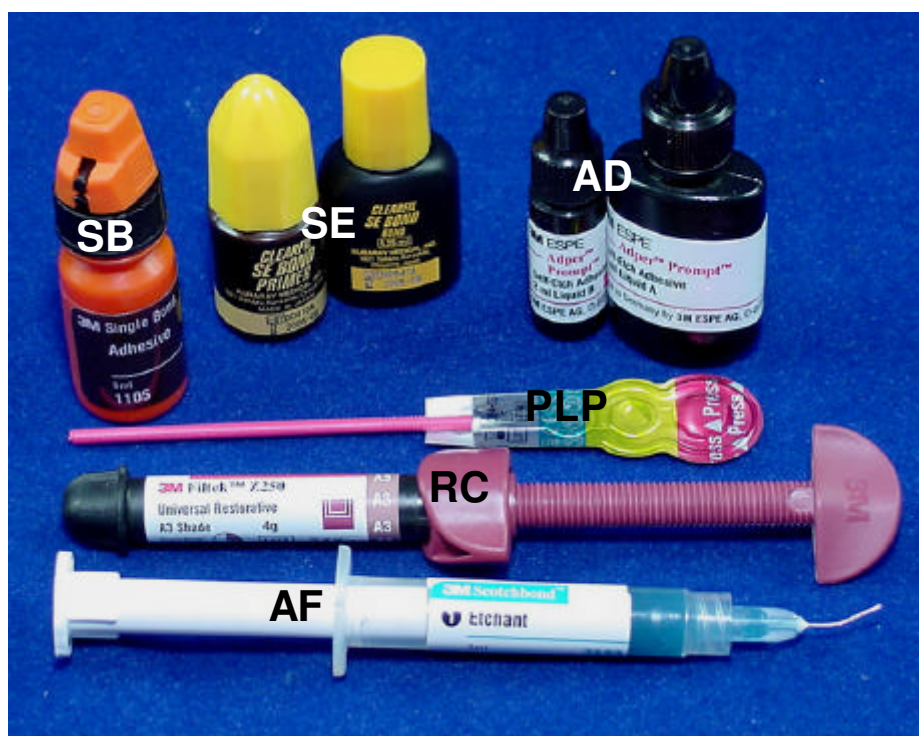


Figura 4 – Materiais utilizados no estudo. **SB** – Single Bond; **SE** – Clearfil SE Bond; **AD** – Adper Prompt; **PLP** – Prompt L-Pop; **RC** – Resina composta; **AF** – Ácido fosfórico.

Tabela 1

Marca comercial, composição, lote e fabricante do compósito restaurador utilizado neste estudo.

Compósito	Composição *	Nº do lote	Fabricante
Filtek Z250 (A3)	Bis-GMA <sup>1</sup> ; Bis-EMA <sup>2</sup> ; UDMA <sup>3</sup> ; Carga inorgânica – Zircônia/Sílica (60% em volume).	2XX	3M Dental Products, St. Paul, MN

\* Informação obtida do fabricante

<sup>1</sup> Bisfenol-Glicidil-dimetacrilato

<sup>2</sup> Bisfenol-polietileno-diéter-dimetacrilato

<sup>3</sup> Uretano dimetacrilato

Quadro 1

Marcas comerciais, composições, lotes e fabricantes dos sistemas de união usados no estudo\*.

Sistema de união	Agente condicionador	Primer	Agente de união	Nº do lote	Fabricante
<b>Single Bond</b> Sistema convencional “frasco único”	Ácido fosfórico a 35%	Adesivo: HEMA <sup>1</sup> ; bis-GMA <sup>2</sup> ; dimetacrilatos; copolímeros do ác. poli-alcenóico, iniciador, água e etanol.		20000630	3M Dental Pruducts Division St. Paul, MN,USA
<b>Clearfil SE Bond</b> Sistema autocondicionante “dois passos”	<i>Primer ácido:</i> MDP <sup>3</sup> ; HEMA <sup>1</sup> ; Dimetacrilatos hidrófilos, Canforoquinona; N, N Dietanol p-toluidina; Água.		Adesivo: MDP <sup>3</sup> ; HEMA <sup>1</sup> ; bis-GMA <sup>2</sup> ; Dimetacrilatos hidrófobos, N, N Dietanol p-toluidina; Canforoquinona; Sílica coloidal.	00110A	Kuraray Co., Osaka-Japão.
<b>Prompt L-Pop</b> Sistema autocondicionante “passo único”	Ésters metacrilados de ácido fosfórico, fotoiniciador (BAPO) <sup>4</sup> , estabilizadores, flúor, água			0001011	ESPE Dental AG, Seefeld, Germany
<b>Adper Prompt</b> Sistema autocondicionante “passo único”	Prompt <b>A</b> : Bis-GMA <sup>2</sup> , canforoquinona e estabilizadores. Prompt <b>B</b> : Água, HEMA <sup>1</sup> , ácido polialquenóico e estabilizadores.			133511	3M/ESPE st

\* Informações obtidas dos fabricantes

<sup>1</sup> 2-hidroxi-etil-metacrilato

<sup>2</sup> Bisfenol-Glicidil-dimetacrilato

<sup>3</sup> 10- metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato

<sup>4</sup> Óxido Bisacilfosfinico



### 4.3 PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA ANÁLISE DO PADRÃO DE CONDICIONAMENTO

Para a caracterização morfológica do padrão de condicionamento da superfície do esmalte foram utilizados 24 hemi-seções (12 superfícies íntegras e 12 superfícies desgastadas) separadas em 4 grupos contendo 6 hemi-seções cada (3 superfícies íntegras e 3 desgastadas). No Grupo 1 - Grupo controle - as superfícies foram submetidas ao condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15 segundos, lavadas com água destilada em pisseta durante 30 segundos e secas com ar comprimido. No Grupo 2, as superfícies íntegras e desgastadas do esmalte receberam o *primer* do Clearfil SE Bond durante 20 segundos, seguido da aplicação de um leve jato de ar. O Grupo 3 foi submetido ao sistema Prompt L-Pop na seguinte ordem de execução: o compartimento 1 da embalagem do material foi comprimido liberando o conteúdo para o compartimento 2, que por sua vez, injetou o produto resultante, também por compressão, sobre o pincel localizado no compartimento 3; esta solução foi aplicada sobre a superfície do esmalte e friccionada durante 15 segundos. No Grupo 4 aplicou-se o sistema Adper Prompt. Para tanto, uma gota do Prompt A foi misturada a uma gota do Prompt B com o auxílio de um pincel tipo microbrush durante 5 segundos. Esta solução ácida foi friccionada sobre a superfície do esmalte por 15 segundos seguido por um leve jato de ar. Imediatamente após a aplicação das soluções ácidas nos Grupos 2, 3 e 4, as áreas foram imersas alternadamente em álcool absoluto (etanol PA - 99,8% - F. Maia Ind e Co. Ltda, São Paulo – SP – Brasil) e acetona (acetona PA – 99,5% - Industria e comércio Ltda, Campinas – SP - Brasil) por 10 segundos cada banho durante 1 minuto.

Em seguida, todas as hemi-seções foram desidratadas por imersão em etanol (F. Maia Ind e Co. Ltda, São Paulo – SP – Brasil) com concentrações ascendentes até 100%, por tempo determinado (etanol a 25% por 20 minutos; etanol a 50% por 20 minutos; etanol a 75% por 20 minutos; etanol a 95% por 30 minutos; etanol a 100% por 60 minutos) e imersos em *hexamethyldisilazane* (HDMS),  $[(CH_3)_3SiNHSi(CH_3)_3]$ , (Electron Microscopy Sciences, Washington

19034 - USA) por 10 minutos (Perdigão J *et al.*, 1995). Subseqüentemente, as amostras foram depositadas em um Becker (Laborglass Ind. e Co. de materiais para laboratórios Ltda, São Paulo – SP –Brasil), cobertos com lenço de papel (Klin Sport/Klablin – Fabricante de papel e celulose – Piracicaba – SP – Brasil) e deixados à temperatura ambiente por 24 horas.

#### **4.4 PREPARO DAS HEMI-SECÇÕES PARA ANÁLISE DA REPRODUÇÃO EM RESINA DO PADRÃO DE CONDICIONAMENTO**

De acordo com Hannig et al. 1999, resíduos das soluções ácidas dos sistemas autocondicionantes, além de produtos da dissolução do esmalte como o cálcio e o fosfato, podem permanecer na superfície mascarando o padrão de condicionamento produzido pelo ataque ácido. Na tentativa de superar estas dificuldades, é recomendada uma análise do padrão de condicionamento através da reprodução em resina da superfície do esmalte condicionado. Para esta avaliação foram empregadas outras 24 hemi-secções (12 superfícies íntegras e 12 superfícies desgastadas) distribuídas aleatoriamente em 4 grupos. O sistema de condicionamento ácido total (SB) - Grupo 1, e os sistemas autocondicionantes (SE, PLP, AD) – Grupos 2, 3 e 4, respectivamente, foram aplicados nas superfícies de esmalte íntegro e desgastado de acordo com as instruções dos fabricantes (Anexo 2).

Na seqüência técnica do procedimento restaurador, o compósito Filtek Z250 (3M ESPE, St Paul, USA) foi aplicado em incrementos de 2mm de espessura, sendo cada incremento fotoativado por 20 segundos por meio de uma unidade de luz halógena (Curing Light XL 3000 - 3M/ESPE) com intensidade energética de 400mW/cm<sup>2</sup>. Em seguida, procedeu-se o armazenamento das hemi-secções em água destilada sob temperatura de 37°C por 24 horas. Após este tempo, as hemi-secções foram imersas em HCl 6N por um período mínimo de 12h para a completa dissolução dos tecidos dentais, obtendo-se, dessa forma, as reproduções em resina. Posteriormente, foram limpas em ultra-som com água

destilada (Unique Ind. e Co. de Produtos Eletrônicos Ltda, São Paulo – S.P. – Brasil) por 10 minutos, e desumidificadas durante 2 horas no interior de um recipiente plástico fechado contendo sílica gel, previamente desidratada em estufa (Fanem – Estufa de Secagem e Esterilização – Modelo 315 SE – SP – Brasil) a 40°C por 6 horas.

#### **4.5 PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA A ANÁLISE DA INTERFACE DE UNIÃO**

Foram utilizadas 16 hemi-seções (8 superfícies íntegras e 8 superfícies desgastadas) para a caracterização morfológica da interface de união com o esmalte. As hemi-seções correspondentes ao Grupo controle (Grupo 1) e aos Grupos experimentais (Grupos 2, 3 e 4) receberam os mesmos procedimentos técnicos de aplicação dos sistemas de união e do compósito restaurador descritos anteriormente (Item 4.4). Após armazenagem em água destilada à temperatura de 37° C por 24 h, estas amostras foram fixadas com cera pegajosa (Pason – Indústria e Comércio de Materiais Odontológicos Ltda – Indústria Brasileira) a uma superfície plástica e seccionadas perpendicularmente à região da interface de união resina-esmalte (Figura 5) em máquina ISOMET 1000 (Buehler UK LTD, Lake Bluff, USA ) com auxílio de disco dupla-face de diamante (Extec, Enfield, CT, USA). Em seguida, as seções obtidas (Figura 6) foram polidas com lixas de granulação 1000 e 1200 (Carborundum Abrasivos, Recife, PE, Brasil) sob irrigação com água destilada.

Terminado o polimento com as lixas, foram utilizados feltros (Microcloth Polishing Cloth, Buehler UK LTD, Lake Bluff, USA) e pastas de diamante para polimento em ordem decrescente de granulação: 6, 3, 1, e 1/4µm (Buehler UK LTD, Lake Bluff, IL 60044, USA). As seções foram polidas por 15 minutos em cada pasta de diamante, sendo colocadas em ultra-som com água destilada (Unique Ind. e Co. de Produtos Eletrônicos Ltda, São Paulo – S.P. – Brasil) por 10 minutos no intervalo entre a troca das pastas, e por 30 minutos adicionais ao final

do polimento. Posteriormente, as superfícies das seções foram condicionadas com solução de ácido fosfórico a 50% por 15 segundos (Proderma farmácia de manipulação Ltda, Piracicaba - São Paulo – Brasil), lavadas abundantemente em água destilada com pisseta, imersas em solução de NaCl a 10% por 10 minutos (Proderma farmácia de manipulação Ltda, Piracicaba - São Paulo – Brasil), e novamente limpas por ultra-som em água destilada durante 30 minutos. Em seguida, as amostras foram processadas para observação em MEV adotando exatamente o mesmo protocolo descrito no item 4.3.

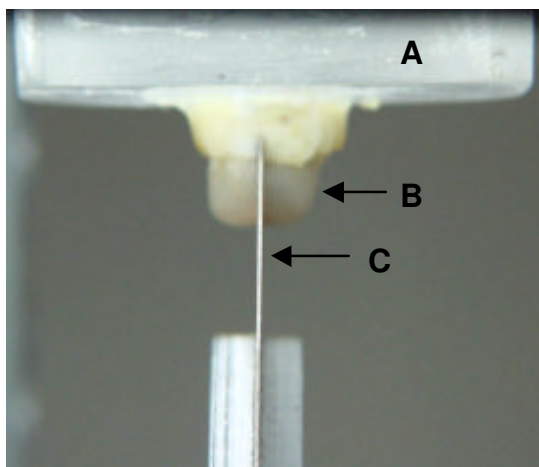


Figura 5 – Incisão perpendicular à região da interface de união resina-esmalte com a utilização de um disco dupla face de diamante. **A** - Placa de acrílico; **B** - Resina composta. **C** - Disco de diamante.

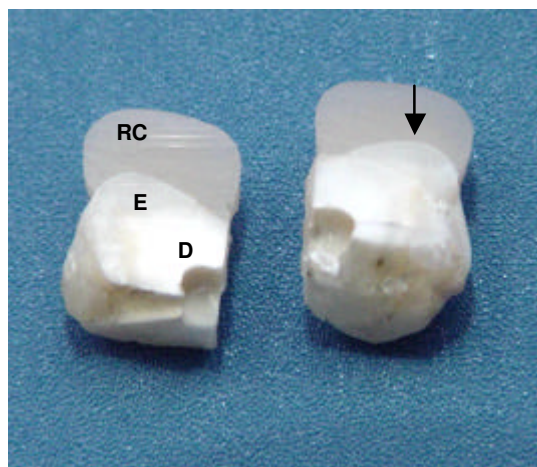


Figura 6 – Superfícies dentais utilizadas para a caracterização morfológica da interface de união resina-esmalte. **RC** - Resina composta; **E** - Esmalte; **D** - Dentina.

## **4.6 COBERTURA DOS ESPÉCIMES COM LIGA DE OURO/PALÁDIO E OBSERVAÇÃO EM MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA**

Após o processamento, conforme descrição nos itens 4.3, 4.4, 4.5, as amostras foram fixadas em suportes de alumínio (stubs) com o auxílio de uma fita dupla face de carbono (Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 – USA) e revestidos com liga de ouro/paládio usando o equipamento evaporador (Balzers SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL-9496 – Germany) através do processo de metalização utilizando uma corrente de 45mA por 90 segundos.

Em seguida, os espécimes foram observados em microscópio eletrônico de varredura (JSM – 5600 – JEOL USA, Inc., Peabody, MA 01960 - USA) a uma aceleração de voltagem de 15KV, distância de trabalho (WD – Work Distance) de 20mm e abertura das lentes objetivas (spotsizes) de 28nm.

## **4.7 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO**

### **4.7.1 Obtenção dos Espécimes**

Para a realização do ensaio de microtração foram utilizados 40 hemi-seções (20 superfícies íntegras e 20 superfícies desgastadas) separados em 4 Grupos de 10 hemi-seções (5 superfícies íntegras e 5 desgastadas). Após a aplicação e fotopolimerização dos adesivos de acordo com as recomendações dos fabricantes (Anexo 2), um bloco de compósito Filtek Z 250 (3M Dental Products, St. Paul, MN) na cor A3 foi construído sobre as superfícies tratadas em incrementos de 2 milímetros até se atingir a altura de 6 milímetros (Figura 7), sendo cada incremento fotopolimerizado (Curing Light XI 3000 – 3M/ESPE) por 20 segundos (Nakajima M *et al.*, 1995). A intensidade de luz foi monitorada por um radiômetro (Curing Radiometer Mode 100 – Demetron Research Corporation 5YE

Old Road Danbury, CT 06810-7377 – U.S.A.) e encontrava-se entre 400-450 mW/cm<sup>2</sup>. Finalizada a polimerização da última camada, procedeu-se o armazenamento das amostras em água destilada a 37°C (Estufa de Cultura – Fanem Ltda – Modelo 002 CB – SP – Brasil) por 24 horas.

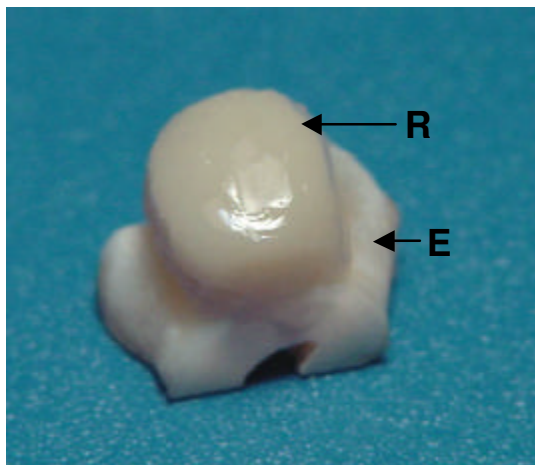


Figura 7 – Construção de um bloco de compósito com aproximadamente 6mm de altura sobre a superfície do esmalte da hemi-seção dental. R- Resina; E- Esmalte

Decorrido este período, realizou-se a fixação dos dentes com cera pegajosa (Pason – Indústria e Comércio de Materiais Odontológicos LTDA – Indústria Brasileira) em uma placa de acrílico. Esse conjunto foi levado a uma cortadeira de precisão (Isomet 1000 – Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), onde executou-se a secção dos conjuntos dente-restauração com um disco dupla-face de diamante (Extec, Enfield, CT, USA) em fatias de aproximadamente 0,8mm de espessura na direçãoocluso-cervical (Figuras 8 e 9).

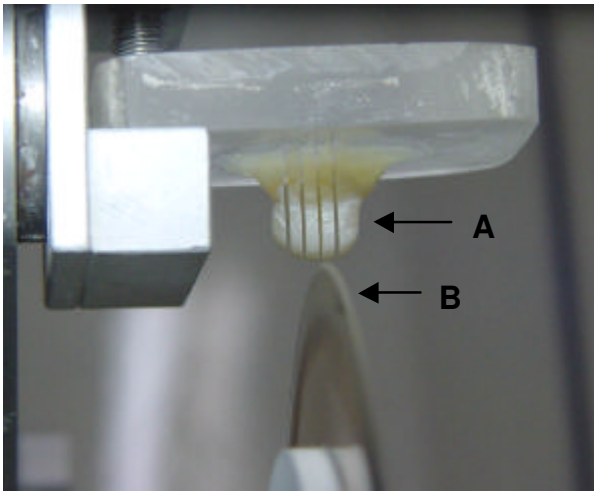


Figura 8 – Secções em série dos conjuntos dente-restauração. **A** – Amostra; **B** – Disco de diamante.

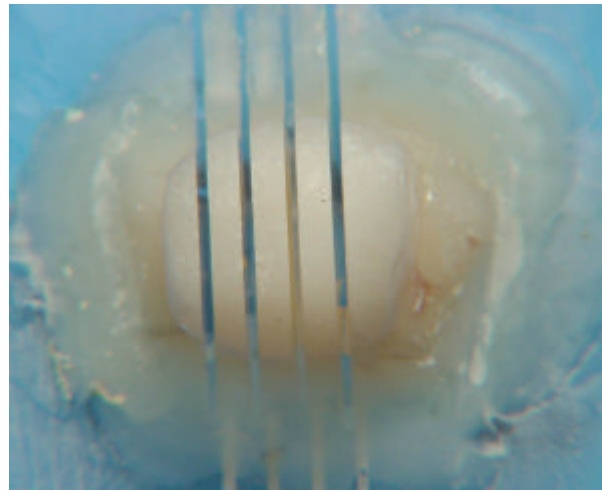


Figura 9 – Conjunto dente-restauração fatiado.

Posteriormente, os conjuntos foram removidos da placa de acrílico com o auxílio de um disco diamantado dupla face (KG Sorensen, São Paulo - SP – Brasil) em baixa rotação (Dabi-Atlante, Riberão Preto, SP, Brasil). De cada dente obteve-se 3 amostras em forma de fatia para serem avaliadas (Figura 10). Para se reduzir a área a ser submetida ao teste de microtração, removeu-se a região de interface de união resina-esmalte de ambos os lados da fatia por meio de uma ponta de diamante com granulação super fina (KG Sorensen 1122 FF) em alta rotação sob intensa irrigação ar/água. Este procedimento resultou em espécimes na forma de ampulheta com área de secção transversal medindo aproximadamente  $0,8\text{mm}^2$  (Figura 11).

A região de interface de união utilizada para o teste de microtração correspondeu ao terço médio da região central das superfícies íntegras e desgastadas de esmalte, minimizando, desta forma, os efeitos das variações morfológicas regionais dos prismas de esmalte sobre os valores de resistência de união (Carvalho *et al.*, 2000; Shimada & Tagami *et al.*, 2003).

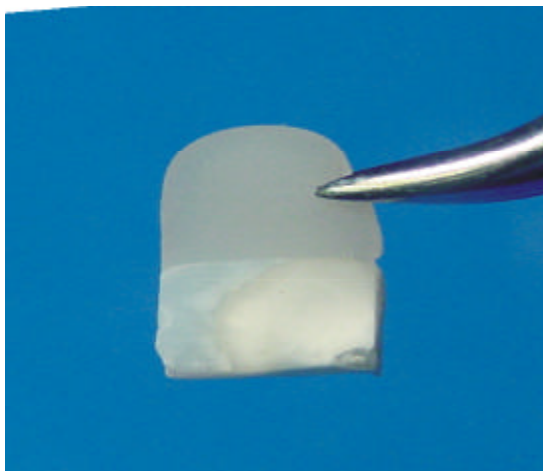


Figura 10 - Fatia obtida da secção do dente

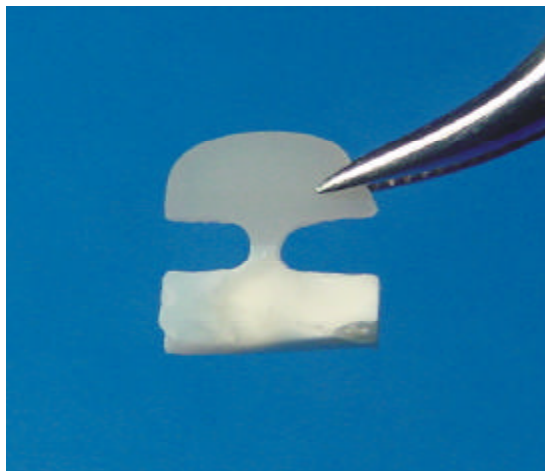


Figura 11 - Espécime em forma de ampulheta

#### 4.7.2 Teste de Microtração Sobre a União ao Esmalte

Após a obtenção dos espécimes em formato de ampulheta, procedeu-se a imersão em água destilada até o momento de serem submetidos ao teste de microtração. Com o auxílio de uma cola a base de cianoacrilato (Super Bond Gel – Locite Brasil Ltda.) e de uma substância aceleradora de presa (Zapit D.V.A., Corona, CA, USA), os espécimes foram fixados aos *grips* do dispositivo de microtração (Figura 12). Este dispositivo foi acoplado a uma máquina universal de ensaio (Instron 4411, Corona, CA, USA) utilizando uma célula de carga de 50N (Static Load Cell – Instron).





Figura 12 – Dispositivo de microtração

O ensaio de tração foi conduzido à velocidade de 0,5mm/min até a ruptura do espécime (Figuras 13 e 14), obtendo-se valores de resistência de união em quilogramas-força. A conversão dos valores em Mega Pascals foi realizada após a mensuração da área de secção transversal dos espécimes com um paquímetro digital eletrônico (Starrett 727 – Starrett Indústria e Comércio LTDA – Itu – SP - Brasil) de acordo com a seguinte fórmula:

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

Os resultados obtidos foram submetidos à Análise de Variância com 2 critérios considerando os fatores esmalte em dois níveis (íntegro e desgastado) e sistemas de união em quatro níveis (SB, PLP, AD e SE). Para se averiguar diferenças estatísticas entre as médias dos valores de resistência à tração foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de significância de 0,05%.

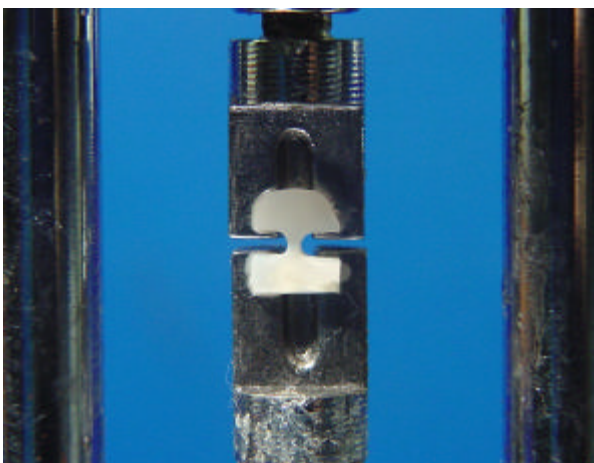


Figura 13 – Espécime fixado com Super Bonder Gel ao dispositivo de microtração

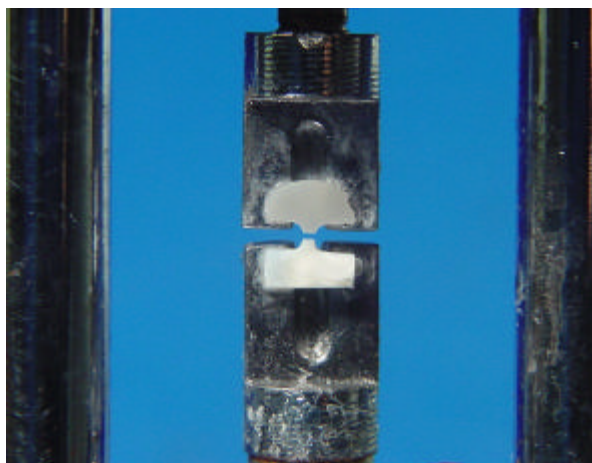


Figura 14 – Espécime fraturado após o teste de microtração.

A representação esquemática de toda seqüência técnica utilizada para a realização do ensaio de microtração se encontra na Figura 15.

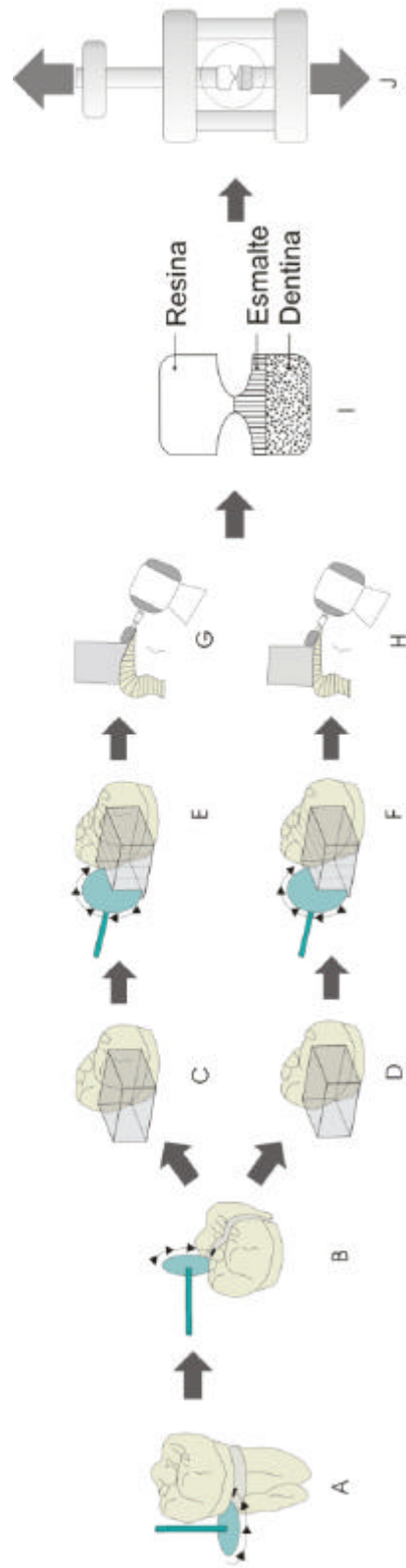


Figura 15 - Remoção da porção radicular do dente (A); secção no sentido méso-distal da coroa (B); construção de um bloco de compósito sobre a superfície do esmalte íntegro (C) e desgastado (D); secções em série dos conjuntos dente-restauração (E,F); redução da área de interface de união com a utilização de ponta de diamante (G,H); espécime em forma de ampulheta (I); dispositivo utilizado para a realização do ensaio de microtração (J).

#### **4.8 PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA A ANÁLISE DO PADRÃO DE FRATURA**

Após a realização do ensaio de microtração, as duas partes de cada espécime fraturado foram armazenados em *eppendorfs* (Multi-vials, Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 – USA) contendo solução fisiológica (Cloreto de Sódio 0,9%) por um período não superior a 24 horas. Em seguida, foram fixadas em “stubs” de alumínio com o auxílio de fita dupla face de carbono (Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 – USA) e desumidificados por 2 horas no interior de um recipiente plástico fechado contendo sílica gel previamente desidratada em estufa (Fanem – Estufa de Secagem e Esterilização – Modelo 315 SE – SP – Brasil) a 40°C por 6 horas. Em seguida, todos os espécimes receberam cobertura de ouro/paládio (Balzers, modelo SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL-9496 – Germany) e foram observados em microscópio eletrônico de varredura (JEOL-5600 LV, Japão) a uma aceleração de voltagem de 15 KV, WD=30mm e spotsize 28nm.

Os padrões de fratura foram classificados de acordo com as seguintes categorias: Tipo I- falha adesiva; Tipo II- fratura coesiva no esmalte; Tipo III- fratura coesiva em resina; Tipo IV- fratura mista – coesiva no esmalte e coesiva no adesivo.

## **5 RESULTADOS**

### **5.1 CARACTERIZAÇÃO MICRO-MORFOLÓGICA DO PADRÃO DE CONDICIONAMENTO E DA INTERFACE DE UNIÃO RESINA-ESMALTE**

O aspecto morfológico da superfície do esmalte íntegro e desgastado ficou caracterizado nas fotomicrografias mostradas nas Figuras 16a, b, c, enquanto que, as alterações morfológicas produzidas nas superfícies do esmalte após tratamento com ácido fosfórico (Grupo 1) e sistemas autocondicionantes (Grupos 2, 3 e 4) estão dispostas nas Figuras 17a,b,c; 18a,b,c; 19a,b,c; 20a,b,c; 21a,b,c; 22a,b,c.; 23a,b,c e 24a,b,c.

A superfície do esmalte íntegro antes do condicionamento se apresentou com finas ranhuras e sulcos rasos em toda extensão da estrutura (Figura 16a). O desgaste da superfície do esmalte produziu a formação de uma camada de resíduos de esmalte cortado (Figura 16b). Quando a superfície desgastada foi submetida à limpeza com água em ultra-som, as irregularidades da superfície do esmalte ficaram realçadas e caracterizadas por ranhuras e sulcos profundos provenientes do corte criado pelas lixas d'água (Figura 16c).

O condicionamento da superfície do esmalte íntegro ou desgastado, com o ácido fosfórico na concentração de 35%, produziu alteração morfológica caracterizada pela dissolução preferencial das bordas dos prismas de esmalte (Figura 17a) ou da região central, deixando as bordas relativamente íntegras (Figura 18a). Uma combinação das duas formas de dissolução pôde ser observada na Figura 17b, representada pela formação de prolongamentos resinosos criados com a penetração do agente adesivo no interior do esmalte condicionado. A Figura 18b otimizou o padrão de dissolução do centro dos prismas de esmalte, onde ficou evidente a aparência porosa e em profundidade no interior da região periférica dos prismas de esmalte. A interface entre a resina e o esmalte íntegro e desgastado ficou caracterizada pela penetração da resina na área condicionada pelo ácido fosfórico, que após polimerização formou uma zona

híbrida no esmalte medindo aproximadamente 10µm de espessura conforme mostrado nas Figuras 17c e 18c, respectivamente. A difusão do monômero predominou no interior da região interprismática dissolvida. Apesar disto, o núcleo ou a periferia dissolvidos dos prismas de esmalte foram completamente envolvidos pela resina. Não houve diferenças morfológicas significativas entre o esmalte íntegro e desgastado.

Quando o sistema autocondicionante SE (Grupo 2) foi usado, a superfície do esmalte íntegro apresentou-se com leves depressões que revelaram partes desmineralizadas da porção central dos prismas (Figura 19a). A superfície do esmalte desgastado exibiu desmineralização levemente maior com a presença de regiões do centro dos prismas sem sofrer o condicionamento pelo monômero ácido (Figura 20a). Embora o Clearfil SE *Primer* não tenha criado um padrão de condicionamento evidente como àquele produzido pelo ácido fosfórico (Figura 17a, 18a), notou-se na Figura 19b que houve a penetração dos monômeros resinosos na superfície tratada, o que tornou mais patente a dissolução preferencial do centro do prisma de esmalte. A figura 20b revelou a formação de prolongamentos de resina correspondentes a região periférica dos prismas de esmalte demonstrando um padrão de desmineralização semelhante ao Tipo 2 (dissolução preferencial da região periférica dos prismas de esmalte), mas de forma bem suave. Na região de interface esmalte-resina (Figuras 19c e 20c), foi observado a penetração da resina formando uma camada híbrida fina com prolongamentos extremamente curtos e não muito bem definidos como aqueles produzidos na interface do esmalte condicionado pelo ácido fosfórico (Figura 18c).

As alterações morfológicas produzidas nos Grupos 3 (PLP) e 4 (AD) apresentaram características semelhantes. Nítidas porosidades foram observadas em toda superfície do esmalte íntegro, com dissolução preferencial da região periférica dos prismas de esmalte (Figuras 21a e 23a). Nas superfícies do esmalte desgastado, o grau de desmineralização foi maior e mais nítido em toda extensão das superfícies (Figura 22a e 24a), sendo comparável àquele obtido com o ácido fosfórico (Figura 17a e 18a). O nível de alteração morfológica produzido com aplicação destes sistemas ficou evidenciado pela penetração da resina na região

tratada, formando prolongamentos homogêneos em toda extensão da superfície com a característica do padrão de condicionamento tipo 2 (Figuras 21b, 22b, 23b e 24b). A zona de interface de união esmalte-resina, também mostrou a difusão da resina na região interprismática formando prolongamentos e envolvendo o centro dos prismas de esmalte (Figuras 21c, 22c, 23c e 24c). O processo foi mais uniforme na superfície do esmalte desgastado (Figura 22c e 24c).

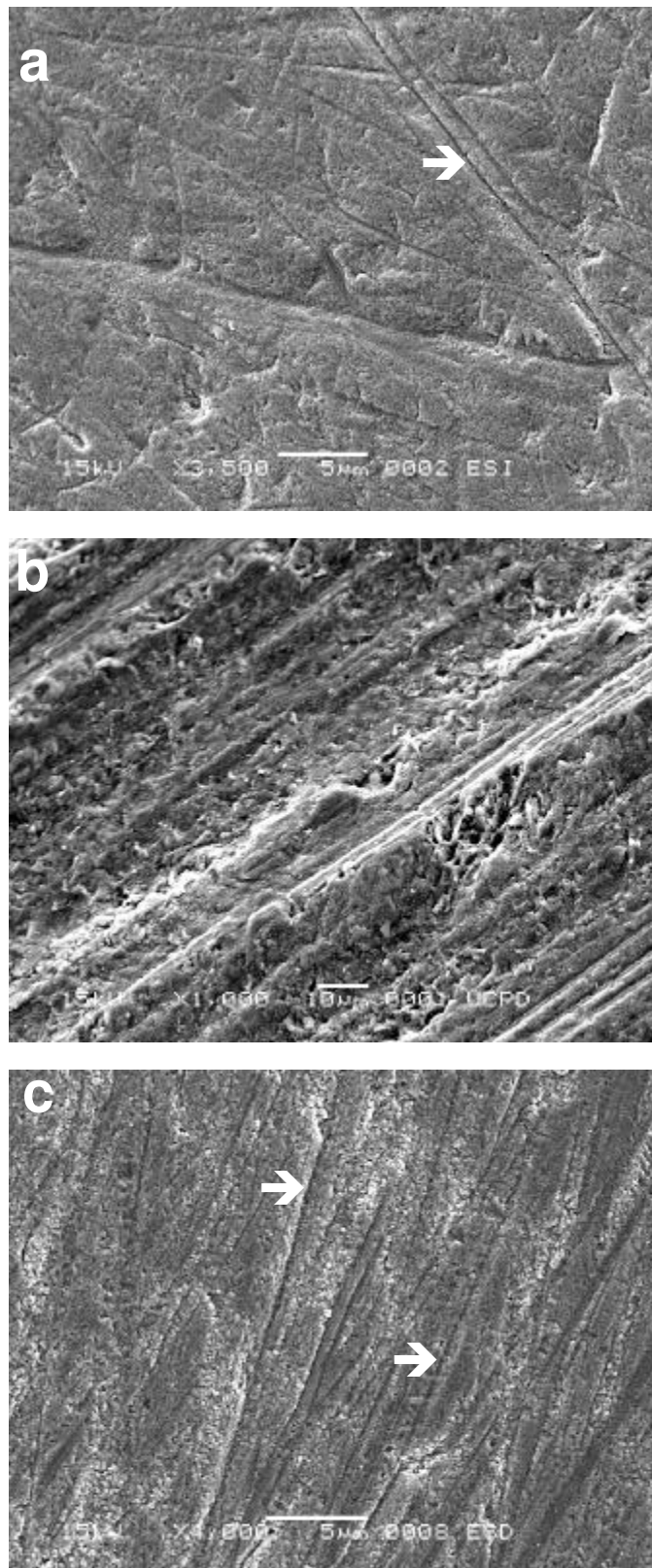


Figura 16 – a) Fotografia em MEV da superfície do esmalte íntegro polido com escova associada à solução de pedra pomes e água. Suaves ranhuras e sulcos podem ser observados em toda a superfície (→). b) Camada de esfregação (resíduos) formada em toda a superfície do esmalte desgastada. c) Superfície do esmalte desgastado após limpeza em água sob ultra-som. Sulcos e ranhuras criados durante o desgaste e realçados após a limpeza (→).



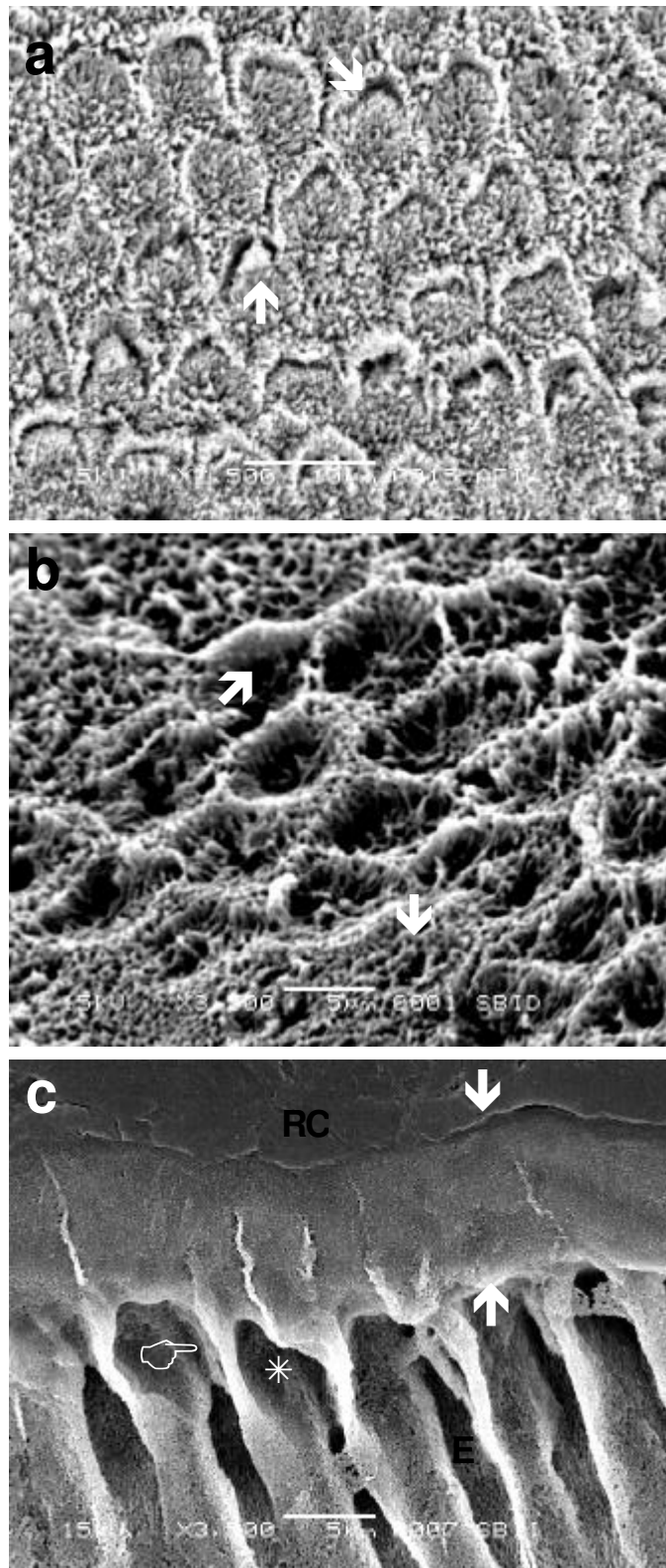


Figura 17- Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte íntegro condicionada com ácido fosfórico 35%. a) Dissolução preferencial das bordas dos prismas de esmalte (↘) permanecendo menos desmineralizada a porção central (↗), caracterizando o padrão de condicionamento tipo II. Microporosidades podem ser observadas em toda a extensão da superfície. b) Réplica em resina após a completa desmineralização do esmalte pelo HCL mostrando a diferenciação dos padrões de condicionamento tipo I (↗) e II (↘) pela penetração do agente adesivo no interior do esmalte condicionado. c) Interface entre a resina e o esmalte íntegro mostrando a camada híbrida (entre setas). Núcleo (\*) e periferia (○) dos prismas de esmalte dissolvidos se apresentam completamente preenchidos pela resina. RC- Resina Composta; E- Esmalte.

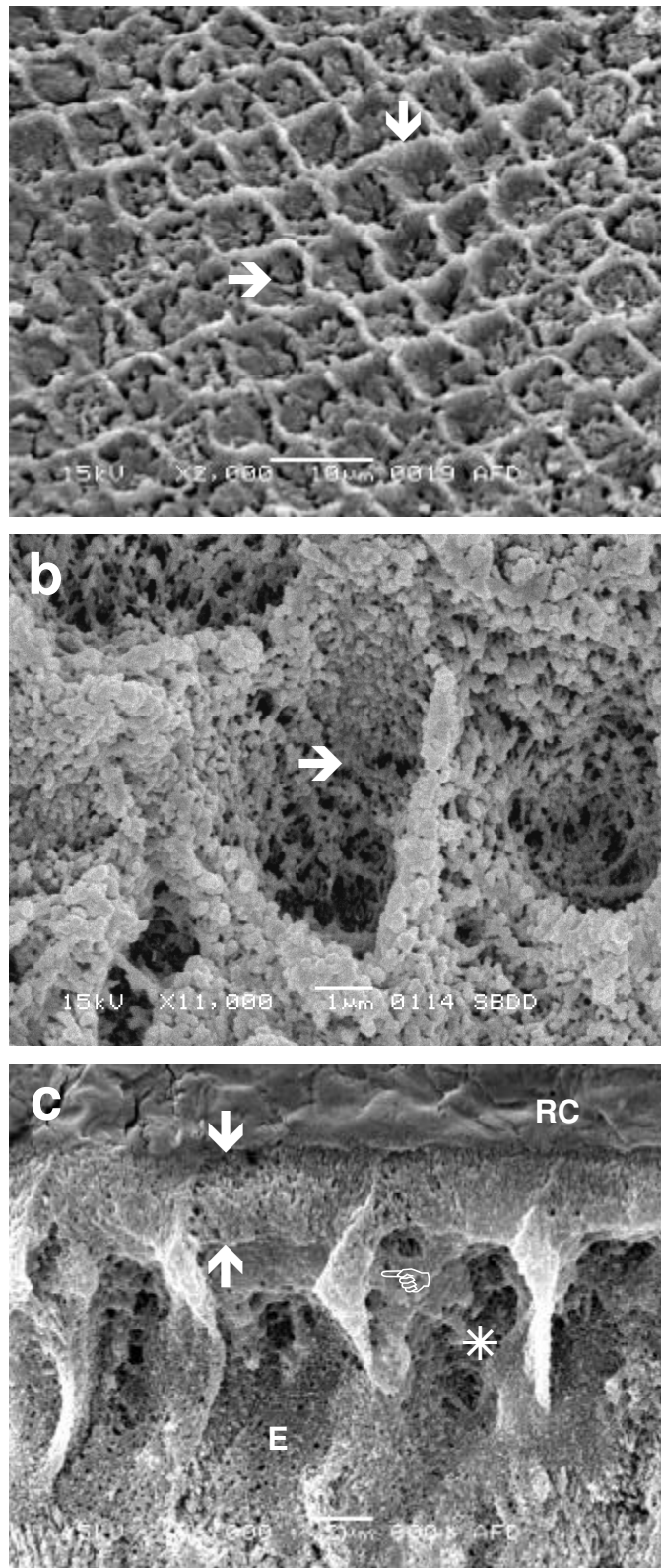


Figura 18 - Fotografia em MEV mostrando a superfície desgastada do esmalte condicionado com ácido fosfórico 35%. a) Dissolução preferencial da região central dos prismas de esmalte (→) permanecendo as bordas menos desmineralizadas (↓). Microporosidades estão presentes em toda a superfície condicionada. b) Réplica em resina após a completa desmineralização do esmalte pelo HCL demonstrando a aparência porosa e profunda provocada pela desmineralização da região periférica dos prismas de esmalte (→), e tornando ainda mais evidente as microporosidades produzidas em toda a superfície. c) Interface entre a resina e o esmalte desgastado mostrando a camada híbrida (entre setas). Núcleo (\*) e periferia (∩) dos prismas de esmalte dissolvidos se apresentam completamente envolvidos pela resina. RC- Resina Composta; E- Esmalte.

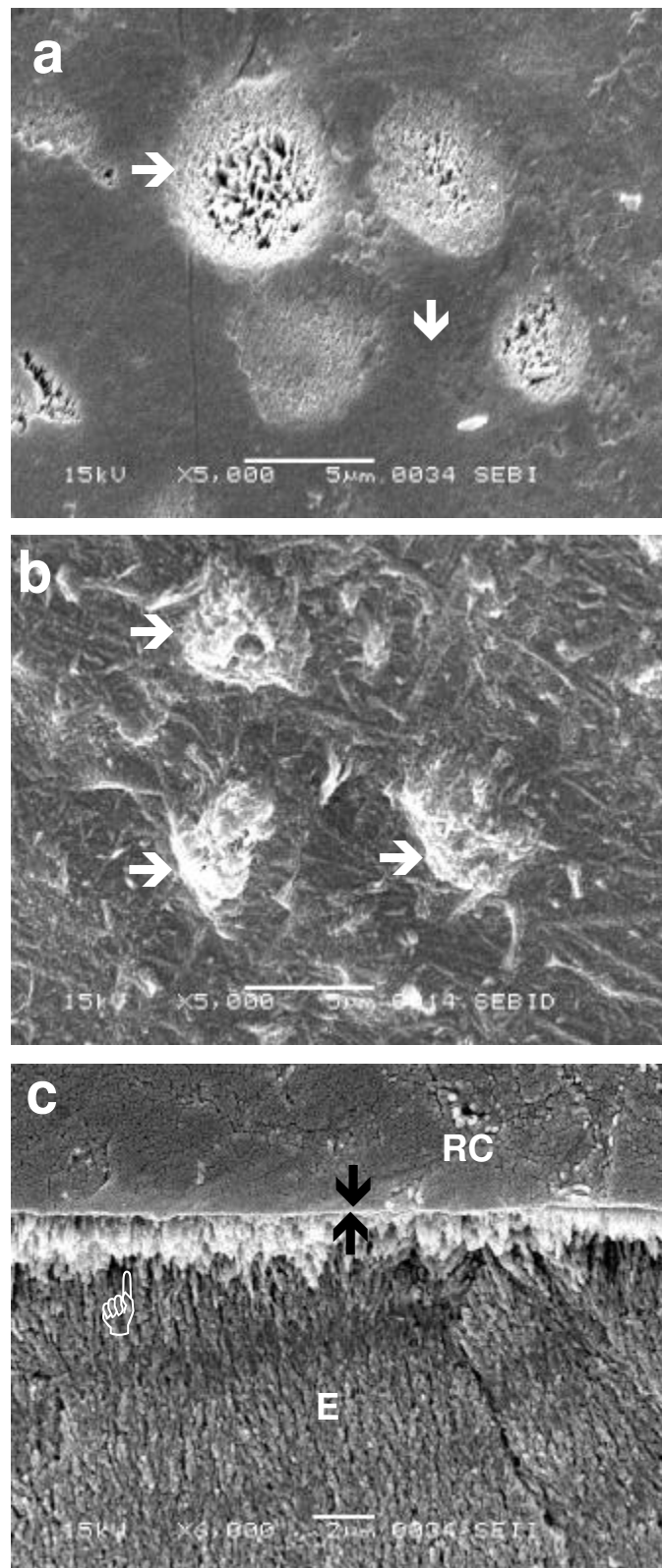


Figura 19 - Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte íntegro condicionada com o sistema Clearfil SE Bond. a) As leves depressões revelam partes desmineralizadas da porção central dos prismas de esmalte (→), havendo também a presença de áreas não condicionadas (↯). b) Réplica em resina após a completa desmineralização do esmalte pelo HCL mostrando a penetração do monômero na região correspondente ao centro dos prismas de esmalte (→). c) Região de interface entre a resina e o esmalte íntegro evidenciando a penetração da resina com a formação de uma camada híbrida extremamente fina (entre setas) e com prolongamentos curtos e não muito bem definidos (↯). RC- Resina Composta; E- Esmalte.

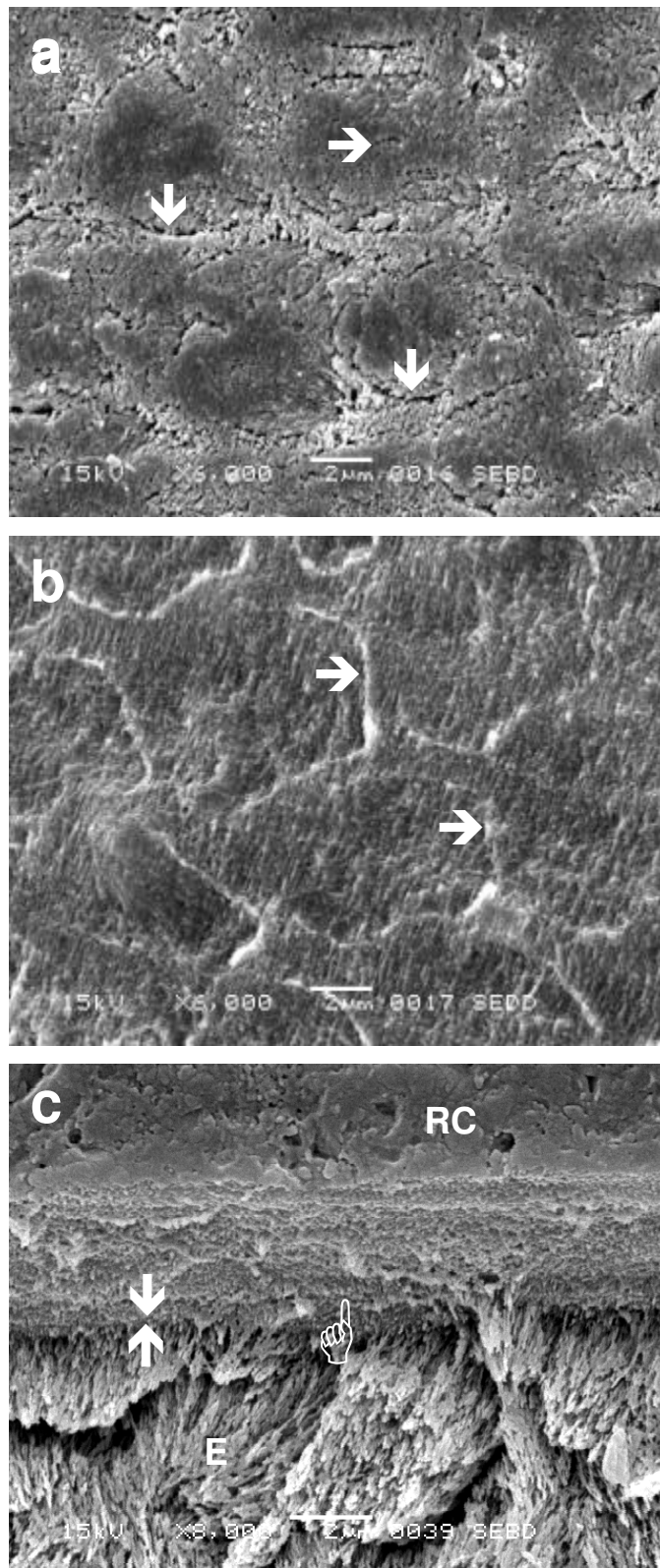


Figura 20 – Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte desgastada e condicionada com o sistema Clearfil SE Bond. a) Desmineralização discreta da região periférica dos prismas de esmalte (↓), enquanto a porção central não foi atacada pelo monômero ácido (→). b) Réplica em resina após a completa desmineralização do esmalte pelo HCL mostrando a penetração do monômero na superfície tratada apresentando um padrão de desmineralização semelhante ao Tipo II, em que o monômero penetra em maior profundidade na região periférica desmineralizada dos prismas de esmalte (→). c) Região de interface entre a resina e o esmalte desgastado evidenciando uma camada híbrida fina formada pela penetração da resina (entre setas), além de prolongamentos resinosos extremamente curtos (☞). RC- Resina Composta; E- Esmalte.

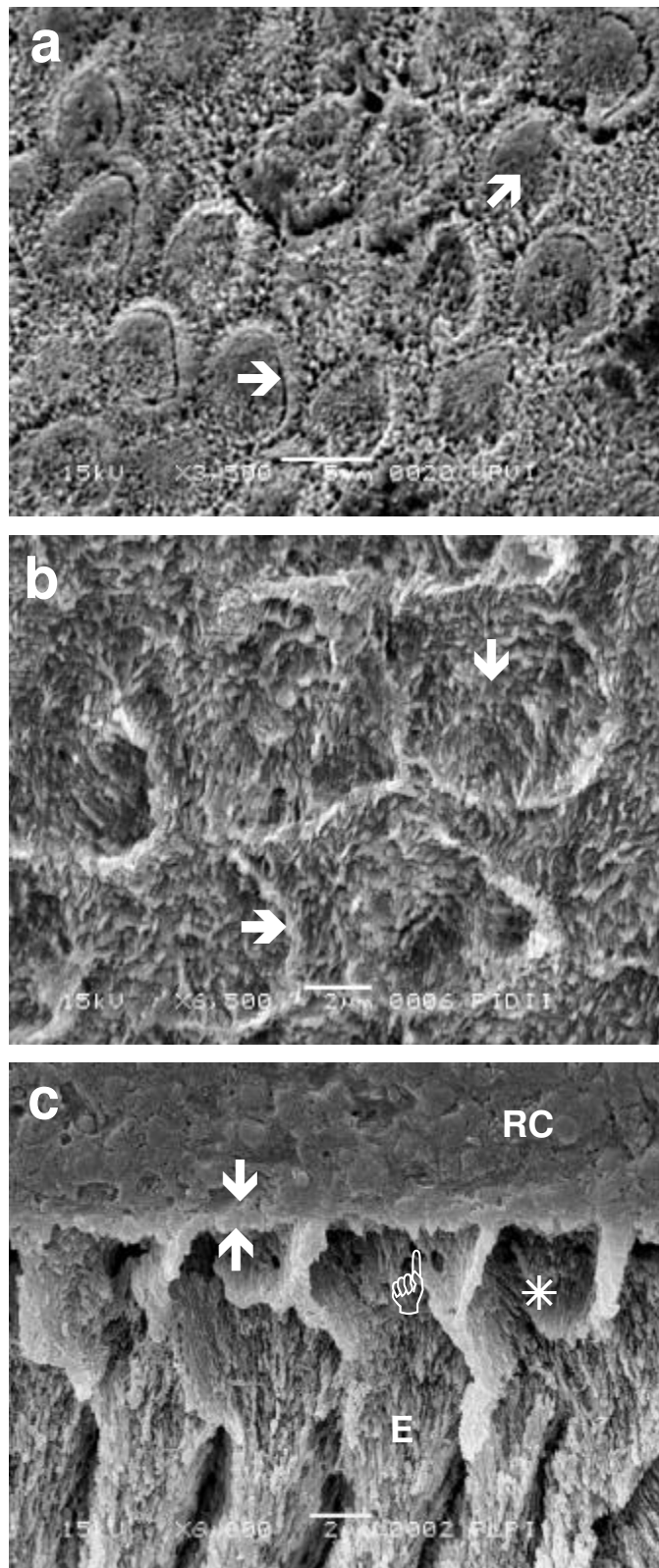


Figura 21 – Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte íntegro condicionada com o sistema Prompt L-Pop. a) Dissolução preferencial da região periférica dos prismas de esmalte (→) e a porção central menos desmineralizada (↗). Nítidas porosidades são observadas em toda a superfície. b) Réplica em resina após a completa desmineralização do esmalte pelo HCL evidenciando a penetração da resina na porção central (↓) e periférica (→) dos prismas formando prolongamentos homogêneos em toda a extensão da superfície com característica do padrão de condicionamento tipo II. c) Interface entre resina e esmalte íntegro em que ocorreu a difusão da resina na região interprismática formando prolongamentos (☞) e envolvendo o centro dos prismas de esmalte (\*), caracterizando uma zona híbrida contínua (entre setas). RC- Resina Composta; E- Esmalte.



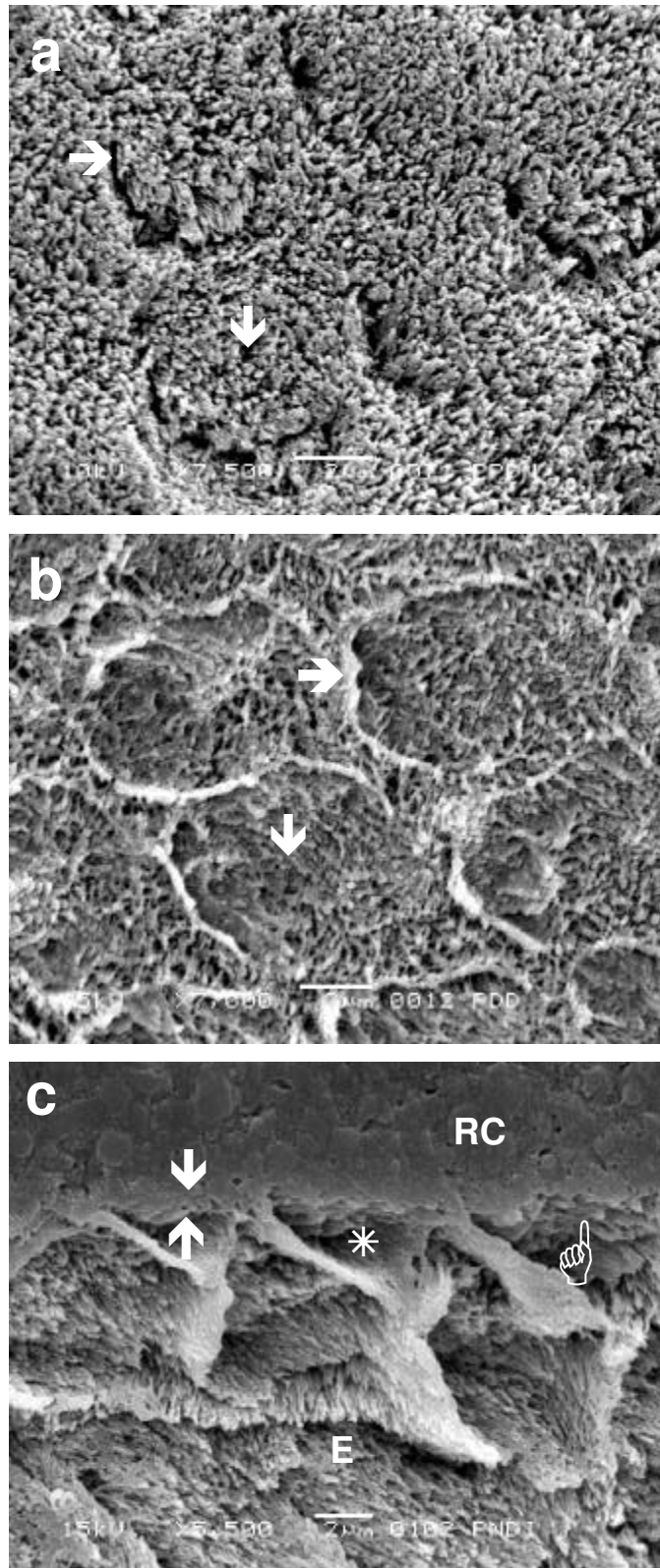


Figura 22 – Fotografia em MEV mostrando a superfície desgastada do esmalte e condicionada com o sistema Prompt L-Pop. a) Dissolução preferencial da região periférica dos prismas de esmalte (→) e a presença de microporosidades na região central (↓). b) Réplica em resina após a completa desmineralização do esmalte pelo HCL evidenciando a penetração da resina na porção central (↓) e periférica (→) dos prismas formando prolongamentos homogêneos em toda a extensão da superfície com característica do padrão de condicionamento tipo II. c) Interface entre resina e o esmalte desgastado em que ocorreu a difusão da resina na região interprismática formando prolongamentos (☞) e envolvendo o centro dos prismas de esmalte (\*), caracterizando uma zona híbrida contínua e uniforme (entre setas). RC- Resina Composta; E- Esmalte.

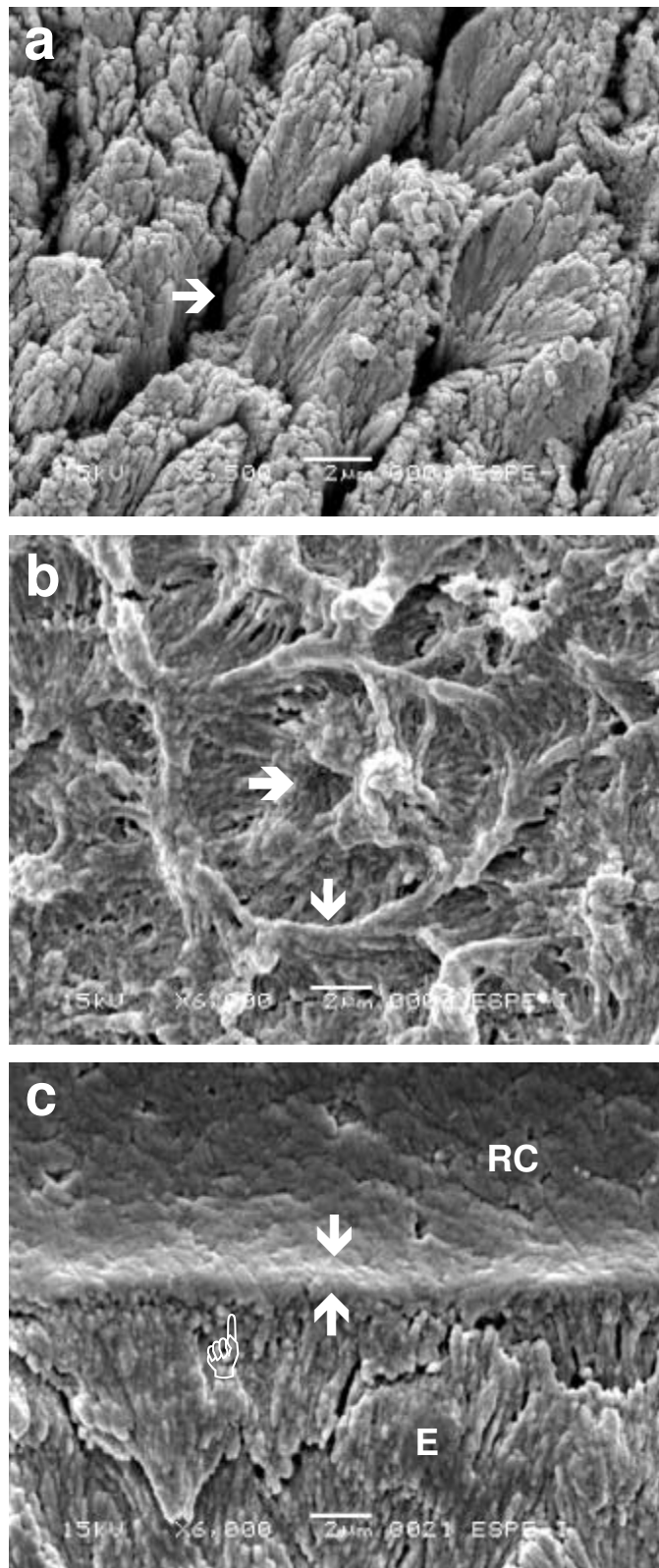


Figura 23 – Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte íntegro condicionada com o sistema Adper Prompt. a) Presença de microporosidades em toda a extensão da superfície com dissolução preferencial da região periférica dos prismas de esmalte (→). b) Réplica em resina após a completa desmineralização do esmalte pelo HCL evidenciando a penetração da resina na porção central (→) e periférica (↓) dos prismas formando prolongamentos homogêneos em toda a extensão da superfície com característica do padrão de condicionamento tipo II. c) Interface entre resina e o esmalte íntegro em que ocorreu a difusão da resina na região interprismática formando prolongamentos (☞) e caracterizando uma zona híbrida contínua e uniforme (entre setas). **RC**-Resina Composta; **E**- Esmalte.

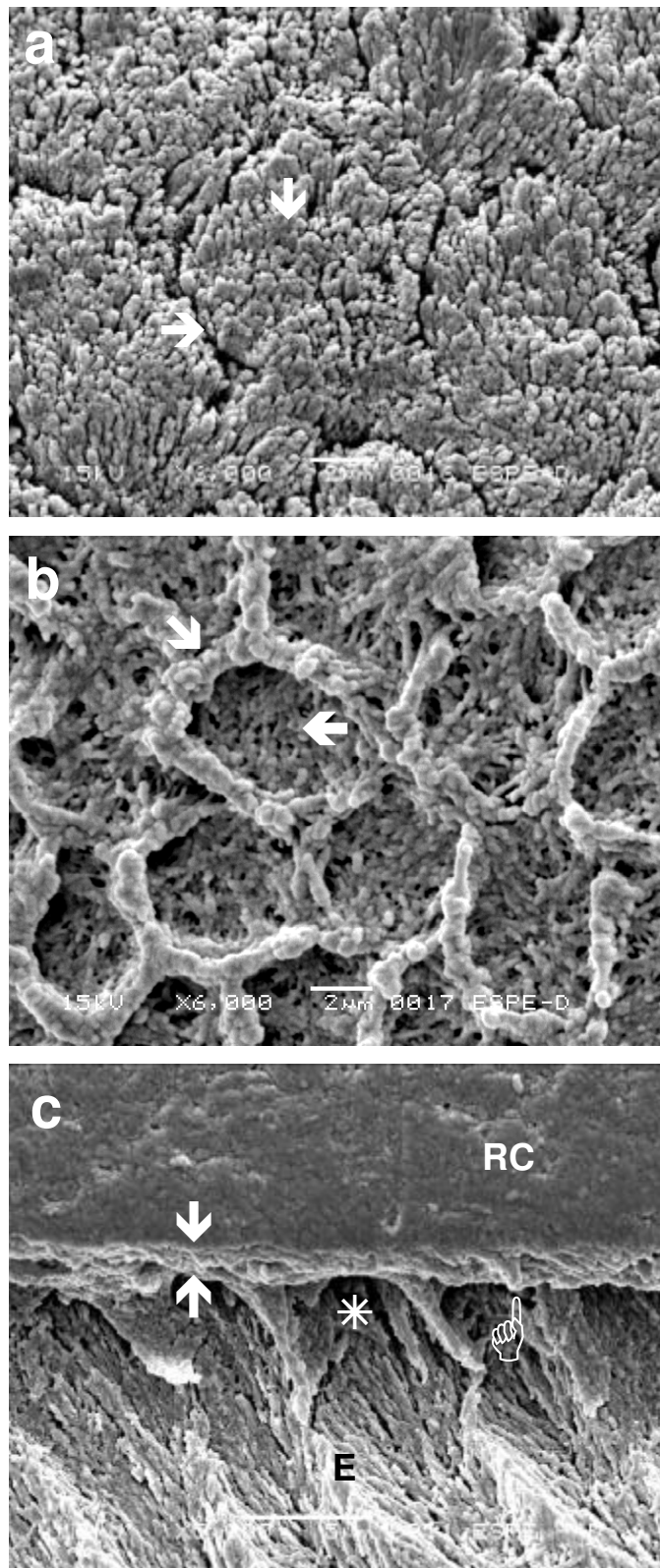


Figura 24 – Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte desgastada e condicionada com o sistema Adper Prompt. a) Dissolução preferencial da região periférica dos prismas de esmalte (→) e a presença de microporosidades na região central (↓). b) Réplica em resina após a completa desmineralização do esmalte pelo HCL evidenciando a penetração da resina na porção central (←) e periférica (→) dos prismas formando prolongamentos homogêneos em toda a extensão da superfície com característica do padrão de condicionamento tipo II. c) Interface entre resina e o esmalte desgastado em que ocorreu a difusão da resina na região interprismática formando prolongamentos (☞) e envolvendo o centro dos prismas de esmalte (\*), caracterizando uma zona híbrida contínua e uniforme (entre setas). **RC**- Resina Composta; **E**- Esmalte.



## 5.2 TESTE DE MICROTRAÇÃO

Os valores médios de resistência de união à tração incluindo o desvio padrão dos quatro sistemas de união empregados e as duas condições de esmalte (íntegro e desgastado) estão representados na Tabela 2. Diferenças estatísticas foram averiguadas com a aplicação do teste de Tukey ao nível de significância de 5%. (Informações estatísticas complementares - Anexo 3)

Tabela 2  
Valores de microtração (MPa) para esmalte íntegro e desgastado  
(médias  $\pm$  desvio padrão)

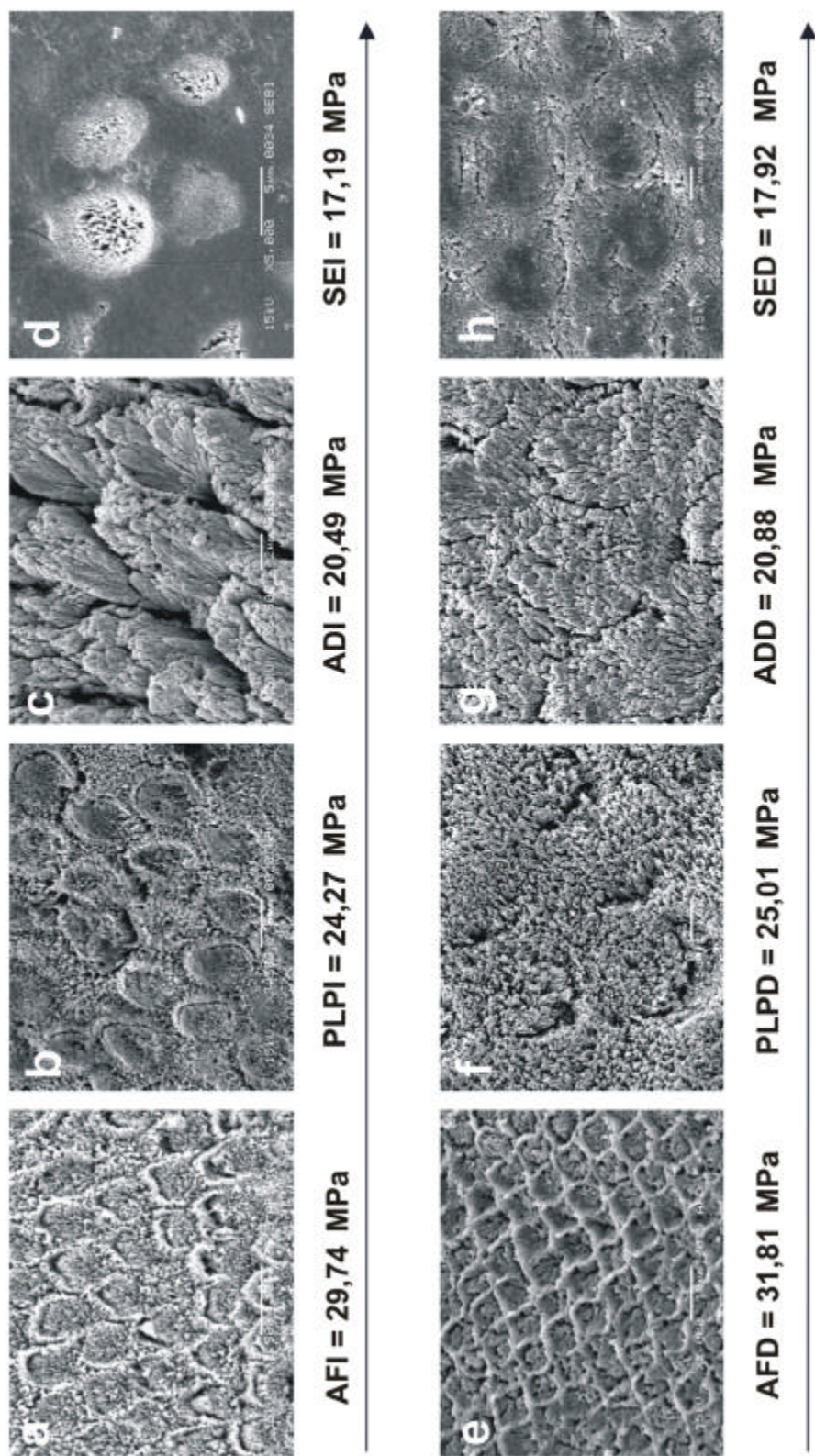
Esmalte	Materiais			
	SB	PLP	AD	SE
<b>Íntegro</b>	29,74 $\pm$ 7,67 Aa	24,27 $\pm$ 5,15 Ab	20,49 $\pm$ 5,72 Abc	17,19 $\pm$ 5,03 Ac
<b>Desgastado</b>	31,81 $\pm$ 6,65 Aa	25,01 $\pm$ 5,16 Ab	20,88 $\pm$ 5,54 Ac	17,92 $\pm$ 3,09 Ac

Letras maiúsculas diferentes representam diferenças estatísticas entre colunas;  
Letras minúsculas diferentes representam diferenças estatísticas entre linhas para  $p < 0,05$  (teste de Tukey)

O sistema de união SB apresentou valores médios de resistência de união à tração estatisticamente superior aos demais sistemas, independente da condição do esmalte. Dentre os sistemas autocondicionantes, as maiores médias de resistência à tração foram alcançadas com a aplicação do sistema de união PLP, seguido pelos sistemas AD e SE, que não foram estatisticamente diferentes entre si nas duas condições do esmalte. No esmalte íntegro não foi constatada diferença estatística significativa entre os valores médios de resistência de união à tração para os sistemas autocondicionantes AD e PLP, entretanto, o mesmo não ocorreu com a aplicação destes sistemas sobre esmalte desgastado. As condições íntegra e desgastada do esmalte não estabeleceram diferenças estatísticas com a aplicação do mesmo sistema de união.

A análise conjunta das alterações morfológicas produzidas no esmalte e os resultados do teste de microtração para os quatro sistemas de união

empregados constatou correspondência entre o nível de alteração morfológica do esmalte e os valores de resistência de união nas condições do tecido íntegro e desgastado (Figura 25).



**Figura 25** – O conjunto de fotografias em MEV mostra decréscimo nos valores de resistência de união à medida em que foi reduzido o nível de alteração morfológica do esmalte quando aplicados o Ácido fosfórico, Prompt L-Pop, Adper Prompt e Clearfil Se Bond, respectivamente, no esmalte íntegro (**a, b, c, d**) e desgastado (**e, f, g, h**).

### 5.3 ANÁLISE DO PADRÃO DE FRATURA

A Figura 26 representa uma ilustração gráfica da distribuição percentual dos padrões de fratura observados em cada grupo (SB, PLP, AD e SE) nas condições de esmalte íntegro (I) e desgastado (D). O sistema de condicionamento ácido total (SB) apresentou maior incidência do padrão de fratura tipo IV nas duas condições do esmalte (Figuras 27 e 28), ao passo que para os sistemas autocondicionantes (PLP, AD e SE), houve um predomínio do padrão de fratura tipo III (Figuras 29, 30, 31, 32, 33 e 34). Uma baixa porcentagem do padrão de fratura tipo II foi encontrado com a aplicação do sistema PLP no esmalte D, e nas duas condições de esmalte para o sistema SB. O padrão de fratura tipo I não foi observado em nenhuma das situações estudadas.

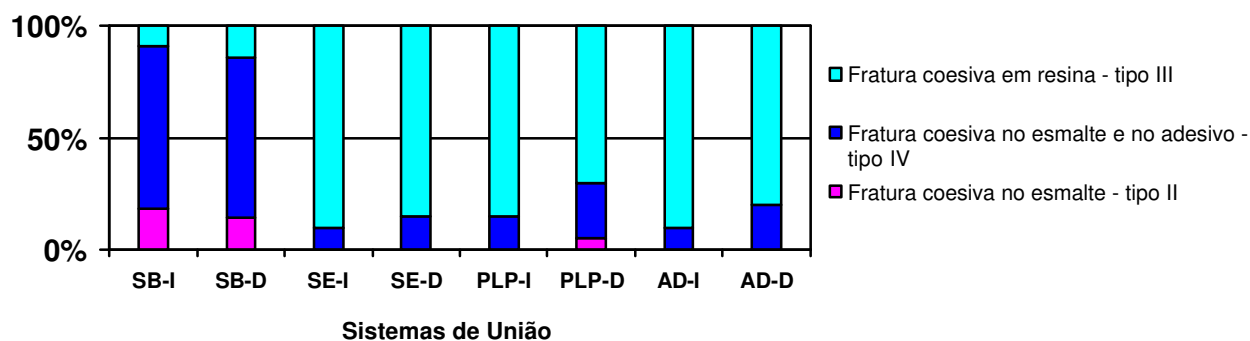


Figura 26 - Ilustração gráfica da distribuição dos padrões de fratura (%)

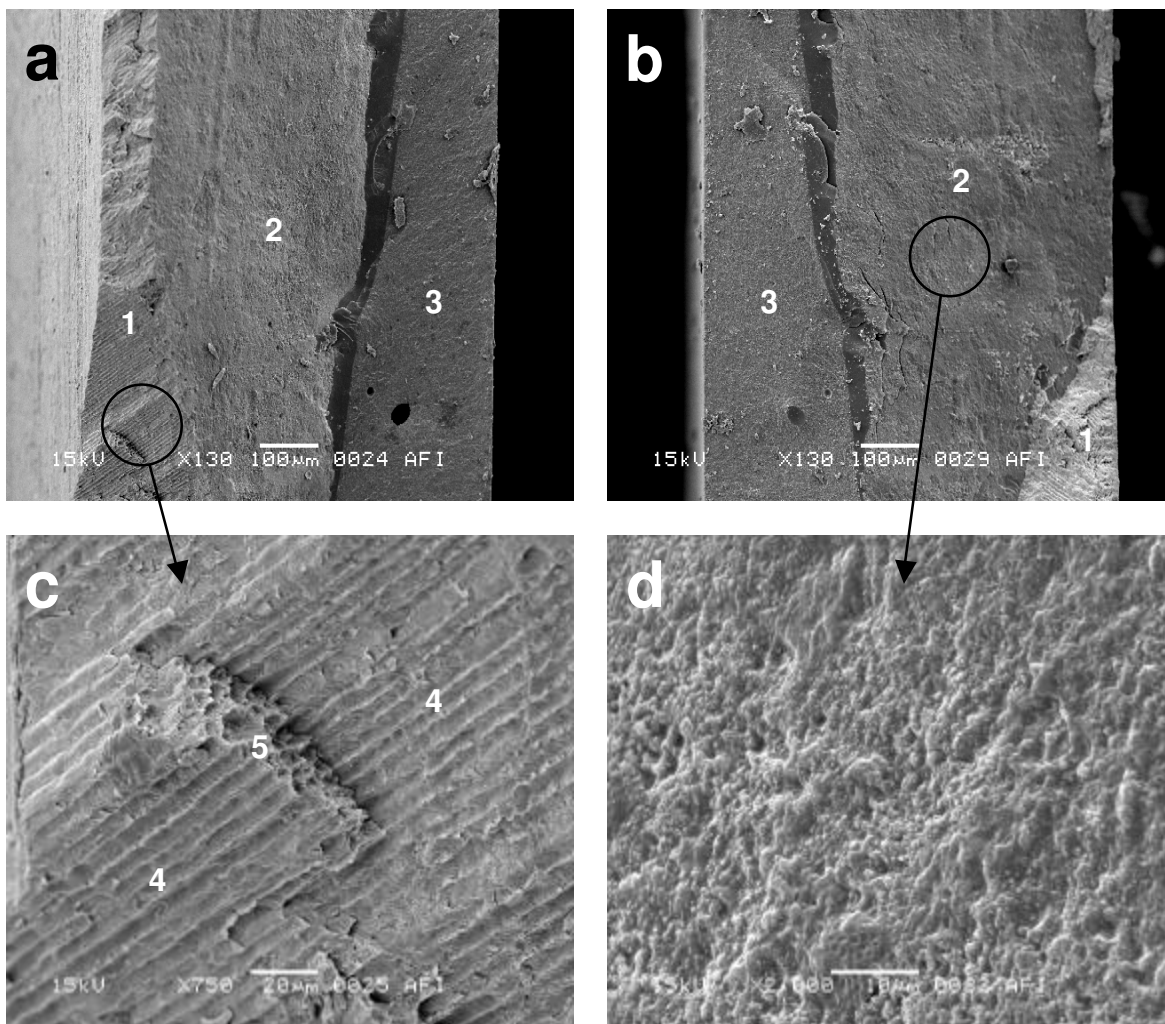


Figura 27 – Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo IV obtido após o teste de microtração do esmalte íntegro e restaurado com o sistema de união SB. **a** e **b**) ambos os lados do espécime fraturado. **1** – esmalte; **2** – adesivo; **3** – resina composta. **c**) exposição dos prismas de esmalte. **4** – aspecto longitudinal; **5** – aspecto transversal. **d**) aparência irregular da superfície do adesivo após fratura coesiva.



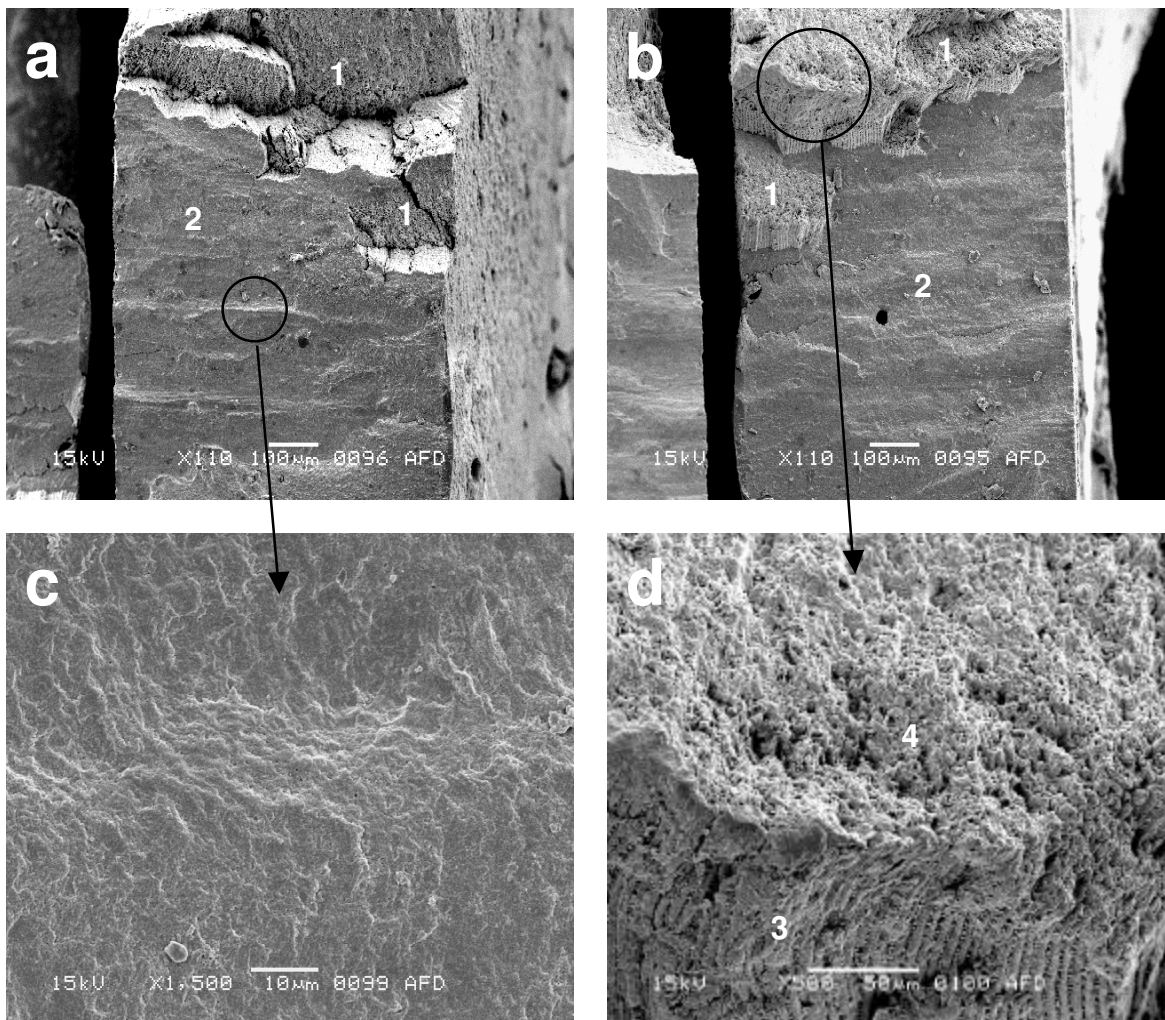


Figura 28 – Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo IV obtido após o ensaio de microtração do esmalte desgastado e restaurado com o sistema de união SB. **a** e **b**) ambos os lados do espécime fraturado. **1** – esmalte; **2** – adesivo. **c**) superfície irregular do adesivo após fratura coesiva. **d**) exposição dos prismas de esmalte. **3** – aspecto longitudinal; **4** - aspecto transversal.

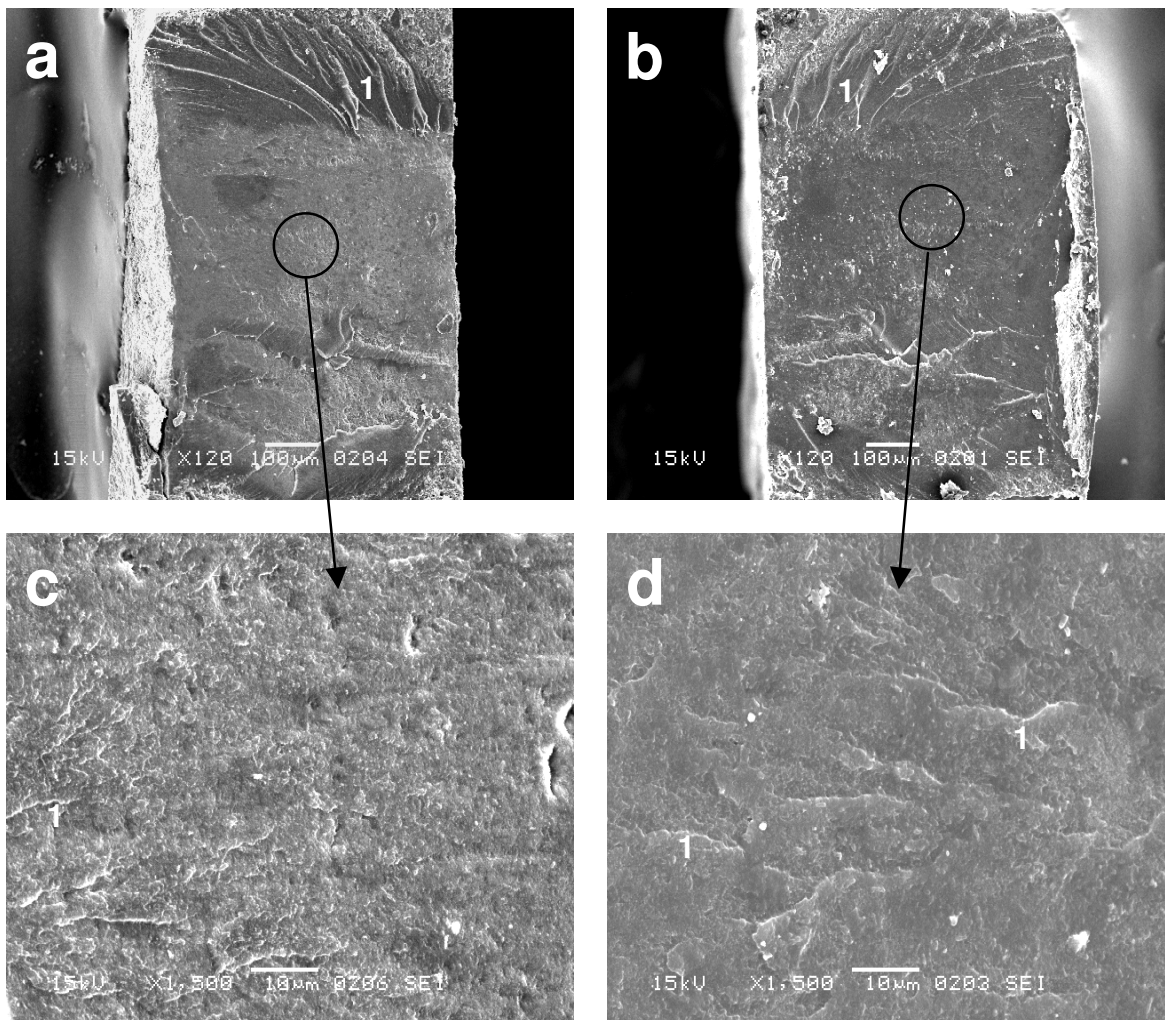


Figura 29 – Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo III obtido após o ensaio de microtração do esmalte íntegro e restaurado com o sistema de união autocondicionante SE. **a** e **b**) ambos os lados do espécime fraturado. **c** e **d**) superfície do adesivo após fratura coesiva. 1 – presença de estrias no adesivo.

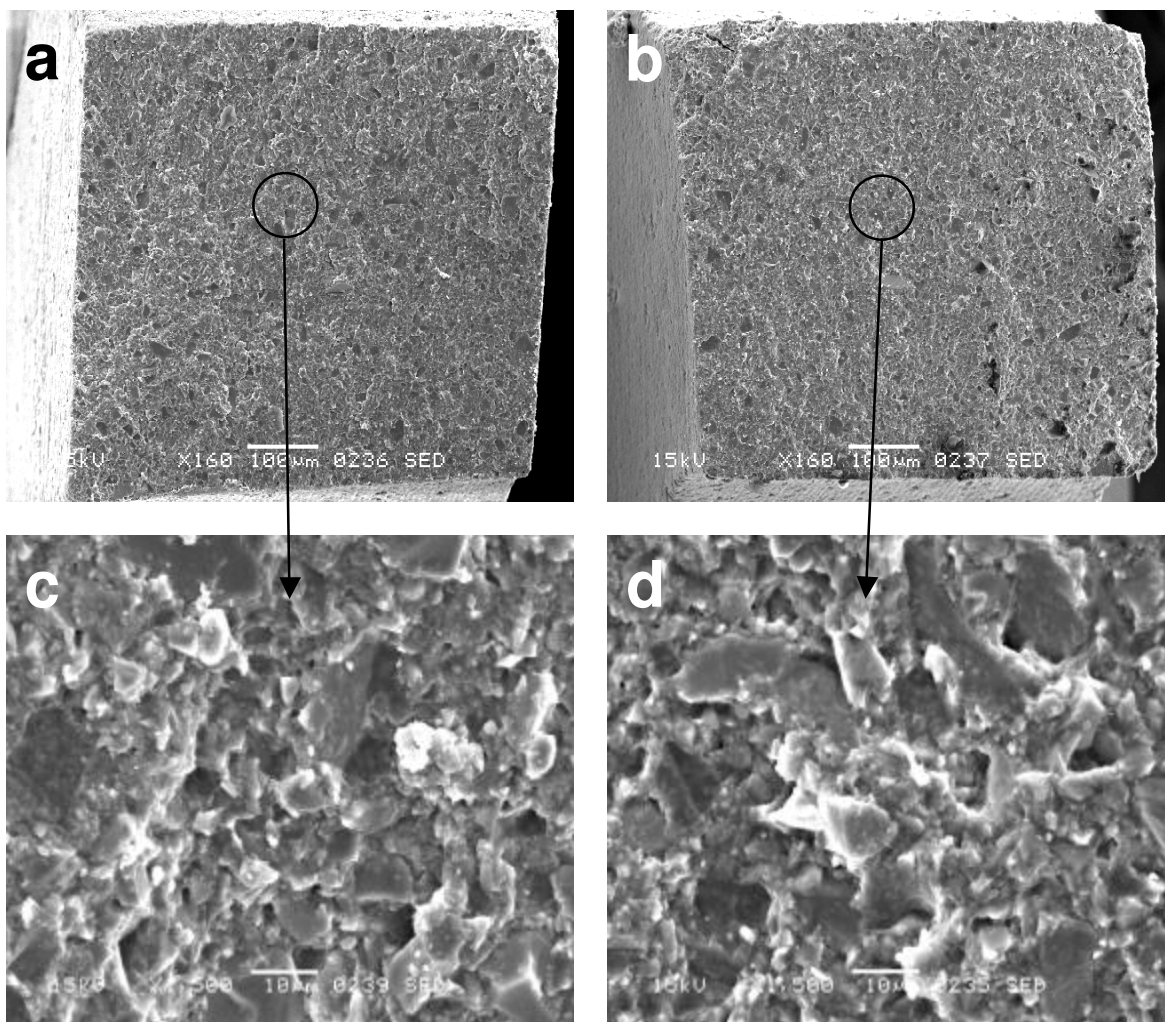


Figura 30 – Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo III obtido após o ensaio de microtração do esmalte desgastado e restaurado com o sistema de união autocondicionante SE. **a** e **b**) ambos os lados do espécime fraturado. **c** e **d**) superfície irregular do adesivo após fratura coesiva.



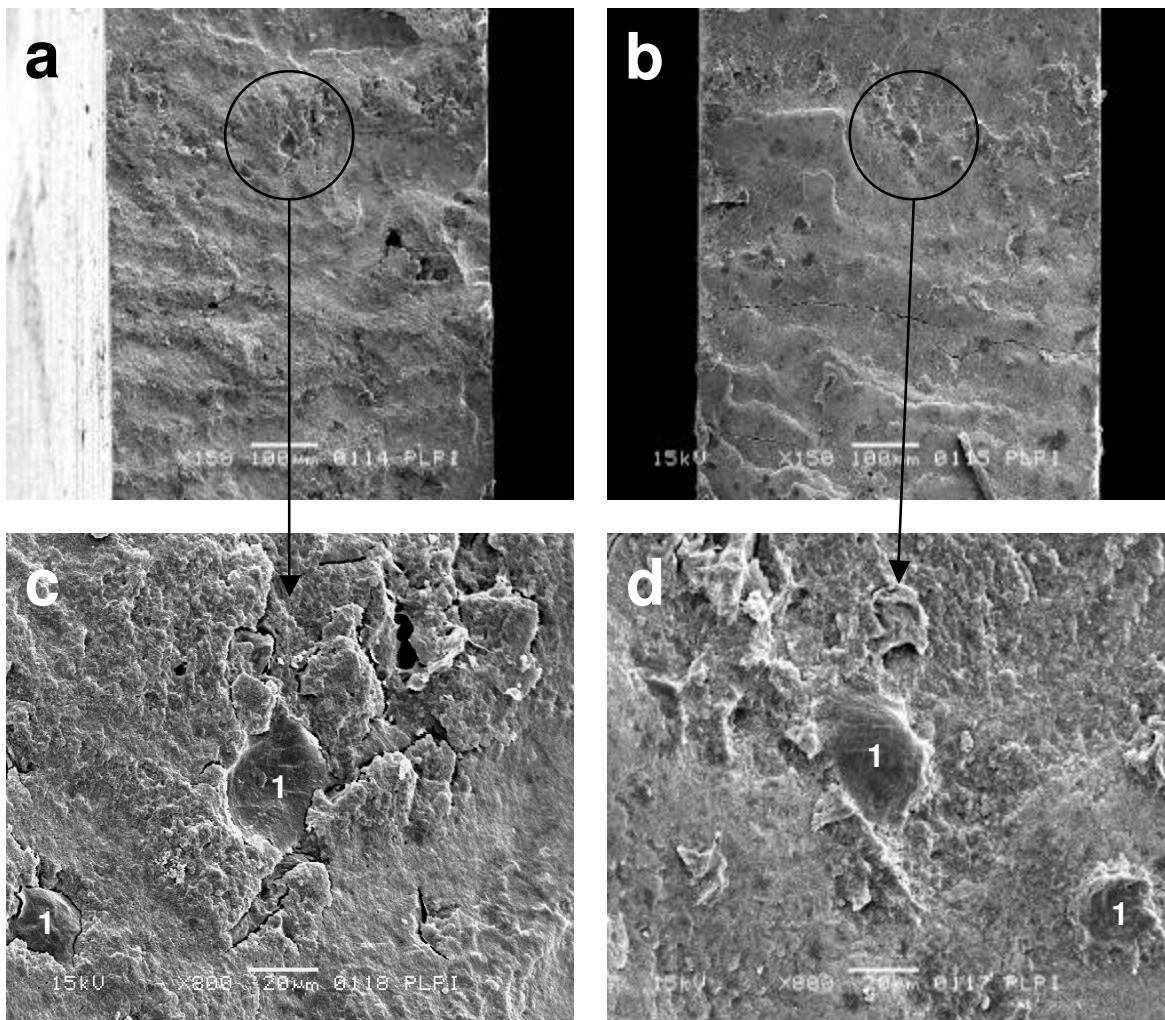


Figura 31 – Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo III obtido após o ensaio de microtração do esmalte íntegro e restaurado com o sistema de união autocondicionante PLP. **a e b)** ambos os lados do espécime fraturado. **c e d)** superfície do adesivo após fratura coesiva. 1 – regiões com diferentes níveis de fratura.

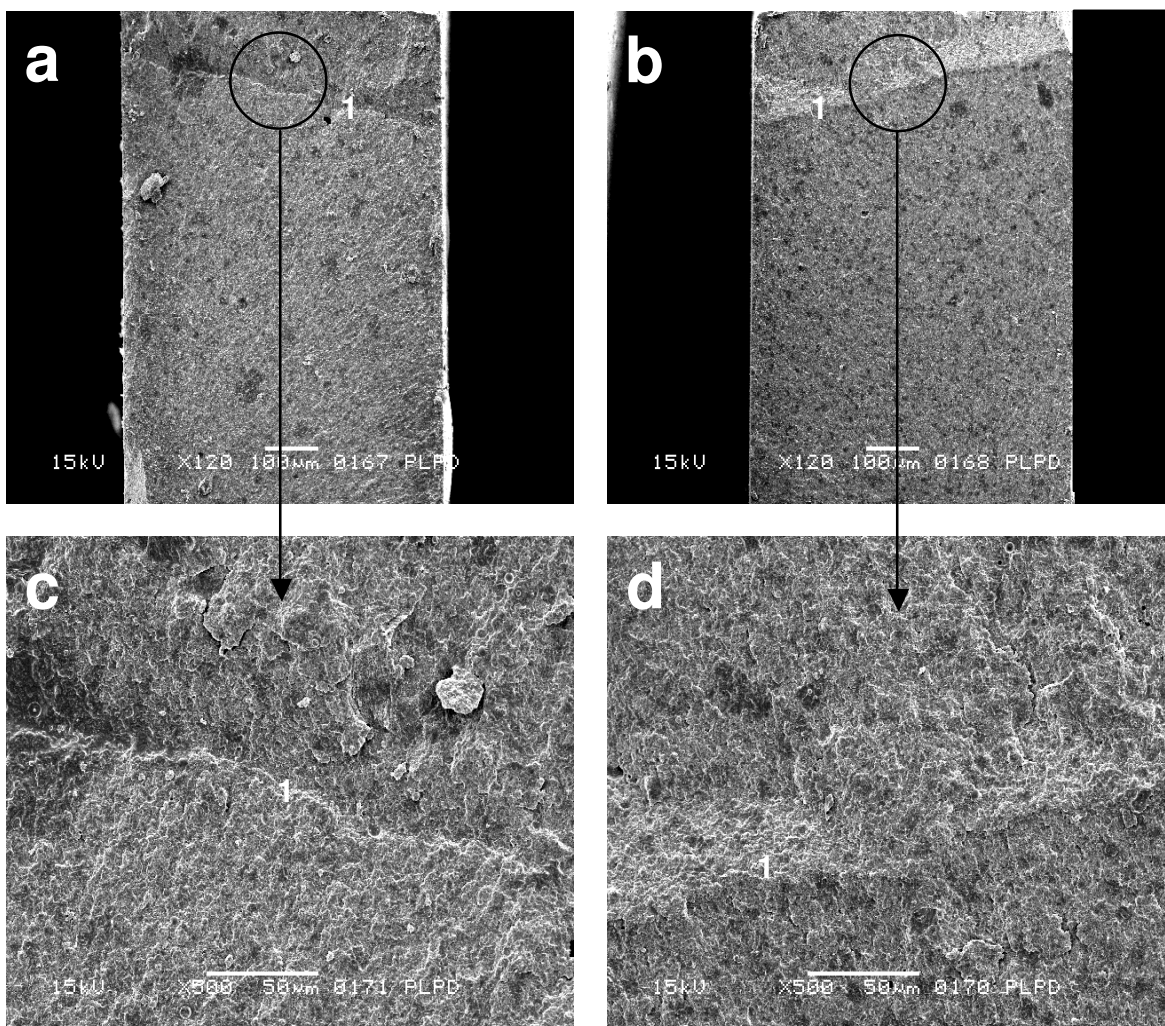


Figura 32 – Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo III obtido após o ensaio de microtração do esmalte desgastado e restaurado com o sistema de união autocondicionante PLP. **a** e **b**) ambos os lados do espécime fraturado. **c** e **d**) superfície do adesivo após fratura coesiva. 1 - limite que mostra mudança no plano da fratura.

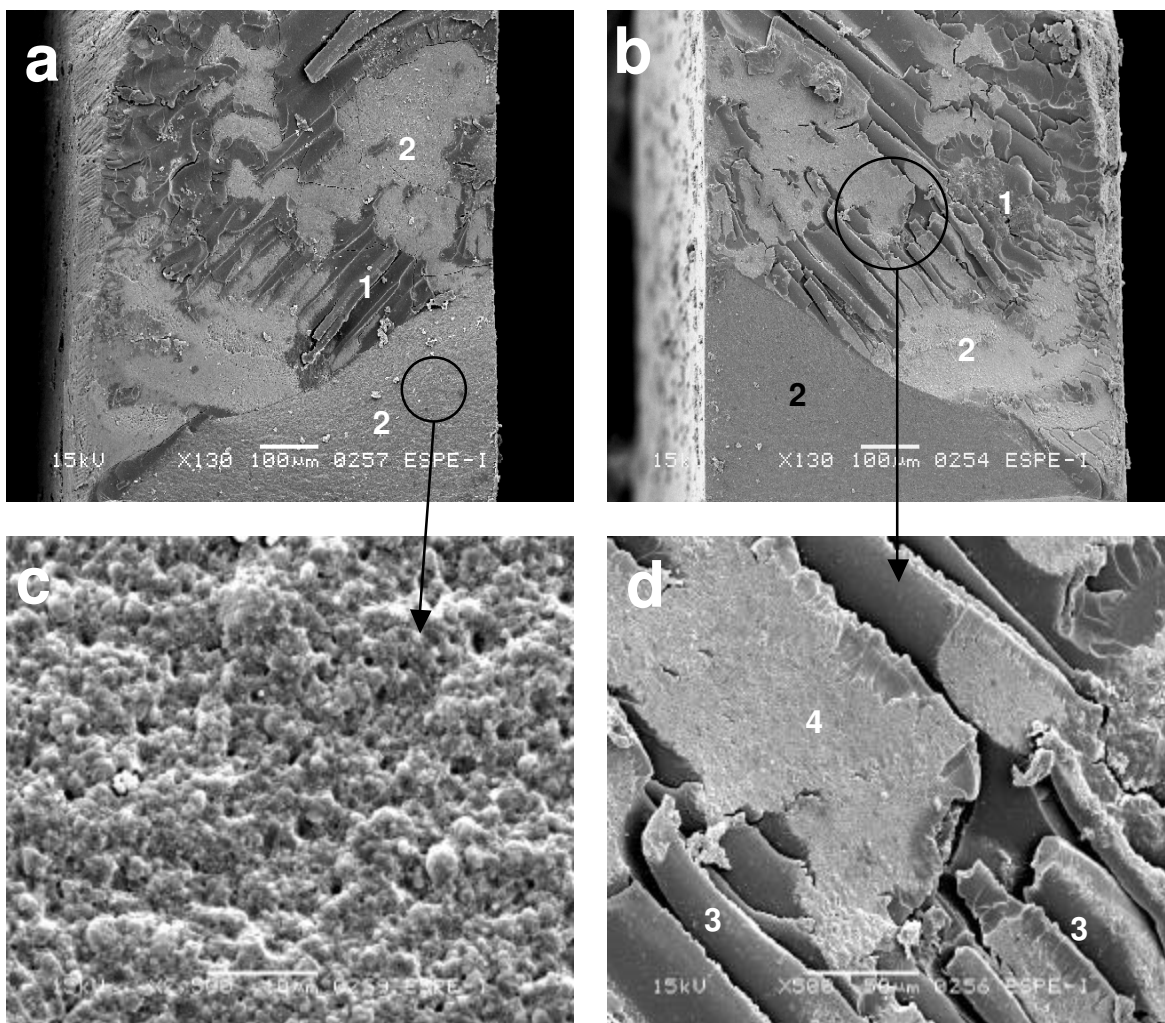


Figura 33 – Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo III obtido após o ensaio de microtração do esmalte íntegro e restaurado com o sistema de união autocondicionante AD. **a e b)** ambos os lados do espécime fraturado. **1** – adesivo; **2** - resina composta. **c)** superfície irregular da resina composta. **d)** aspecto estriado da superfície do adesivo após fratura coesiva. **3** – estrias; **4** - ilhas de resina composta.

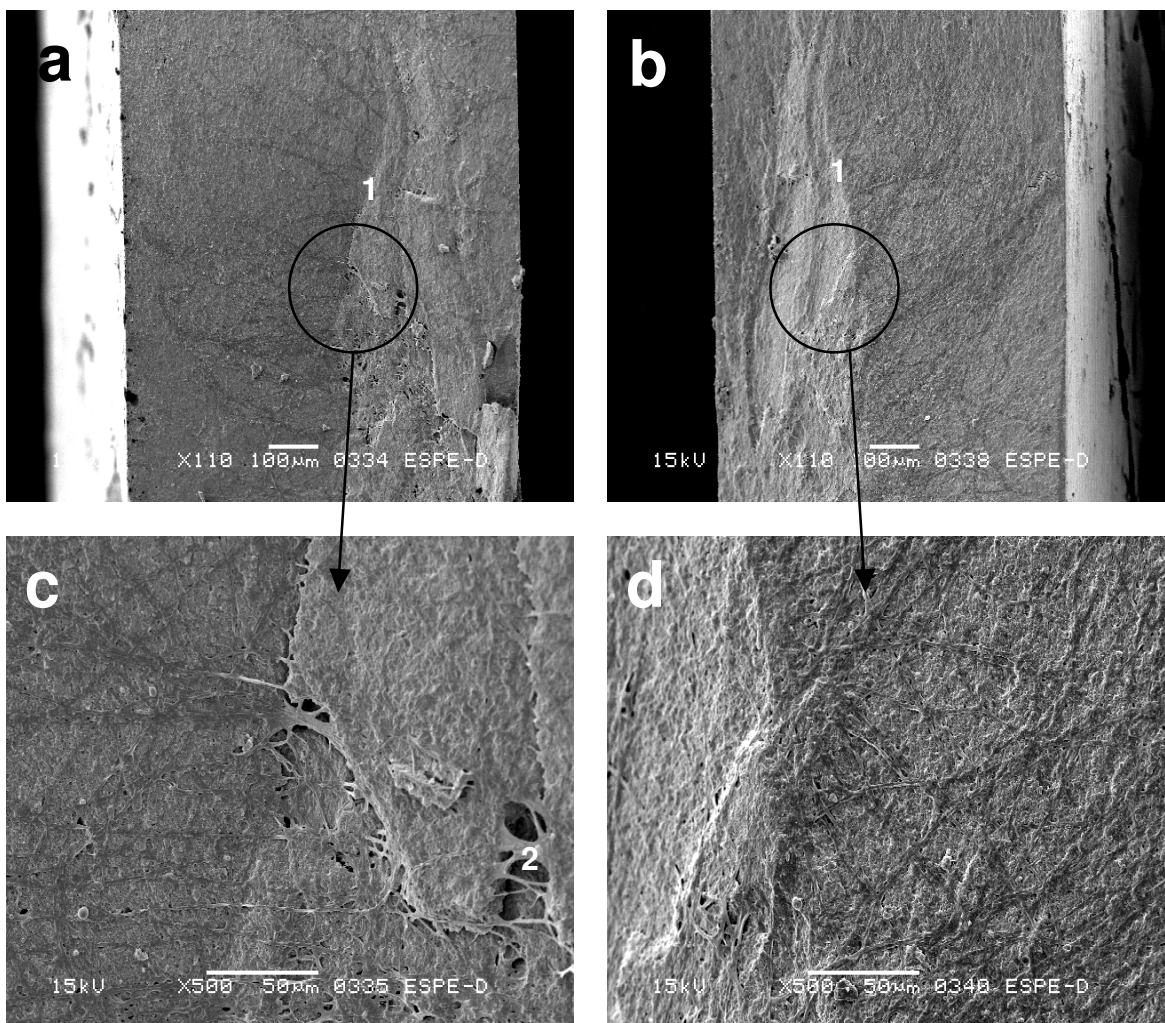


Figura 34 – Fotografia em MEV mostrando o padrão de fratura tipo III obtido após o ensaio de microtração do esmalte desgastado e restaurado com o sistema de união autocondicionante AD. **a** e **b**) ambos os lados do espécime fraturado. 1 - limite que mostra mudança no plano da fratura. **c** e **d**) superfície do adesivo após fratura coesiva. 2 - espaços vazios (bolhas) formados provavelmente pelo excesso de solvente não completamente volatilizado durante a aplicação do adesivo.

## 6 DISCUSSÃO

A estrutura do esmalte é quem forma o revestimento protetor da coroa dental. Por isso, em uma cavidade preparada para receber a restauração, as condições clínicas mais comuns estão relacionadas à estrutura do esmalte na sua forma natural (íntegra) e/ou cortada, além do tecido dentinário. Dessa forma, durante o procedimento restaurador, o tratamento das duas diferentes condições da superfície do esmalte e da dentina mostra-se importante no processo de obtenção de união efetiva para assegurar qualidade na retenção da resina restauradora, prevenir a infiltração marginal e garantir a longevidade da restauração (Ferrari, 1997; Mair, 1998; Burrow & Tyas, 1999).

Geralmente, na superfície do esmalte íntegro pode-se observar finas ranhuras e sulcos rasos provavelmente criados pela abrasão natural, ação mecânica da escova dental ou pelo polimento com escovas mais resistentes associadas a abrasivos como pedra pomes (Figura 16a). No entanto, para o processo de união é importante ainda considerar, a possibilidade da existência de uma camada de esmalte aprismático que é menos susceptível à ação do condicionador ácido (Ripa *et al.*, 1966; Whittaker, 1982; Nathanson *et al.*, 1982). Por outro lado, o desgaste da superfície do esmalte expõe a camada prismática e favorece a qualidade da desmineralização no processo de união com a resina (Figura 16c) (Meola & Papacci, 1986). Também deve-se atentar para o fato de que o desgaste ou corte da superfície do esmalte com pontas de diamante e lixas d'água produz a formação de uma camada de resíduos de esmalte cortado (camada de esfregaço) que pode dificultar a ação do agente condicionador (Figura 16b).

Diante disso, os sistemas autocondicionantes avaliados neste estudo produziram diferentes alterações morfológicas quando aplicados sobre a superfície do esmalte íntegro e desgastado. O grau de desmineralização observado foi maior para os sistemas PLP e AD quando comparados com o sistema SE, enquanto que, o ácido fosfórico apresentou os maiores níveis de

alteração morfológica em relação aos três sistemas autocondicionantes. Esta característica no poder de desmineralização foi descrita, inicialmente, em relação à dentina íntegra, e posteriormente, ao esmalte íntegro (Tay & Pashley, 2001; Pashley & Tay, 2001).

As fotografias em MEV da superfície do esmalte íntegro mostram suaves ilhas de descalcificação provenientes da desmineralização da porção central dos prismas de esmalte produzidas pela ação do sistema autocondicionante SE (Figura 19a). Quando a superfície do esmalte foi desgastada, o grau de desmineralização foi mais abrangente, embora se observe, ainda, região não condicionada no centro dos prismas (Figura 20a). Com relação aos sistemas autocondicionantes “todos em um”, PLP e AD, os mesmos mostraram-se mais ativos apresentando nítidas porosidades em toda superfície do esmalte íntegro (Figuras 21a e 23a). A intensidade de desmineralização foi ainda maior no esmalte desgastado (Figuras 22a e 24a), sendo similares àquele obtido com o ácido fosfórico (Figuras 17a e 18a).

A análise da estrutura desmineralizada do esmalte identificada pela impregnação de resina no interior da região desmineralizada, confirmou a aparência mais suave no condicionamento do sistema SE, e mostrou a região interprismática com maior nitidez (Figuras 19b e 20b). Neste procedimento ficou ainda mais claro a diferença na capacidade de desmineralização promovida pelos sistemas PLP e AD na superfície do esmalte íntegro ou desgastado. A penetração da resina na região tratada pela solução ácida reproduziu o aspecto retentivo tridimensional formando prolongamentos homogêneos em toda extensão da superfície com a característica do padrão de condicionamento tipo 2 (Figuras 21b, 22b, 23b, 24b).

As superfícies do esmalte íntegro e desgastado expostas ao ácido fosfórico revelaram alterações morfológicas similares àquelas relatadas na literatura (Silverstone *et al.* 1975) e caracterizadas pela dissolução preferencial das bordas dos prismas de esmalte (Figura 17a) ou da região central deixando as bordas relativamente íntegras (Figura 18a). A capacidade da resina fluida hidrófila penetrar na subsuperfície porosa criada pelo condicionamento ácido formando

prolongamentos longos e homogêneos (Figuras 17c e 18c), reafirma os achados de Gwinnett & Miatsui (1967). Estes prolongamentos resinosos distribuídos ao longo da superfície compõem a zona híbrida formada no esmalte que confere resistente união entre resina-esmalte (Figuras 17c e 18c) (Nakabayashi & Pashley, 1998). Como pode ser notado, o ácido fosfórico apresentou semelhante capacidade de desmineralização quando aplicado tanto ao esmalte íntegro como desgastado, e demonstrou superior qualidade de condicionamento em relação aos sistemas autocondicionantes, confirmando citações de estudos anteriores (Kanemura *et al.*, 1999; Pashley & Tay, 2001).

A profundidade de desmineralização e penetração da resina fluida nas microporosidades criadas pelo condicionamento ácido total e *primers* ácidos é, aparentemente, melhor visualizada nas imagens obtidas pela técnica da impressão em resina do padrão de condicionamento (Figuras 17b, 18b, 19b, 20b, 21b, 22b, 23b, 24b). No entanto, estas características mostraram ser semelhantes às aquelas obtidas pela observação direta do padrão de condicionamento (Figuras 17a, 18a, 19a, 20a, 21a, 22a, 23a, 24a). Assim, a possibilidade de resíduos do *primer* ou precipitados de fosfato de cálcio permanecerem na superfície de esmalte mascarando a qualidade de condicionamento (Hannig *et al.*, 1999), não foi constatada neste estudo.

Os agentes condicionadores apresentaram desempenho diferente nos níveis de desmineralização da superfície do esmalte, confirmando conceitos previamente descritos, nos quais a qualidade do condicionamento do esmalte é dependente do tipo e da concentração do ácido usado, tempo de condicionamento e do tipo da estrutura do esmalte (Silverstone *et al.*, 1975; Cehreli & Altay, 2000). Além disso, a agressividade do ácido está relacionada a constante de dissociação (pKa). Os sistemas autocondicionantes são formados por monômeros ácidos polimerizáveis contendo o ácido fosfórico mono ou diéster como grupo funcional (Hannig *et al.*, 1999; Tay & Pashley, 2001). Assim, um ou dois átomos de hidrogênio do ácido fosfórico são substituídos por, no mínimo, um grupo metacrilato. Com isto, a capacidade de dissociação do ácido diéster fosfórico é menor quando comparada com o ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ) e, por isso, é considerado

um ácido mais fraco. A água, componente essencial para a ionização dos ácidos, é a única presença comum na composição dos quatro ácidos estudados. Os sistemas PLP e AD são formados por uma mistura na qual o conteúdo de monômero ácido monoéster é maior em relação ao diéster, apresentam pH = 0,8 e 0,4 respectivamente (Van MeerbeeK *et al.*, 2003), sendo baixos o suficiente para produzirem uma dissolução seletiva nas superfícies íntegra e desgastada do esmalte, para a retenção mecânica da resina fluida. Por outro lado, o sistema SE, que é composto apenas pelo monoéster do ácido fosfórico (MDP), apresenta um pH maior e produziu apenas uma suave desmineralização na superfície do esmalte íntegro e desgastado (Figuras 19a e 20a), sendo concordantes com relatos prévios (Kanemura *et al.*, 1999; Hannig *et al.*, 1999; Tay & Pashley, 2001; Perdigão & Geraldeli, 2003; Tay *et al.*, 2004).

Teoricamente, o nível de alteração morfológica do SE deveria ser no mínimo igual ao dos adesivos “todos em um”. Uma possível explicação poderia ser a diferença na concentração dos ésteres ácidos contidos nos sistemas. Enquanto o PLP e AD contêm concentração de aproximadamente 80% de ésteres do ácido fosfórico, o sistema SE apresenta de 25 a 30% (Tay & Pashley, 2001). Além disso, nos sistemas “todos em um”, o éster do ácido fosfórico e a água são distribuídos em compartimentos separados na proporção de 4:1 e ativados momento antes do uso (Frey, 2000), o que potencializa a ação desmineralizadora.

As diferenças na morfologia da superfície do esmalte íntegro e desgastado produzidas pelos diferentes graus de acidez de cada agente ácido estudado, também podem ser observadas na zona de união entre o esmalte e a resina. A penetração da resina fluida nas micro-retenções criadas pelo condicionamento ácido produziu uma estrutura formada pelos cristais de hidroxiapatita envolvidos pela resina e denominada de camada híbrida (Nakabayashi & Pashley, 1998). Nesta condição, o sistema autocondicionante SE, sendo o menos ácido dos três agentes condicionadores, formou uma tênue camada com prolongamentos curtos, não muito bem definidos e estruturalmente incompletos (Figuras 19c e 20c). Do ponto de vista morfológico, não foi possível observar diferenças entre a superfície



de esmalte íntegro e desgastado na região de interface união. Esta fina camada foi estimada em 300nm de espessura (Tay *et al.*, 2004).

Por outro lado, os adesivos PLP e AD formaram uma zona híbrida contínua com a difusão da resina na região interprismática apresentando prolongamentos definidos que envolveram o centro dos prismas de esmalte (Figuras 21c e 23c). Este processo é aparentemente mais uniforme na superfície do esmalte desgastado (Figuras 22c e 24c) e a espessura da camada híbrida alcançou aproximadamente 2  $\mu\text{m}$ , que é próxima daquelas já relatadas (Kanemura *et al.*, 1999; Pashley & Tay, 2001). Contrastando com os três sistemas autocondicionantes, a ação do ácido fosfórico proporcionou a formação de uma contínua camada híbrida, independente da condição íntegra ou desgastada da superfície do esmalte (Figuras 17c e 18c), com espessura variando entre 8-11 $\mu\text{m}$ , à semelhança de outros estudos (Kanemura *et al.*, 1999; Pashley & Tay, 2001; Tay *et al.*, 2004).

A capacidade dos adesivos em penetrar nas microporosidades criadas pelo condicionamento ácido é uma condição diretamente dependente da energia de superfície (Jendresen *et al.*, 1981). Adicionalmente, é importante considerar que uma penetração mais profunda e uma melhor hibridização são alcançadas quando são empregados adesivos mais hidrófilos, e menos viscosos (Hotta *et al.*, 1992). Dessa forma, pode-se sugerir que dois fatores contribuíram para as diferenças morfológicas observadas na região de interface de união entre os sistemas autocondicionantes estudados: 1) o efeito mais agressivo dos adesivos “todos em um”, PLP e AD, que são capazes de gerar um maior acréscimo da energia de superfície, tanto no esmalte íntegro quanto no desgastado; 2) melhores características hidrófilas dos adesivos “todos em um” contemporâneos, que resultaram em uma penetração em maior profundidade no esmalte condicionado, produzindo uma camada híbrida evidente.

Fundamentado na capacidade de dissolver a camada de esfregaço e desmineralizar a dentina, o grau de acidez dos sistemas autocondicionantes foram classificados em suave, moderado ou agressivo (Tay & Pashley, 2001). Esta mesma classificação foi usada para o caso de superfície de esmalte íntegro

(Pashley & Tay, 2001), e este estudo mostrou que esta classificação pode também ser adotada para a superfície do esmalte desgastado. Além disso, fez ver que o grau de desmineralização foi importante para a adequada penetração da resina adesiva no interior da área condicionada do esmalte e, esta condição, foi dependente da acidez de cada um dos sistemas avaliados neste estudo.

A correspondência entre a agressividade de desmineralização e os valores de resistência de união à microtração produzidos por sistemas autocondicionantes no esmalte íntegro, foi também constatada em outros estudos (Kanemura *et al.*, 1999; Pashley & Tay, 2001; Perdigão & Geraldeli, 2003). Nessas pesquisas, os valores de resistência de união produzidos pelos sistemas SE e PLP (Pashley & Tay, 2001; Perdigão & Geraldeli, 2003) e Clearfil Liner Bond 2 (Kanemura *et al.* 1999) também foram estatisticamente inferiores em comparação a um sistema adesivo que utiliza o ácido fosfórico. Entretanto, quando o sistema autocondicionante Clearfil Liner Bond 2 foi aplicado no esmalte desgastado, mostrou ser eficiente e o valor de resistência de união não apresentou diferença estatística em relação ao sistema de união que utiliza o ácido fosfórico (Kanemura *et al.*, 1999). No presente estudo, o sistema SE produziu apenas uma leve desmineralização na superfície desgastada do esmalte (Figura 20a), e os seus valores de resistência de união inferiores aos do SB. Este resultado pode ser explicado pela diferença no grau de acidez existente entre o Clearfil Liner Bond 2, cujo valor do pH está entre 1,25 (Perdigão *et al.*, 1997) e 1,4 (Nakatsuka, 2000), enquanto o SE apresenta pH igual a 2,0 (Pashley & Tay, 2001) e, sendo menos ácido, tem menor potencial em desmineralizar o esmalte.

A relação entre o baixo valor de resistência de união e o grau de desmineralização produzido pelo sistema autocondicionante SE ficou evidente neste estudo. Apesar disso, o grau de desmineralização apresentado pelos sistemas PLP e AD, similar àquele produzido após a ação do ácido fosfórico, resultou em valores resistência de união estatisticamente inferiores ao sistema convencional SB. Um estudo prévio descreve que quando a superfície do esmalte íntegro foi condicionada com o PLP, seguida pela remoção do adesivo autocondicionante com etanol, para aplicar o *primer* e a resina de união do

sistema All Bond 2, os valores de resistência de união não foram diferentes estatisticamente dos valores apresentados pelo uso do ácido fosfórico (Pashley & Tay, 2001). Dessa forma, a qualidade da desmineralização não resultou obrigatoriamente em um alto valor de resistência de união para o PLP, mas a resistência de união entre esmalte e resina foi influenciada por esta propriedade específica da resina adesiva usada. Como o ambiente ácido interfere negativamente na reação de polimerização dos adesivos “todos em um” (Pashley & Tay, 2001) reduzindo as propriedades mecânicas, esta condição justificaria a superioridade em termos de resistência de união do sistema de condicionamento ácido total SB. Outros autores alcançaram resultados semelhantes (De MunK *et al.*, 2003; Inoue *et al.*, 2003; Van Meerbeek *et al.*, 2003; Lopes *et al.*, 2004).

Da mesma forma, a desmineralização superficial observada em apenas algumas regiões do esmalte íntegro e desgastado com a aplicação do sistema autocondicionante SE (Figuras 19a e 20a), resultou em valores médios de resistência de união estatisticamente iguais aos do adesivo “todos em um” AD. Este achado sugere que, para se alcançar efetiva união ao esmalte, mais importante do que uma dissolução agressiva e profunda do esmalte, consiste na homogeneidade das microporosidades formadas por unidade de área (Figuras 19a e 20a). Além disso, a capacidade de união química entre o sistema autocondicionante SE e a hidroxiapatita residual pode ter contribuído para os resultados encontrados, pelo menos do ponto de vista imediato (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Yoshida *et al.*, 2004). Porém, a formação de padrões de condicionamento bem definidos, com a presença de prolongamentos de resina, têm sido associados com a estabilidade (Tori *et al.*, 2002) e longevidade da união realizada “*in vivo*” (Hashimoto *et al.*, 2003). Diante disso, é de fundamental importância atestar também a durabilidade em longo prazo da camada híbrida resultante da infiltração mínima do substrato pelos monômeros resinosos.

Os resultados do presente estudo mostraram ainda que apesar dos adesivos “todos em um”, PLP e AD, produzirem alterações morfológicas semelhantes no esmalte íntegro e desgastado (Figuras 21a, 22a e 23a e 24a), os valores médios de resistência de união foram diferentes. Na superfície do esmalte

desgastado, onde o padrão de condicionamento é mais homogêneo, a diferença entre os valores de resistência de união foi acentuada e estatisticamente significativa. Esses achados podem ser explicados com base na composição química dos adesivos “todos em um” estudados, que, apesar de apresentarem formulações parecidas, contêm diferentes fotoiniciadores da reação de polimerização. O sistema autocondicionante PLP utiliza uma molécula fotoiniciadora denominado BAPO, cujo pico de absorção de comprimento de onda (383nm, variando entre 350 a 430nm) é inferior em comparação a canforoquinona (468nm, variando entre 468 a 470) presente no adesivo AD (Pashley *et al.*, 2002). Essa modificação, que não exerceu influência sobre o padrão de condicionamento, pode ter induzido a uma variação na efetividade da polimerização dos materiais, e, conseqüentemente, em suas propriedades mecânicas.

O preparo da superfície do esmalte não influenciou os valores de resistência de união em nenhum dos grupos avaliados. Apesar da imprevisibilidade da camada aprismática do esmalte frente ao ataque ácido com soluções de baixa agressividade (Cehreli & Altay, 2000; Pashley & Tay, 2001), a aplicação do sistema autocondicionante SE permitiu a formação de prolongamentos extremamente curtos de resina entre os cristaltos de hidroxiapatita nas duas condições do esmalte (Figuras 19c e 20c). Isso pode ter contribuído fortemente para a similaridade entre os valores médios de resistência de união à tração encontrados neste estudo independente da condição do esmalte, e comprova relatos prévios (Hashimoto *et al.*, 2003; Inoue *et al.*, 2003). Com relação ao emprego do ácido fosfórico a 35%, não foi possível distinguir diferenças micromorfológicas importantes nas superfícies do esmalte íntegro e desgastado, pois ambos apresentam cristais de hidroxiapatita parcialmente desmineralizados. Relatos descrevem ainda haver uma completa dissolução da camada aprismática do esmalte, com exposição da subsuperfície prismática do tecido (Tay *et al.*, 2004). De maneira semelhante agem os adesivos “todos em um”, PLP e AD, na superfície do esmalte devido a sua agressividade (Brechi *et al.*, 1999; Pashley & Tay, 2001; Inoue *et al.*, 2003; Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Apesar dos mais altos valores de resistência de união serem alcançados pelo sistema de condicionamento ácido total SB, a análise das superfícies fraturadas após o teste de microtração revelou que este sistema apresenta predominância do padrão de fratura tipo IV, independente da condição do esmalte (Figura 27 e 28). A alta agressividade do ácido fosfórico a 30-40% produz um padrão profundo e complexo de dissolução interprismática, que não é totalmente preenchido pelos monômeros resinosos (Shinchi *et al.*, 2000). Esse fenômeno é especialmente observado na base da camada híbrida e, provavelmente, consiste no elo mais fraco da união entre o esmalte e o material restaurador. Quando a interface de união é submetida à tensão de tração, a fratura provavelmente se origina na região desprotegida dos prismas de esmalte e tende a propagar-se paralelamente à união, no interior do adesivo e da resina composta (Figuras 27 e 28 - padrão de fratura tipo IV).

Diferentemente, os três sistemas autocondicionantes avaliados apresentaram predominância do padrão de fratura tipo III, também nas duas condições do esmalte (Figuras 29, 30, 31, 32, 33 e 34). Nestes sistemas, a simultânea desmineralização e infiltração produzida pelos monômeros ácidos (Watanabe *et al.*, 1994a) somada a menor agressividade, minimizam a possibilidade da formação de uma região enfraquecida do esmalte que não é infiltrada pelos monômeros resinosos, à semelhança da hibridização do tecido dentinário (De Goes & Montes, 2004). A camada híbrida resultante formada permitiu uma união efetiva com o esmalte e teve como característica a presença de cristais de hidroxiapatita envolvidos pelos monômeros resinosos, o que a tornou fisicamente mais resistente às forças de tração. Diante disso, a fratura tende a ser originada e se propagar no interior da camada do adesivo (padrão de fratura tipo III).

A preservação do esmalte foi uma particularidade positiva dos sistemas autocondicionantes estudados. Apesar dos valores de resistência de união terem sido inferiores aos do sistema convencional SB, o esmalte foi poupado da excessiva desmineralização produzida pelo ácido fosfórico 35%, permanecendo protegido pela camada híbrida e pelo adesivo quando a união foi fraturada sob

tensão de tração (predominância do padrão de fratura tipo III). No entanto, especificamente em relação aos adesivos “todos em um”, a “proteção” proporcionada pela camada de adesivo não pode ser considerada da mesma forma. Recentemente, foram mostradas evidências de que os adesivos autocondicionantes “todos em um” funcionam como membranas semipermeáveis, permitindo que fluídos bucais possam atravessar a camada do adesivo em todos os sentidos, não garantindo o selamento hermético do substrato (Tay *et al.*, 2002).

Com relação ao ensaio de microtração, a necessidade de superfícies planas de esmalte íntegro foi uma limitação deste estudo. Há uma preocupação em não incorporar forças de cisalhamento durante os testes de microtração quando as superfícies são curvas. Assim, é preferível a utilização de superfícies planas para que as forças de tensão sejam perpendiculares às superfícies avaliadas (Sano *et al.*, 1994). Por outro lado, a reduzida área de secção transversal utilizada nos testes de microtração faz que as superfícies curvas de esmalte íntegro possam ser consideradas praticamente planas. Dessa forma, a influência da curvatura da superfície sobre os resultados do teste de microtração é minimizada, permitindo comparações com os valores obtidos nas superfícies desgastadas planas.

Recentemente foi descrito que o preparo dos espécimens em forma de ampulheta para o teste de microtração produz microfraturas da região da interface, especialmente quando o substrato para a adesão é o friável tecido do esmalte (Goracci *et al.*, 2004). Entretanto, as margens das restaurações em resina composta são submetidas a uma condição similar durante os procedimentos de acabamento com a utilização de pontas de diamante. Esse tipo de procedimento clínico também induz a formação de microfraturas na interface dente-restauração. Em consequência, há uma melhor simulação das circunstâncias clínicas (Van Meerbeek *et al.*, 2003), e como todos os espécimes são preparados de forma similar, nenhuma variável adicional é introduzida.

Talvez, mais importante do que o valor resistência de união imediata, seja a manutenção da resistência de união ao longo do tempo. Até o presente momento, tem se relatado que os procedimentos de união ao esmalte produzem uma união

confiável e clinicamente estável, em função principalmente das características homogêneas deste substrato (Nakabayashi & Pashley, 1998, Kugel & Ferrari, 2000). Esses relatos, no entanto, são quase que exclusivamente referentes à estabilidade clínica obtida com a utilização de monômeros hidrófobos (Wendt & Koch, 1988; Lygidakis & Oulis, 1999; Wendt *et al.*, 2001), que são materiais poliméricos intrinsicamente mais estáveis. Contudo, os sistemas autocondicionantes utilizados atualmente apresentam características altamente hidrófilas, e, conseqüentemente, são mais susceptíveis à degradação hidrolítica (Tay *et al.*, 2002; Carrilho *et al.*, 2004; Yiu *et al.*, 2004). Diante disso, para que os sistemas autocondicionantes, especialmente os adesivos de dois passos, se efetivem como uma alternativa viável aos sistemas convencionais, é necessário que seja comprovado a sua capacidade em promover uma união duradoura, independentemente se realizada apenas no esmalte ou estendida à dentina.

## 7 CONCLUSÃO

Considerando os resultados deste estudo, pode-se concluir que:

- a) O ácido fosfórico apresentou os maiores níveis de alteração morfológica em relação aos três sistemas autocondicionantes, independente da condição íntegra ou desgastada do esmalte.
- b) Os sistemas autocondicionantes produziram diferentes alterações morfológicas na superfície do esmalte íntegro e desgastado, sendo observado maior agrassividade para os sistemas PLP e AD, quando comparado com o sistema SE tanto na superfície do esmalte íntegro como desgastado.
- c) O nível de alteração morfológica do esmalte apresentou correspondência com os valores de resistência de união. O sistema SB produziu valores de resistência de união estatisticamente superiores aos demais sistemas estudados. Dentre os sistemas autocondicionantes, os maiores resultados foram alcançados pelo adesivo PLP, estatisticamente superior ao adesivo AD apenas na condição de esmalte desgastado. O sistema SE não apresentou valores de resistência de união estatisticamente diferentes em relação ao adesivo AD.
- d) A condição íntegra ou desgastada do esmalte não exerceu influência significativa nos valores médios de resistência de união e na predominância do padrão de fratura, independente do sistema de união utilizado.
- e) O sistema de condicionamento ácido total SB apresentou predominância do padrão de fratura tipo IV, enquanto do padrão de fratura tipo III prevaleceu nos três sistemas autocondicionantes.



## REFERÊNCIAS\*

Aasen SM, Ario PD. Bonding systems: A comparison of maleic abd phosphoric acids [abstract 269]. **J Dent Res**. 1993; 72: 137.

Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. **Dent Mater** 2001; 17(3): 268-76.

Barkmeier WW, Gwinnett AJ, Shaffer SE. Effects of enamel etching time on bond strength and morphology. **J Clin Orthod**. 1985; 19(1): 36-8.

Barkmeier WW, Los SA, Triolo PT. Bond sttrength and SEM evaluation of Clearfil Liner Bond 2. **Am J Dent**. 1995; 8: 289-93.

Barkmeier WW, Shaffer SE, Gwinnett AJ. Effects of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology. **Oper Dent**. 1986; 11(3): 111-6.

Bastos PAM, Retief DH, Bradley EL, Denys FR. Effect of etch duration on the shear bond of a microfill composite resin to enamel. **AM J Dent**. 1988; 1: 151-7.

Bergman G. Microscopic demonstration of liquid flow through human dental enamel. **Arch Oral Biol**. 1963; 8: 233-4.

Berry TG, Barghi N, Knight GT, Conn LJ Jr. Effectiveness of nitric-NPG as a conditioning agent for enamel. **Am J Dent**. 1990; 3(2): 59-62.

\*De acordo com a norma UNICAMP/FOP, baseado no modelo Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

Brackett WW, Covey DA, St Germain HA Jr. One-year clinical performance of a self-etching adhesive in class V resin composites cured by two methods. **Oper Dent.** 2002; 27(3): 218-22.

Breschi L, Perdigão J, Mazzotti G. Ultramorphology and shear bond strengths of self-etching adhesives on enamel [abstrc. 2957] **J Dent Res.** 1999; 78: 475.

Brudevold F, SeadmanIt, Smith FA. Inorganic and organic components of tooth structure. **Ann N Y Acad Sci.** 1960; 85: 110-32.

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

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

Burrow MF, Tagami J, Hosoda H. The long term durability of bond strengths to dentin. **Bull Tokyo Med Dent Univ.** 1993; 40(4): 173-91.

Burrow MF, Tyas MJ. 1-year clinical evaluation of one-step in non-carious cervical lesions. **Am J Dent.** 1999; 12(6): 283-5.

Busscher HJ, Retief DH, Arends J. Relationship between surface-free energies of dental resins and bond strengths to etched enamel. **Dent Mater.** 1987; 3(2): 60-3.

Caldwell RC, Muntz ML, Gilmore RW, Pigman W. Microhardness studies of intact surface enamel. **J Dent Res.** 1957; 36(5): 732-8.

Cardoso PEC, Sadek FT, Goracci C, Ferrari M. Adhesion testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements. **J Adhes Dent.** 2002; 4: 291-97.

Carlstrom D, Glas JE, Angmar B. Studies on the ultrastructure of dental enamel. V. The state of water in human enamel. **J Ultrastruct Res.** 1963; 8: 24-9.

Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. **Am J Dent.** 2004; 17(2): 104-8.

Carvalho RM, Santiago SL, Fernandes CAO, Suh B, Pashley DH. Effects of prism orientation on the tensile strength of enamel **J Adhes Dent.** 2000; 2: 251-57.

Carvalho RM, Carrilho MRO, Pereira LCG, Garcia FCP, Marquezini L Jr, Silva SMD *et al.* Sistemas adesivos: fundamentos para a aplicação clínica. **Biodonto.** 2004; 2(1): 1-89.

Cehreli ZC, Altay N. Effects of a nonrinse conditioner and 17% ethylenediaminetetraacetic acid on the etch pattern of intact human permanent enamel. **Angle Orthod.** 2000; 70(1): 22-7.

Chow LC, Brown WE. Phosphoric and conditioning of teeth of pit and fissures sealants. **J Dent Res.** 1973; 52:1158.

Crabb HS. The pattern of mineralization of human dental enamel. **Proc R Soc Med.** 1959; 52(2): 118-22.

Crabb HS, Darling AI. The gradient of mineralization in developing enamel. **Arch Oral Biol.** 1960; 2: 308-18.

Crim GA, Shay JS. Effect of etchant time on microleakage. **ASDC J Dent Child.** 1987; 54(5): 339-40.

Darling AI, Mortimer KV, Poole DF, Ollis WD. Molecular sieve behaviour of normal and carious human dental enamel. **Arch Oral Biol.** 1961; 5: 251-73.

De Goes MF. Materiais e técnicas restauradoras. Como escolher e aplicar os materiais dentários. In: Cardoso RJA, Gonçalves EAN. **Dentística Laser.** São Paulo: Artes Médicas; 2001. v1, cap.6, p.115-31.

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

De Goes MF, Sinhoreti MAC, Consani S, Silva MAP. Morphological effect of the type, concentration and etching time of solutions on enamel and dentin surfaces. **Braz Dent J.** 1998; 9(1): 3-10.

De Munk J, Van Meerbeek B, Inoue S, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S *et al.* Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur cut enamel and dentin. **Am J Dent.** 2003a; 16: 414-20.

De Munk J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K *et al.* Four-year water degradation of total-etch adhesives to dentin. **J Dent Res.** 2003b 82(2): 136-40.

Dogon IL. Studies demonstrating the need for an intermediary resin of low viscosity for the acid etch technique. In: Silverstone LM, Dogon IL, editores. **Proceedings International Symposium Acid Etch Technique.** St. Paul: North Central Publishing; 1975. p.100-18.

Drummond JL, Sakagushi RL, Racean DC, Wosny J, Steinberg AD. Testing mode and surface treatment effects on denting bonding. **J Biomed Mater Res.** 1996; 32(4): 533-41.

Eidelman E, Shapira J, Houpt M. The retention of fissure sealants using twenty-second etching time. **ASDC J Dent Child.** 1984; 51(6): 422-4.

Erickson RL. Mechanism and clinical implications of bond formation for two dentin bonding agents. **Am J Dent.** 1989; 2 Spec No: 117-23.

Estoe JE. The Amino Acid Composition of Proteins from the Oral Tissues – II. The Matrix Proteins in Dentine and Enamel from Developing Human Deciduous Teeth. **Arch Oral Biol.** 1963; 8: 633-52.

Fan PL, Seluk LW, O'Brien WJ. Penetrativity of sealants: I. **J Dent Res.** 1975; 54(2): 262-4.

Ferrari M, Mannocci F, Cagidiaco MC, Kugel G. Short-term assessment of leakage of Class V composite restorations placed in vivo. **Clin Oral Investig.** 1997; 1(2): 61-4.

Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. **Eur J Oral Sci.** 2002; 110(5): 385-91.

Frank RM, Sognnaes RF. Electron microscopy of matrix formation and calcification in rat enamel. **Arch Oral Biol.** 1960; 1: 339-48.

Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Fatigue behaviour of different dentin adhesives. **Clin Oral Investig.** 1999; 3(1): 11-7.

Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Technique sensitivity of dentin bonding: Effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. ***Oper Dent.*** 2000b; 25(4): 324-30.

Frankenberger R, Kramer N, Oberschachtsiek H, Petschelt A. Dentin bond strength and marginal adaptation after NaOCl pre-treatment. ***Oper Dent.*** 2000a; 25(1) 40-5.

Frey O. Creating a reliable bond. An all-in-one system. ***Am J Dent.*** 2000; 13(Spec No): 85D-7.

Fusayama T. Concepts in operative dentistry. ToKyo: ***Quintessence.*** 1980: 61-156.

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.

Gilpatrick RO, Ross JA, Simonsen RJ. Resin-to-enamel bond strengths with various etching times. ***Quintessence Int.*** 1991; 22(1): 47-9.

Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. ***Dent Mater.*** 2004; 20(7): 643-54.

Gottlieb EW, Retief DH, Jamison HC. An optimal concentration of phosphoric acid as an etching agent. Part I: Tensile bond strength studies. ***J Prosthet Dent.*** 1982; 48: 48-51.

Gray JA, Francys MD. Physical chemistry of enamel dissolution. In: Sognnares RF, editor. ***Mechanisms of Hard Tissue Destruction.*** Washington: AAAS; 1963. p.213-60.

Gwinnett AJ. Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. **Arch Oral Biol.** 1971; 16(7): 731-8.

Gwinnett AJ. Normal enamel. I. Quantitative polarized light study. **J Dent Res.** 1966a; 45(1): 120-7.

Gwinnett AJ. Normal enamel. I. Qualitative polarized light study. **J Dent Res.** 1966b; 45(2): 261-5.

Gwinnett AJ. Structure and composition of enamel. **Oper Dent.** 1992; (Suppl 5): 10-7.

Gwinnett AJ. The ultrastructure of the "prismless" enamel of permanent human teeth. **Arch Oral Biol.** 1967; 12(3): 381-8.

Gwinnett AJ, Buonocore MG. Adhesives and caries prevention; a preliminary report. **Br Dent J.** 1965; 119: 77-80.

Gwinnett AJ, Kanca J 3rd. Micromorphological relationship between resin and dentin in vivo and in vitro. **Am J Dent.** 1992; 5(1): 19-23.

Gwinnett AJ, Matsui A. A study of enamel adhesives. The physical relationship between enamel and adhesive. **Arch Oral Biol.** 1967; 12(12): 1615-20.

Hagger O. British patent 6872299; 1952.

Hagger O. Swiss patent 278946; 1951.

Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. **Oper Dent.** 1999; 24(3): 172-80.

Hara AT, Amaral CM, Pimenta LA, Sinhoreti MA. Shear bond strength of hydrophilic adhesive systems to enamel. **Am J Dent.** 1999; 12(4): 181-4.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. Fractographical analysis of resin-dentin bonds. **Am J Dent.** 2001; 14(6): 355-60.

Hashimoto M, Ohno H, Yoshida E, Hori M, Sano H, Kaga M *et al.* Resin-enamel bonds made with self-etching primers on ground enamel. **Eur J Oral Sci.** 2003; 111(5): 447-53.

Heintze SD, Radl A, Salz U, Rheinberger V. The effectiveness of a self-etching adhesive for fissure sealings [Abstract 1421]. **J Dent Res** 1998; 77: 809.

Hotta K, Mogi M, Miura F, Nakabayashi N. Effect of 4-MET on bond strength and penetration of monomers into enamel. **Dent Mater.** 1992; 8(3): 173-5.

Haupt M, Fukus A, Eidelman E. The preventive resin (composite resin/sealant) restoration: nine-year results. **Quintessence Int.** 1994; 25(3): 155-9.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G *et al.* Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. **Am J Dent.** 2003; 16(5): 329-34.

Jendresen MD, Glants PO, Baier RE, Eick JD. Microtopography and clinical adhesiveness of an acid etched tooth surface. An in vivo study. **Acta Odontol Scand.** 1981; 39:47-53.



Jokstad A, Mjor IA, Nilner K, Kaping S. Clinical performance of three anterior restorative materials over 10 years. **Quintessence Int.** 1994; 25(2): 101-8.

Kanca J 3rd. A method for bonding to tooth structure using phosphoric acid as a dentin-enamel conditioner. **Quintessence Int.** 1991; 22(4): 285-90.

Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. **J Dent.** 1999; 27(7): 523-30.

Kramer IRH, Mclean JW. Alterations in the staining reactions of dentine resulting from a constituent of a new self-polymerizing resin. **Br Dent J.** 1952; 92: 150-3.

Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: from first to sixth generation. **J Am Dent Assoc.** 2000; 131 Suppl: 20S-25S.

Kwong SM, Cheung GS, Kei LH, Itthagarun A, Smales RJ, Tay FR *et al.* Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. **Dent Mater.** 2002; 18(5): 359-69.

Legler LR, Retief DH, Bradley EL. Effects of phosphoric acid concentration and etch duration on enamel depth of etch: an in vitro study. **Am J Orthod Dentofacial Orthop.** 1990; 98(2):154-60.

Lin CP, Douglas WH. Failure mechanisms at the human dentin-resin interface: a fracture mechanics approach. **J Biomechanics** 1994; 8: 1037-47.

Lopes GC, Marson FC, Vieira LC, de Caldeira AM, Baratieri LN. Composite bond strength to enamel with self-etching primers. **Oper Dent.** 2004; 29(4): 424-9.

Lygidakis NA, Oulis KI. A comparison of Fluroshield with Delton fissure sealant: four year results. **Pediatr Dent.** 1999; 21(7): 429-31.

Lyon DG, Darling AI. Orientation of the crystallites in human dental enamel (I). **Br Dent J**. 1957; 102: 483-8.

Mair LH. Ten-year clinical assessment of three posterior resin composites and two amalgams. **Quintessence Int**. 1998; 29(8): 483-90.

Manson-Rahemtulla B, Retief DH, Jamison HC. Effect of concentrations of phosphoric acid on enamel dissolution. **J Prosthet Dent**. 1984; 51(4): 495-8.

Marquezini JR I, Pereira ICG, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of pre-etching on the durability of bond strengths of self-etching adhesive to ground enamel [Abstract 862]. **J Dent Res**. 2003; 82(Suppl Issue B): 120.

Meckel AH, Griebstein WJ, Neal RJ. Structure of mature human dental enamel as observed by electron microscopy. **Arch Oral Biol**. 1965; 10(5): 775-83.

Meola MT, Papaccio G. A scanning electron microscope study of the effect of etching time and mechanical pre-treatment on the pattern of acid etching on the enamel of primary teeth. **Inter Dent J**. 1986; 36: 49-53.

Miller RA. Laboratory and clinical evaluation of a self-etching primer. **J Clin Orthod**. 2001; 35(1): 42-5.

Miyazaki M, Sato M, Onose H. Durability of enamel bond strength of simplified bonding systems. **Oper Dent**. 2000; 25(2): 75-80.

Moll K, Gartner T, Haller B. Effect of moist bonding on composite/enamel bond strength. **Am J Dent**. 2002; 15(2): 85-90.

Munechika T, Suzuki K, Nishiyama M, Ohashi M, Horie K. A comparison of the tensile bond strengths of composite resins to longitudinal and transverse sections of enamel prisms in human teeth. **J Dent Res.** 1984; 63(8): 1079-82.

Nakabayashi N, Pashley DH. **Hybridization of dental hard tissue.** Tokyo: Quintessence Publishing Co. 1998: 8-9.

Nakabayashi N, Saimi Y. Bonding to intact dentin. **J Dent Res.** 1996; 75(9): 1706-15.

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

Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. **Esthet Dent.** 1991; 3(4): 133-8.

Nakajima M, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Yoshiyama M, Ebisu S *et al.* Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. **Dent Res.** 1995; 74(10): 1679-88.

Nakatsuka K. Characteristics of Clearfil Mega Bond (Clearfil SE Bond). In: Momoi Y, Akimoto N, Kohno A, editors. **Modern trends in Adhesive Dentistry:** Proceedings of the adhesive Dentistry. Forum 99 in Tsurumi, Yokohama, Japan. Osaka. Dental Materials Department, Medical Products division. Osaka: Kuraray Co. Ltd. Printers; 2000. p.141-51.

Nathanson D, Bodkin JL, Evans JR. SEM of etching patterns in surface and subsurface enamel. **J Pedodont.** 1982; 7: 11-7.

Nordenvall KJ, Brannstrom M, Malmgren O. Etching of deciduous teeth and young and old permanent teeth. A comparison between 15 and 60 seconds of etching. **Am J Orthod.** 1980; 78(1): 99-108.

Opdam NJ, Roeters FJ, Feilzer AJ, Verdonschot EH. Marginal integrity and postoperative sensitivity in Class 2 resin composite restorations in vivo. **J Dent.** 1998; 26(7): 555-62.

Osborn JW. The nature of the Hunter-Schreger bands in enamel. **Arch Oral Biol.** 1965; 10(6): 929-35.

Pashley DH. The effects of acid etching on the pulpodentin complex. **Oper Dent.** 1992; 17(6): 229-42.

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

Pashley DH, Michelich V, Kehl T. Dentin permeability: Effects of smear layer removal. **J Prosthet Dent.** 1981; 46: 531-7.

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

Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of denting to adhesive resins. **Quintessence Int.** 1993; 24: 618-31.

Pashley EL, Talman R, Horner JA, Pashley DH. Permeability of normal versus carious dentin. **Endod Dent Traumatol.** 1991; 7(5): 207-11.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dent Mater.** 1995; 11(2): 117-25.

Pashley DH, Tao L, Boyd L, King GE, Horner JA. Scanning electron microscopy of the substructure of smear layers in human dentine. **Arch Oral Biol.** 1988; 33(4): 265-70.

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.

Perdigão J, Geraldeli S. Bonding Characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. **J Esthet Restor Dent.** 2003; 15(32): 32-42.

Perdigão J, Lopes L, Lambrechts P, Leitao J, Van Meerbeek B, Vanherle G. Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. [published erratum appears in **Am J Dent** 1997; 10(4): 183]. **Am J Dent.** 1997; 10(3): 141-6.

Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Braem M, Yildiz E, Yucel T *et al.* The interaction of adhesive systems with human dentin. **Am J Dent,** 1996; 9(4): 167-73.

Peumans M, Van Meerbeek B, De Munk J, Lambrechts P. Two-year clinical effectiveness of a self -etch adhesive in cervical lesions [Abstract 0911]. **J Dent Res.** 2003; 82(Spec No.): 126.

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

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

Poole DF, Johnson NW. The effects of different demineralizing agents on human enamel surfaces studied by scanning electron microscopy. **Arch Oral Biol.** 1967; 12(12): 1621-34.

Poole DF, Tailby PW, Berry DC. The movement of water and other molecules through human enamel. **Arch Oral Biol.** 1963; 38: 771-2.

Prati C, Chersoni S, Ferrieri P, Mongiorgi R, Checchi L. Handling of bonding agents: clinical data. In: Dondi dall'Orologio G, Prati C, editors. **Factors influencing the quality of composite restorations. Theory and practice.** Carimate: Ariesdue S.R.L. Publishers; 1997. p. 65-83.

Qvist V, Strom C. 11-year assessment of Class-III resin restorations completed with two restorative procedures. **Acta Odontol Scand.** 1993; 51(4): 253-62.

Retief DH, Bischoff J, van der Merwe EH. Pyruvic acid as an etching agent. **J Oral Rehabil.** 1976; 3(3): 245-65.

Retief DH, Busscher HJ, de Boer P, Jangebloed WL, Arends J. A laboratory evaluation of three etching solutions. **Dent Mater** 1986; 2: 202-6.

Retief DH. A comparative study of three etching solutions: effects on enamel surface and adhesive-enamel interface. **J Oral Rehabil.** 1975; 2(1): 75-96.

Retief DH. The mechanical bond. **Int Dent J.** 1978; 28(1): 18-27.

Ripa LW, Gwinnett AJ, Buonocore MG. The "prismless" outer layer of deciduous and permanent enamel. **Arch Oral Biol.** 1966; 11(1): 41-8.

Ronnholm E. The amelogenesis of human teeth as revealed by electron microscopy. II. The development of the enamel crystallites. **J Ultrastruct Res.** 1962; 6: 249-303.

Sano H, Shono T, Sonoda H, *et al.* Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength. Evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater.** 1994; 10: 236-40.

Saunders WP, Strang R, Ahmad I. Shear bond strength of bond to enamel and dentin. **Am J Dent.** 1991; 4: 265-7.

Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, *et al.* Micro-tensile testing of denting adhesives. **Dent Mater** 1998; 14: 194-201.

Scott DB, Wyckoff RW. The study of enamel by electron microscopy. **J Am Dent Assoc.** 1952; 44(4): 377-85.

Scott DB, Simmelink JW, Nygaard V. Structural aspects of dental caries. **J Dent Res.** 1974; 53(2): 165-78.

Shaffer SE, Barkmeier WW, Kelsey WP 3rd. Effects of reduced acid conditioning time on enamel microleakage. **Gen Dent.** 1987; 35(4): 278-80.

Sharawy M, Yaeger JA. Esmalte. In: Bhaskar SN. **Histologia e Embriologia de Orban.** São Paulo: Artes Médicas; 1989. v.10, cap. 6, p 51-110.

Shimada Y, Tagami J. Effects of regional enamel and prism orientation on resin bonding. **Oper Dent.** 2003; 28(1): 20-7.

Shimada Y, Kikushima D, Tagami J. Micro-shear bond strength of resin-bonding systems to cervical enamel. **Am J Dent.** 2002a; 15(6): 373-7.

Shimada Y, Iwamoto N, Kawashima M, Burrow MF, Tagami J. Shear bond strength of current adhesive systems to enamel, dentin and dentin-enamel junction region. ***Oper Dent.*** 2003; 28(5): 585-90.

Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. ***Oper Dent.*** 2002b; 27(4): 403-9.

Shinchi MJ, Soma K, Nakabayashi N. The effect of phosphoric acid concentration on resin tag length and bond strength of a photo-cured resin to acid-etched enamel. ***Dent Mater.*** 2000; 16(5): 324-9.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvelho RM, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. ***J Dent Res*** 1999; 78: 669-705.

Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of surface area on resin-enamel tensile strength. ***Dent Mater*** 1997; 13: 290-6.

Silverstone LM. Fissure sealants. Laboratory studies. ***Caries Res.*** 1974; 8(1): 2-26.

Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fejerskov O. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. ***Caries Res.*** 1975; 9(5): 373-87.

Stephen KW, Kikwood M, Main C, Gillespie, FC, Campbell D. Retention of a filled fissure sealant using reduced etching time. ***Br. Dent. J.*** 1982; 153: 232-3.



Summers AW, Latta MA, Ellis RW, Barkmeier WW. Microleakage of sealants placed with different enamel conditioners [abstract 197]. **J Dent Res** 1998; 77: 130.

Swift EJ Jr, Cloe BC. Shear bond strengths of new enamel etchants. **Am J Dent**. 1993; 6(3): 162-4.

Swift EJ Jr, 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.

Tagami J, Tao L, Pashley DH. Correlation among dentin depth, permeability, and bond strength of adhesive resins. **Dent Mater**. 1990; 6(1): 45-50.

Tagami J, Hosoda H, Burrow MF, Nakajima M. Effect of aging and caries on dentin permeability. **Proc Finn Dent Soc**. 1992; 88 Suppl 1:149-54.

Tao L, Pashley DH, Boyd L. Effect of different types of smear layers on dentin and enamel shear bond strengths. **Dent Mater**. 1988; 4(4): 208-16.

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

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**. 1996b; 9(1): 43-8.

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**. 1996a; 12(4): 236-44.

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

Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SH. Structural evidence of a sealed tissue interface with a total-etch wet-bonding technique in vivo. **J Dent Res.** 1994a; 73(3): 629-36.

Tay FR, Pang KM, Gwinnett AJ, Wei SHY. A Scanning electron microscopic study of the extent of resin penetration into human coronal dentin following a total etch technique, *in vivo*. **Cell Mater** 1994b; 4: 317-29.

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

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

Tay FR, Pashley DH, King NM, Carvalho RM, Tsai J, Lai SC *et al.* Aggressiveness of self-etch adhesives on unground enamel. **Oper Dent.** 2004; 29(3): 309-16.

Ten Cate AR. **Oral Histology:** Development, Structure and Function. 4. ed. St. Louis: Mosby; 1994. p. 169-217.

Ten Cate JM, Keizer S, Arends J. Polymer adhesion to enamel. The influence of viscosity and penetration. **J Oral Rehabil.** 1977; 4(2): 149-56.

Toida T, Watanabe A, Nakabayashi N. Effect of smear layer on bonding to dentin prepared with bur. **J Jpn Dent Mater** 1995, 14: 109-16.

Torii Y, Itou K, Hikasa R, Iwata S, Nishitani Y. Enamel tensile bond strength and morphology of resin-enamel interface created by acid etching system with or without moisture and self-etching priming system. **J Oral Rehabil.** 2002; 29(6): 528-33.

Tyldesley WR. The mechanical properties of human enamel and dentine. **Br Dent J.** 1950: 269-78.

Urabe I, Inokoshi S, Suzuki T, Yamada T, Tagami J. Scanning laser microscopy and scanning electron microscopy of etched human enamel and dentin. **Jap Soc Adhes Dent.** 1997(15): 48-53.

van Dijken JWD. Simplified adhesive systems in Class V non-carious cervical dentin lesions [abstract 8]. In: **Programs and abstracts of the European Festival of Oral Science.** Cardiff, Wales; 2002. p.25-8.

Van Meerbeek B, Conn LJ Jr, Duke ES, Eick JD, Robinson SJ, Guerrero D. Correlative transmission electron microscopy examination of nondemineralized and demineralized resin-dentin interfaces formed by two dentin adhesive systems. **J Dent Res.** 1996; 75(3): 879-88.

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

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: 1530-40.

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

Van Meerbeek B, Vargas S, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P *et al.* Adhesives and cements to promote preservation dentistry. ***Oper Dent.*** 2001; (Suppl 6): 119-44.

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

Van Noort R. Clinical relevance of laboratory studies on dental materials: strength determination-a personal view. ***J Dent.*** 1994; (22 Suppl 1): S4-8.

Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. ***J Dent Res.*** 1991; 70(5): 889-93.

Van Noort R, Norrozi S, Howard IC, Cardew GE. A critique of bond strength measurements. ***J Dent*** 1989; 17: 661-667.

Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin. ***J Dent Res*** 1997; 76: 1298-307.

Wang H, Shimada Y, Tagami J. Shear bond stability of current adhesive systems to enamel. ***Oper Dent.*** 2004; 29(2): 168-75.

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

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.** 1994a; 73(6): 1212-20.

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

Watanabe I, Saimi Y, Nakabayashi N. Effect of smear layer on ground dentin – Relationship between condition and tensile bond strength. **J Jpn Dent Mater.** 1994b; 13: 101-8.

Wendt LK, Koch G. Fissure sealant in permanent first molars after 10 years. **Swed Dent J.** 1988; 12(5): 181-5.

Wendt LK, Koch G, Birkhed D. On the retention and effectiveness of fissure sealant in permanent molars after 15-20 years: a cohort study. **Community Dent Oral Epidemiol.** 2001; 29(4): 302-7.

Whittaker DK, Structural variations in the surface zone of human tooth enamel observed by scanning electron microscopy. **Arch Oral Biol.** 1982; 27: 383-92.


Yiu CK, Tay FR, King NM, Pashley DH, Carvalho RM, Carrilho MR. Interaction of resin-modified glass-ionomer cements with moist dentine. **J Dent.** 2004; 32(7): 521-30.

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


Zidan O, Hill G. Phosphoric acid concentration: enamel surface loss and bonding strength. **J Prosthet Dent.** 1986; 55(3): 388-92.

## ANEXOS

### ANEXO 1

**UNICAMP**

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




**CERTIFICADO**

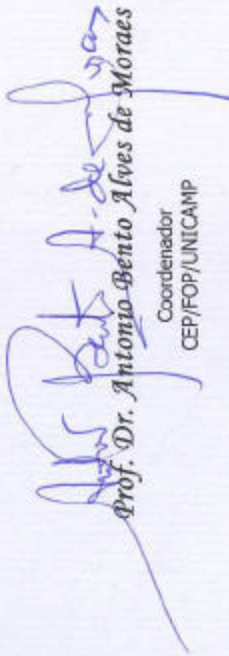
Certificamos que o Projeto de pesquisa intitulado "Efeito de Sistemas Adesivos Auto-Condicionantes na Superfície do Esmalte Dental Intacto e Desgastado", sob o protocolo nº **037/2003**, do Pesquisador **Vinicius Di Hipólito**, sob a responsabilidade do Prof. Dr. **Mário Fernando de Góes**, está de acordo com a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde/MS, de 10/10/96, tendo sido aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa – FOP.

Piracicaba, 07 de julho de 2003

We certify that the research project with title "Effect of Self-Etching Priming Agents on Intact and Ground Enamel Surfaces", protocol nº **037/2003**, by Researcher **Vinicius Di Hipólito**, responsibility by Prof. Dr. **Mário Fernando de Góes**, is in agreement with the Resolution 196/96 from National Committee of Health/Health Department (BR) and was approved by the Ethical Committee in Research at the Piracicaba Dentistry School/UNICAMP (State University of Campinas).

Piracicaba, SP, Brazil, July 07 2003

  
**Prof. Dr. Pedro Luiz Rosalen**  
Secretário  
CEP/FOP/UNICAMP

  
**Prof. Dr. Antonio Bento Alves de Moraes**  
Coordenador  
CEP/FOP/UNICAMP

## ANEXO 2

### Procedimentos de união

- **Protocolo para o Grupo 1 (Single Bond - SB)**

- 1- Condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15s da superfície do esmalte;
- 2- Enxágüe com água destilada por 15s;
- 3- Remoção do excesso de umidade da superfície com papel absorvente;
- 4- Aplicação de duas camadas consecutivas do sistema de união Single Bond (“frasco único”);
- 5- Leve jato de ar para volatilização do solvente;
- 6- Fotoativação com aparelho XL 3000 (3M ESPE) por 10s.

- **Protocolo para o Grupo 2 (Clearfil SE Bond - SE)**

- 1- Secagem da superfície do esmalte;
- 2- Aplicação do *primer* por 20s, com auxílio de pincel tipo microbrush;
- 3- Leve jato de ar para a volatilização do solvente;
- 4- Aplicação do agente do adesivo;
- 5- Fotoativação com aparelho XL 3000 (3M ESPE) por 10s.



- **Protocolo para o Grupo 3 (Prompt L-Pop - PLP)**

- 1- Secagem da superfície do esmalte;
- 2- Compressão do compartimento 1 (amarelo) da embalagem para liberação do conteúdo em direção com compartimento 2 (vermelho).
- 3- Compressão do compartimento 2 (vermelho) para liberação da solução ácida em direção ao pincel tipo microbrush localizado no compartimento 3;
- 4- Aplicação da solução ácida por 15s sob fricção por 15 segundos;
- 5- Leve jato de ar para a volatilização do solvente;
- 6- Fotoativação com aparelho XL 3000 (3M ESPE) por 10s.

- **Protocolo para o Grupo 4 (Adper Prompt - AD)**

- 1- Secagem da superfície do esmalte;
- 2- Mistura de 1 gota do Prompt A com 1 gota do Prompt B durante 5 segundos com auxílio de pincel tipo microbrush;
- 3- Aplicação da solução ácida por 15s sob fricção;
- 4- Leve jato de ar para a volatilização do solvente;
- 5- Fotoativação com aparelho XL 3000 (3M ESPE) por 10s.

## ANEXO 3

QUADRO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

CAUSAS DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
MATERIAL AJUST.	3	3065.0248613	1021.6749538	32.2837	0.00001
SUBSTRAT. AJUST	1	31.4872070	31.4872070	0.9950	0.67926
MAT*SUB AJUST	3	15.0596919	5.0198973	0.1586	0.92345
RESÍDUO	154	4873.6089435	31.6468113		
TOTAL	161	7957.5738257			

MÉDIA GERAL AJUSTADA = 23.409365

COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 24,031%

S.Q. MATERIAL NÃO AJUSTADA = 3037.4179834

S.Q. SUBSTRATO NÃO AJUSTADA = 3.8803291

QUADRO DA VARIÂNCIA FIXANDO NÍVEIS

CAUSAS DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
MAT/SUB 1	3	1282.4460479	427.4820160	13.5079	0.00001
MAT/SUB 2	3	1797.6385053	599.2128351	18.9344	0.00001
SUB/MAT 1	1	34.4857205	34.4857205	1.0897	0.35566
SUB/MAT 2	1	3.2157708	3.2157708	0.1016	0.95812
SUB/MAT 3	1	6.9309425	6.9309425	0.2190	0.88353
SUB/MAT 4	1	1.9144651	1.9144615	0.0605	0.97970
RESÍDUO	154	4873.6089435	31.6468113		

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DO MATERIAL

NUM. ORDEM	NUM. TRAT	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS AJ.	MÉDIAS ORIG. AJ.	5%	1%
1	1	SINGBOMD	32	30.778754	30.778754	a	A
2	2	PROMPT L	52	24.654320	24.654320	b	B
3	3	ADPER	53	20.654902	20.654902	c	C
4	4	CLEARFIL	25	17.549481	17.549481	c	C

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DO MATERIAL  
DENTRO DE INTACTO DO FATOR SUBSTRATO

NUM. ORDEM	NUM. TRAT	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS AJ.	MÉDIAS ORIG. AJ.	5%	1%
1	1	SINGBOMD	16	29.740631	29.740631	a	A
2	2	PROMPT L	30	24.273333	24.273333	b	AB
3	3	ADPER	23	20.496523	20.496523	bc	BC
4	4	CLEARFIL	11	17.198181	17.198181	c	C

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DO MATERIAL  
DENTRO DE DESGASTA DO FATOR SUBSTRATO

NUM. ORDEM	NUM. TRAT	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS AJ.	MÉDIAS ORIG. AJ.	5%	1%
1	1	SINGBOMD	16	31.816875	31.816875	a	A
2	2	PROMPT L	22	25.012274	25.012274	b	B
3	3	ADPER	30	20.880001	20.880001	c	BC
4	4	CLEARFIL	14	17.920713	17.920713	c	C

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DO SUBSTRAT  
DENTRO DE SINGBOND DO FATOR MATERIAL

NUM. ORDEM	NUM. TRAT	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS AJ.	MEDIAS ORIG. AJ.	5%	1%
1	2	DESGASTA	16	31.816875	31.816875	a	A
2	1	INTACTO	16	29.740631	29.740631	a	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DO SUBSTRAT  
DENTRO DE CLEARFIL DO FATOR MATERIAL

NUM. ORDEM	NUM. TRAT	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS AJ.	MEDIAS ORIG. AJ.	5%	1%
1	2	DESGASTA	14	17.920713	17.920713	a	A
2	1	INTACTO	11	17.198181	17.198181	a	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DO SUBSTRAT  
DENTRO DE PROMPT L DO FATOR MATERIAL

NUM. ORDEM	NUM. TRAT	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS AJ.	MEDIAS ORIG. AJ.	5%	1%
1	2	DESGASTA	22	25.012274	25.012274	a	A
2	1	INTACTO	30	24.273333	24.273333	a	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DO SUBSTRAT  
DENTRO DE ADPER DO FATOR MATERIAL

NUM. ORDEM	NUM. TRAT	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS AJ.	MEDIAS ORIG. AJ.	5%	1%
1	2	DESGASTA	30	20.880001	20.880001	a	A
2	1	INTACTO	23	20.496523	20.496523	a	A

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DO SUBSTRAT

NÚM. ORDEM	NÚM. TRAT	NOME	NÚM. REPET	MÉDIAS AJ.	MÉDIAS ORIG. AJ.	5%	1%
1	2	DESGASTA	82	23.853695	23.853695	a	A
2	1	INTACTO	80	22.965031	22.965031	a	A

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO